

data_smallwo

_audit_creation_method SHELXL-97
_chemical_name_systematic
;
?
;
_chemical_name_common ?
_chemical_melting_point ?
_chemical_formula_moiety ?
_chemical_formula_sum
'H4 Ca6 O18 Si4 Zr'
_chemical_formula_weight 736.09

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'
'H' 'H' 0.0000 0.0000
'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'
'Ca' 'Ca' 0.2262 0.3064
'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'
'Zr' 'Zr' -2.9673 0.5597
'International Tables Vol C Tables 4.2.6.8 and 6.1.1.4'

_symmetry_cell_setting ?
_symmetry_space_group_name_H-M ?

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

_cell_length_a 5.6662(16)
_cell_length_b 18.844(5)
_cell_length_c 3.7280(11)
_cell_angle_alpha 90.00
_cell_angle_beta 90.00
_cell_angle_gamma 90.00
_cell_volume 398.0(2)

```

_cell_formula_units_Z      1
_cell_measurement_temperature  566(2)
_cell_measurement_reflms_used  ?
_cell_measurement_theta_min   ?
_cell_measurement_theta_max   ?

_exptl_crystal_description    ?
_exptl_crystal_colour         ?
_exptl_crystal_size_max       ?
_exptl_crystal_size_mid       ?
_exptl_crystal_size_min       ?
_exptl_crystal_density_meas    ?
_exptl_crystal_density_diffn   3.071
_exptl_crystal_density_method  'not measured'
_exptl_crystal_F_000          364
_exptl_absorpt_coefficient_mu  3.024
_exptl_absorpt_correction_type ?
_exptl_absorpt_correction_T_min ?
_exptl_absorpt_correction_T_max ?
_exptl_absorpt_process_details ?

_exptl_special_details
;
?
;

_diffn_ambient_temperature  566(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 ?
_diffn_measurement_method    ?
_diffn_detector_area_resol_mean ?
_diffn_standards_number      ?
_diffn_standards_interval_count ?
_diffn_standards_interval_time ?
_diffn_standards_decay_%     ?
_diffn_reflms_number         2135
_diffn_reflms_av_R_equivalents 0.0856
_diffn_reflms_av_sigmaI/netI  0.0605
_diffn_reflms_limit_h_min     -6
_diffn_reflms_limit_h_max     7
_diffn_reflms_limit_k_min     -14
_diffn_reflms_limit_k_max     24
_diffn_reflms_limit_l_min     -4
_diffn_reflms_limit_l_max     4
_diffn_reflms_theta_min       2.16
_diffn_reflms_theta_max       28.04
_reflms_number_total          523
_reflms_number_gt             483
_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^)+(0.0422P)^2^+6.5671P] where P=(Fo^2^+2Fc^2^)/3'
_atom_sites_solution_primary    direct
_atom_sites_solution_secondary  difmap
_atom_sites_solution_hydrogens  geom
_refine_ls_hydrogen_treatment   mixed
_refine_ls_extinction_method     SHELXL
_refine_ls_extinction_coef       0.000(5)
_refine_ls_extinction_expression
'Fc*^=kFc[1+0.001xFc^2^l^3^/sin(2\q)]^-1/4^'
_refine_ls_number_reflns        523
_refine_ls_number_parameters     59
_refine_ls_number_restraints     0
_refine_ls_R_factor_all          0.1195
_refine_ls_R_factor_gt           0.1029
_refine_ls_wR_factor_ref         0.1837
_refine_ls_wR_factor_gt          0.1790
_refine_ls_goodness_of_fit_ref   1.477
_refine_ls_restrained_S_all      1.477
_refine_ls_shift/su_max          1.365
_refine_ls_shift/su_mean         0.028

```

```
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
Ca1 Ca 0.1796(5) 0.19582(14) 0.0000 0.0114(7) Uani 1 2 d S . .
Ca2 Ca 0.5000 0.5000 0.0000 0.017(4) Uani 0.358(18) 4 d SP . .
O1 O -0.0497(16) 0.3081(5) 0.0000 0.014(2) Uani 1 2 d S . .
O2 O 0.173(2) 0.0636(5) 0.0000 0.030(3) Uani 1 2 d S . .
O3 O 0.4153(16) 0.3204(5) 0.0000 0.014(2) Uani 1 2 d S . .
O4 O 0.148(2) 0.4389(6) 0.106(3) 0.016(3) Uani 0.50 1 d P . .
Si Si 0.1699(8) 0.3593(2) 0.0703(12) 0.0102(18) Uani 0.50 1 d P . .
O5 O 0.156(4) 0.3807(11) 0.5000 0.025(5) Uani 0.50 2 d SP . .
Zr6 Zr 0.0000 0.5000 -0.5000 0.0156(7) Uani 0.50 4 d SP . .
Ca6 Ca 0.0000 0.5000 -0.5000 0.0156(7) Uani 0.50 4 d SP . .

```

```

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
Ca1 0.0116(13) 0.0160(13) 0.0065(12) 0.000 0.000 0.0025(11)
Ca2 0.008(5) 0.031(6) 0.012(5) 0.000 0.000 -0.007(5)
O1 0.019(5) 0.015(4) 0.009(4) 0.000 0.000 0.000(4)
O2 0.049(7) 0.012(5) 0.031(6) 0.000 0.000 -0.001(5)
O3 0.012(4) 0.014(4) 0.015(5) 0.000 0.000 0.004(3)
O4 0.023(7) 0.012(5) 0.015(7) -0.010(4) 0.000(5) -0.008(5)
Si 0.014(2) 0.0086(19) 0.008(5) 0.0015(16) -0.0023(18) 0.0026(17)
O5 0.031(12) 0.025(11) 0.019(10) 0.000 0.000 0.019(10)
Zr6 0.0238(14) 0.0063(11) 0.0166(13) 0.000 0.000 0.0015(11)
Ca6 0.0238(14) 0.0063(11) 0.0166(13) 0.000 0.000 0.0015(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
Ca1 O3 2.411(6) 7_565 ?
Ca1 O3 2.411(6) 7_566 ?
Ca1 O1 2.415(6) 7_666 ?
Ca1 O1 2.415(6) 7_665 ?
Ca1 O1 2.482(9) . ?

```

Ca1 O2 2.492(10) . ?
 Ca1 O3 2.701(10) . ?
 Ca1 O5 3.06(2) 7_665 ?
 Ca1 Si 3.092(5) 6 ?
 Ca1 Si 3.092(5) . ?
 Ca1 Si 3.371(5) 4 ?
 Ca1 Si 3.371(5) 7_665 ?
 Ca2 O4 2.338(12) 6 ?
 Ca2 O4 2.338(12) . ?
 Ca2 O4 2.338(12) 2_665 ?
 Ca2 O4 2.338(12) 5_665 ?
 Ca2 O2 2.422(7) 7_665 ?
 Ca2 O2 2.422(7) 7_666 ?
 Ca2 O2 2.422(7) 3 ?
 Ca2 O2 2.422(7) 3_554 ?
 Ca2 Si 3.255(5) . ?
 Ca2 Si 3.255(5) 6 ?
 Ca2 Si 3.255(5) 2_665 ?
 Ca2 Si 3.255(5) 5_665 ?
 O1 Si 1.597(10) 6 ?
 O1 Si 1.597(10) . ?
 O1 Ca1 2.415(6) 7_565 ?
 O1 Ca1 2.415(6) 7_566 ?
 O2 Ca6 2.209(12) 3_544 ?
 O2 Zr6 2.209(12) 3_544 ?
 O2 Ca2 2.422(7) 3_544 ?
 O2 Ca2 2.422(7) 3_545 ?
 O3 Si 1.593(10) 6 ?
 O3 Si 1.593(10) . ?
 O3 Ca1 2.411(6) 7_666 ?
 O3 Ca1 2.411(6) 7_665 ?
 O4 O4 0.79(2) 6 ?
 O4 Si 1.511(12) . ?
 O4 Si 1.643(11) 6 ?
 O4 Ca6 2.045(12) 1_556 ?
 O4 Zr6 2.045(12) 1_556 ?
 O4 Zr6 2.671(12) . ?
 Si Si 0.524(9) 6 ?
 Si O4 1.643(11) 6 ?
 Si O5 1.654(7) . ?
 Si O5 2.166(6) 1_554 ?
 Si Ca6 3.244(4) 1_556 ?
 Si Zr6 3.244(4) 1_556 ?
 Si Ca1 3.371(5) 7_566 ?
 O5 Si 1.654(7) 6_556 ?
 O5 Si 2.166(6) 6 ?
 O5 Si 2.166(6) 1_556 ?
 O5 Ca6 2.415(19) 1_556 ?
 O5 Zr6 2.415(19) 1_556 ?
 O5 Ca1 3.06(2) 7_566 ?
 Zr6 O4 2.045(12) 1_554 ?
 Zr6 O4 2.045(12) 6 ?
 Zr6 O4 2.045(12) 5_565 ?
 Zr6 O4 2.045(12) 2_564 ?

Zr6 O2 2.209(12) 7_565 ?
Zr6 O2 2.209(12) 3_554 ?
Zr6 O5 2.415(19) 1_554 ?
Zr6 O5 2.415(19) 5_565 ?
Zr6 O4 2.671(13) 6_554 ?
Zr6 O4 2.671(13) 2_565 ?
Zr6 O4 2.671(13) 5_564 ?

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 Ca1 O3 101.3(3) 7_565 7_566 ?
O3 Ca1 O1 171.0(3) 7_565 7_666 ?
O3 Ca1 O1 78.1(2) 7_566 7_666 ?
O3 Ca1 O1 78.1(2) 7_565 7_665 ?
O3 Ca1 O1 171.0(3) 7_566 7_665 ?
O1 Ca1 O1 101.0(4) 7_666 7_665 ?
O3 Ca1 O1 77.5(3) 7_565 . ?
O3 Ca1 O1 77.5(3) 7_566 . ?
O1 Ca1 O1 110.99(15) 7_666 . ?
O1 Ca1 O1 110.99(15) 7_665 . ?
O3 Ca1 O2 82.1(3) 7_565 . ?
O3 Ca1 O2 82.1(3) 7_566 . ?
O1 Ca1 O2 88.9(3) 7_666 . ?
O1 Ca1 O2 88.9(3) 7_665 . ?
O1 Ca1 O2 147.5(4) . . ?
O3 Ca1 O3 114.68(16) 7_565 . ?
O3 Ca1 O3 114.68(16) 7_566 . ?
O1 Ca1 O3 73.3(2) 7_666 . ?
O1 Ca1 O3 73.3(2) 7_665 . ?
O1 Ca1 O3 61.2(3) . . ?
O2 Ca1 O3 151.3(4) . . ?
O3 Ca1 O5 119.2(3) 7_565 7_665 ?
O3 Ca1 O5 119.2(3) 7_566 7_665 ?
O1 Ca1 O5 54.9(2) 7_666 7_665 ?
O1 Ca1 O5 54.9(2) 7_665 7_665 ?
O1 Ca1 O5 149.7(4) . 7_665 ?
O2 Ca1 O5 62.8(5) . 7_665 ?
O3 Ca1 O5 88.5(4) . 7_665 ?
O3 Ca1 Si 92.9(2) 7_565 6 ?
O3 Ca1 Si 100.4(2) 7_566 6 ?
O1 Ca1 Si 96.1(2) 7_666 6 ?
O1 Ca1 Si 88.6(2) 7_665 6 ?
O1 Ca1 Si 30.9(2) . 6 ?
O2 Ca1 Si 174.76(14) . 6 ?
O3 Ca1 Si 31.0(2) . 6 ?
O5 Ca1 Si 119.0(4) 7_665 6 ?
O3 Ca1 Si 100.4(2) 7_565 . ?
O3 Ca1 Si 92.9(2) 7_566 . ?

O1 Ca1 Si 88.6(2) 7_666 . ?
 O1 Ca1 Si 96.1(2) 7_665 . ?
 O1 Ca1 Si 30.9(2) . . ?
 O2 Ca1 Si 174.76(14) . . ?
 O3 Ca1 Si 31.0(2) . . ?
 O5 Ca1 Si 119.0(4) 7_665 . ?
 Si Ca1 Si 9.73(17) 6 . ?
 O3 Ca1 Si 147.2(2) 7_565 4 ?
 O3 Ca1 Si 96.1(2) 7_566 4 ?
 O1 Ca1 Si 25.9(2) 7_666 4 ?
 O1 Ca1 Si 80.4(2) 7_665 4 ?
 O1 Ca1 Si 133.94(19) . 4 ?
 O2 Ca1 Si 72.9(3) . 4 ?
 O3 Ca1 Si 81.97(19) . 4 ?
 O5 Ca1 Si 29.30(12) 7_665 4 ?
 Si Ca1 Si 111.21(15) 6 4 ?
 Si Ca1 Si 106.34(14) . 4 ?
 O3 Ca1 Si 96.1(2) 7_565 7_665 ?
 O3 Ca1 Si 147.2(2) 7_566 7_665 ?
 O1 Ca1 Si 80.4(2) 7_666 7_665 ?
 O1 Ca1 Si 25.9(2) 7_665 7_665 ?
 O1 Ca1 Si 133.94(19) . 7_665 ?
 O2 Ca1 Si 72.9(3) . 7_665 ?
 O3 Ca1 Si 81.97(19) . 7_665 ?
 O5 Ca1 Si 29.30(12) 7_665 7_665 ?
 Si Ca1 Si 106.34(14) 6 7_665 ?
 Si Ca1 Si 111.21(15) . 7_665 ?
 Si Ca1 Si 56.74(16) 4 7_665 ?
 O4 Ca2 O4 19.5(6) 6 . ?
 O4 Ca2 O4 179.999(2) 6 2_665 ?
 O4 Ca2 O4 160.5(6) . 2_665 ?
 O4 Ca2 O4 160.5(6) 6 5_665 ?
 O4 Ca2 O4 180.0(5) . 5_665 ?
 O4 Ca2 O4 19.5(6) 2_665 5_665 ?
 O4 Ca2 O2 88.3(4) 6 7_665 ?
 O4 Ca2 O2 103.4(4) . 7_665 ?
 O4 Ca2 O2 91.7(4) 2_665 7_665 ?
 O4 Ca2 O2 76.6(4) 5_665 7_665 ?
 O4 Ca2 O2 103.4(4) 6 7_666 ?
 O4 Ca2 O2 88.3(4) . 7_666 ?
 O4 Ca2 O2 76.6(4) 2_665 7_666 ?
 O4 Ca2 O2 91.7(4) 5_665 7_666 ?
 O2 Ca2 O2 100.6(4) 7_665 7_666 ?
 O4 Ca2 O2 91.7(4) 6 3 ?
 O4 Ca2 O2 76.6(4) . 3 ?
 O4 Ca2 O2 88.3(4) 2_665 3 ?
 O4 Ca2 O2 103.4(4) 5_665 3 ?
 O2 Ca2 O2 179.998(2) 7_665 3 ?
 O2 Ca2 O2 79.4(4) 7_666 3 ?
 O4 Ca2 O2 76.6(4) 6 3_554 ?
 O4 Ca2 O2 91.7(4) . 3_554 ?
 O4 Ca2 O2 103.4(4) 2_665 3_554 ?
 O4 Ca2 O2 88.3(4) 5_665 3_554 ?
 O2 Ca2 O2 79.4(4) 7_665 3_554 ?

O2 Ca2 O2 179.998(2) 7_666 3_554 ?
 O2 Ca2 O2 100.6(4) 3 3_554 ?
 O4 Ca2 Si 28.6(3) 6 . ?
 O4 Ca2 Si 25.1(3) . . ?
 O4 Ca2 Si 151.4(3) 2_665 . ?
 O4 Ca2 Si 154.9(3) 5_665 . ?
 O2 Ca2 Si 83.7(3) 7_665 . ?
 O2 Ca2 Si 76.5(3) 7_666 . ?
 O2 Ca2 Si 96.3(3) 3 . ?
 O2 Ca2 Si 103.5(3) 3_554 . ?
 O4 Ca2 Si 25.1(3) 6 6 ?
 O4 Ca2 Si 28.6(3) . 6 ?
 O4 Ca2 Si 154.9(3) 2_665 6 ?
 O4 Ca2 Si 151.4(3) 5_665 6 ?
 O2 Ca2 Si 76.5(3) 7_665 6 ?
 O2 Ca2 Si 83.7(3) 7_666 6 ?
 O2 Ca2 Si 103.5(3) 3 6 ?
 O2 Ca2 Si 96.3(3) 3_554 6 ?
 Si Ca2 Si 9.24(16) . 6 ?
 O4 Ca2 Si 154.9(3) 6 2_665 ?
 O4 Ca2 Si 151.4(3) . 2_665 ?
 O4 Ca2 Si 25.1(3) 2_665 2_665 ?
 O4 Ca2 Si 28.6(3) 5_665 2_665 ?
 O2 Ca2 Si 103.5(3) 7_665 2_665 ?
 O2 Ca2 Si 96.3(3) 7_666 2_665 ?
 O2 Ca2 Si 76.5(3) 3 2_665 ?
 O2 Ca2 Si 83.7(3) 3_554 2_665 ?
 Si Ca2 Si 170.76(16) . 2_665 ?
 Si Ca2 Si 180.0 6 2_665 ?
 O4 Ca2 Si 151.4(3) 6 5_665 ?
 O4 Ca2 Si 154.9(3) . 5_665 ?
 O4 Ca2 Si 28.6(3) 2_665 5_665 ?
 O4 Ca2 Si 25.1(3) 5_665 5_665 ?
 O2 Ca2 Si 96.3(3) 7_665 5_665 ?
 O2 Ca2 Si 103.5(3) 7_666 5_665 ?
 O2 Ca2 Si 83.7(3) 3 5_665 ?
 O2 Ca2 Si 76.5(3) 3_554 5_665 ?
 Si Ca2 Si 179.999(1) . 5_665 ?
 Si Ca2 Si 170.76(16) 6 5_665 ?
 Si Ca2 Si 9.24(16) 2_665 5_665 ?
 Si O1 Si 18.9(3) 6 . ?
 Si O1 Ca1 112.7(3) 6 7_565 ?
 Si O1 Ca1 129.8(4) . 7_565 ?
 Si O1 Ca1 129.8(4) 6 7_566 ?
 Si O1 Ca1 112.7(3) . 7_566 ?
 Ca1 O1 Ca1 101.0(4) 7_565 7_566 ?
 Si O1 Ca1 96.2(5) 6 . ?
 Si O1 Ca1 96.2(5) . . ?
 Ca1 O1 Ca1 107.9(3) 7_565 . ?
 Ca1 O1 Ca1 107.9(3) 7_566 . ?
 Ca6 O2 Zr6 0.0 3_544 3_544 ?
 Ca6 O2 Ca2 94.0(3) 3_544 3_544 ?
 Zr6 O2 Ca2 94.0(3) 3_544 3_544 ?
 Ca6 O2 Ca2 94.0(3) 3_544 3_545 ?

Zr6 O2 Ca2 94.0(3) 3_544 3_545 ?
 Ca2 O2 Ca2 100.6(4) 3_544 3_545 ?
 Ca6 O2 Ca1 121.9(5) 3_544 . ?
 Zr6 O2 Ca1 121.9(5) 3_544 . ?
 Ca2 O2 Ca1 120.1(3) 3_544 . ?
 Ca2 O2 Ca1 120.1(3) 3_545 . ?
 Si O3 Si 18.9(3) 6 . ?
 Si O3 Ca1 136.7(3) 6 7_666 ?
 Si O3 Ca1 118.2(2) . 7_666 ?
 Si O3 Ca1 118.2(2) 6 7_665 ?
 Si O3 Ca1 136.7(3) . 7_665 ?
 Ca1 O3 Ca1 101.3(3) 7_666 7_665 ?
 Si O3 Ca1 88.2(4) 6 . ?
 Si O3 Ca1 88.2(4) . . ?
 Ca1 O3 Ca1 101.4(2) 7_666 . ?
 Ca1 O3 Ca1 101.4(2) 7_665 . ?
 O4 O4 Si 84.9(5) 6 . ?
 O4 O4 Si 66.4(4) 6 6 ?
 Si O4 Si 18.5(3) . 6 ?
 O4 O4 Ca6 135.9(4) 6 1_556 ?
 Si O4 Ca6 131.1(7) . 1_556 ?
 Si O4 Ca6 146.4(7) 6 1_556 ?
 O4 O4 Zr6 135.9(4) 6 1_556 ?
 Si O4 Zr6 131.1(7) . 1_556 ?
 Si O4 Zr6 146.4(7) 6 1_556 ?
 Ca6 O4 Zr6 0.0 1_556 1_556 ?
 O4 O4 Ca2 80.2(3) 6 . ?
 Si O4 Ca2 113.7(7) . . ?
 Si O4 Ca2 108.4(6) 6 . ?
 Ca6 O4 Ca2 101.2(4) 1_556 . ?
 Zr6 O4 Ca2 101.2(4) 1_556 . ?
 O4 O4 Zr6 32.2(3) 6 . ?
 Si O4 Zr6 112.3(6) . . ?
 Si O4 Zr6 94.5(5) 6 . ?
 Ca6 O4 Zr6 103.7(5) 1_556 . ?
 Zr6 O4 Zr6 103.7(5) 1_556 . ?
 Ca2 O4 Zr6 84.9(4) . . ?
 Si Si O4 95.1(5) 6 . ?
 Si Si O3 80.53(17) 6 . ?
 O4 Si O3 123.0(7) . . ?
 Si Si O1 80.55(17) 6 . ?
 O4 Si O1 123.4(7) . . ?
 O3 Si O1 112.0(5) . . ?
 Si Si O4 66.4(4) 6 6 ?
 O4 Si O4 28.7(9) . 6 ?
 O3 Si O4 114.9(6) . 6 ?
 O1 Si O4 115.2(6) . 6 ?
 Si Si O5 165.6(7) 6 . ?
 O4 Si O5 70.6(8) . . ?
 O3 Si O5 108.3(7) . . ?
 O1 Si O5 105.6(9) . . ?
 O4 Si O5 99.3(8) 6 . ?
 Si Si O5 10.9(5) 6 1_554 ?
 O4 Si O5 84.2(7) . 1_554 ?

O3 Si O5 87.5(6) . 1_554 ?
 O1 Si O5 85.6(6) . 1_554 ?
 O4 Si O5 55.5(7) 6 1_554 ?
 O5 Si O5 154.7(12) . 1_554 ?
 Si Si Ca1 85.13(8) 6 . ?
 O4 Si Ca1 176.2(6) . . ?
 O3 Si Ca1 60.8(4) . . ?
 O1 Si Ca1 52.9(4) . . ?
 O4 Si Ca1 151.3(5) 6 . ?
 O5 Si Ca1 109.0(7) . . ?
 O5 Si Ca1 95.9(5) 1_554 . ?
 Si Si Ca6 119.59(8) 6 1_556 ?
 O4 Si Ca6 28.4(5) . 1_556 ?
 O3 Si Ca6 135.7(4) . 1_556 ?
 O1 Si Ca6 110.1(4) . 1_556 ?
 O4 Si Ca6 55.2(4) 6 1_556 ?
 O5 Si Ca6 46.2(6) . 1_556 ?
 O5 Si Ca6 108.8(5) 1_554 1_556 ?
 Ca1 Si Ca6 149.47(16) . 1_556 ?
 Si Si Zr6 119.59(8) 6 1_556 ?
 O4 Si Zr6 28.4(5) . 1_556 ?
 O3 Si Zr6 135.7(4) . 1_556 ?
 O1 Si Zr6 110.1(4) . 1_556 ?
 O4 Si Zr6 55.2(4) 6 1_556 ?
 O5 Si Zr6 46.2(6) . 1_556 ?
 O5 Si Zr6 108.8(5) 1_554 1_556 ?
 Ca1 Si Zr6 149.47(16) . 1_556 ?
 Ca6 Si Zr6 0.0 1_556 1_556 ?
 Si Si Ca2 85.38(8) 6 . ?
 O4 Si Ca2 41.1(5) . . ?
 O3 Si Ca2 82.0(4) . . ?
 O1 Si Ca2 158.0(4) . . ?
 O4 Si Ca2 43.0(5) 6 . ?
 O5 Si Ca2 84.7(8) . . ?
 O5 Si Ca2 77.9(6) 1_554 . ?
 Ca1 Si Ca2 142.60(17) . . ?
 Ca6 Si Ca2 62.91(8) 1_556 . ?
 Zr6 Si Ca2 62.91(8) 1_556 . ?
 Si Si Ca1 118.37(8) 6 7_566 ?
 O4 Si Ca1 101.2(5) . 7_566 ?
 O3 Si Ca1 131.0(4) . 7_566 ?
 O1 Si Ca1 41.36(19) . 7_566 ?
 O4 Si Ca1 114.1(5) 6 7_566 ?
 O5 Si Ca1 64.8(8) . 7_566 ?
 O5 Si Ca1 119.6(6) 1_554 7_566 ?
 Ca1 Si Ca1 75.40(11) . 7_566 ?
 Ca6 Si Ca1 76.85(11) 1_556 7_566 ?
 Zr6 Si Ca1 76.85(11) 1_556 7_566 ?
 Ca2 Si Ca1 139.71(15) . 7_566 ?
 Si O5 Si 151.2(13) . 6_556 ?
 Si O5 Si 3.45(16) . 6 ?
 Si O5 Si 154.7(12) 6_556 6 ?
 Si O5 Si 154.7(12) . 1_556 ?
 Si O5 Si 3.45(16) 6_556 1_556 ?

Si O5 Si 158.1(10) 6 1_556 ?
Si O5 Ca6 104.2(7) . 1_556 ?
Si O5 Ca6 104.2(7) 6_556 1_556 ?
Si O5 Ca6 100.8(5) 6 1_556 ?
Si O5 Ca6 100.8(5) 1_556 1_556 ?
Si O5 Zr6 104.2(7) . 1_556 ?
Si O5 Zr6 104.2(7) 6_556 1_556 ?
Si O5 Zr6 100.8(5) 6 1_556 ?
Si O5 Zr6 100.8(5) 1_556 1_556 ?
Ca6 O5 Zr6 0.0 1_556 1_556 ?
Si O5 Ca1 85.9(8) . 7_566 ?
Si O5 Ca1 85.9(8) 6_556 7_566 ?
Si O5 Ca1 86.8(6) 6 7_566 ?
Si O5 Ca1 86.8(6) 1_556 7_566 ?
Ca6 O5 Ca1 96.7(7) 1_556 7_566 ?
Zr6 O5 Ca1 96.7(7) 1_556 7_566 ?
O4 Zr6 O4 91.8(7) 1_554 6 ?
O4 Zr6 O4 179.998(2) 1_554 5_565 ?
O4 Zr6 O4 88.2(7) 6 5_565 ?
O4 Zr6 O4 88.2(7) 1_554 2_564 ?
O4 Zr6 O4 179.998(2) 6 2_564 ?
O4 Zr6 O4 91.8(7) 5_565 2_564 ?
O4 Zr6 O2 92.2(4) 1_554 7_565 ?
O4 Zr6 O2 92.2(4) 6 7_565 ?
O4 Zr6 O2 87.8(4) 5_565 7_565 ?
O4 Zr6 O2 87.8(4) 2_564 7_565 ?
O4 Zr6 O2 87.8(4) 1_554 3_554 ?
O4 Zr6 O2 87.8(4) 6 3_554 ?
O4 Zr6 O2 92.2(4) 5_565 3_554 ?
O4 Zr6 O2 92.2(4) 2_564 3_554 ?
O2 Zr6 O2 179.999(1) 7_565 3_554 ?
O4 Zr6 O5 47.6(4) 1_554 1_554 ?
O4 Zr6 O5 47.6(4) 6 1_554 ?
O4 Zr6 O5 132.4(4) 5_565 1_554 ?
O4 Zr6 O5 132.4(4) 2_564 1_554 ?
O2 Zr6 O5 78.6(6) 7_565 1_554 ?
O2 Zr6 O5 101.4(6) 3_554 1_554 ?
O4 Zr6 O5 132.4(4) 1_554 5_565 ?
O4 Zr6 O5 132.4(4) 6 5_565 ?
O4 Zr6 O5 47.6(4) 5_565 5_565 ?
O4 Zr6 O5 47.6(4) 2_564 5_565 ?
O2 Zr6 O5 101.4(6) 7_565 5_565 ?
O2 Zr6 O5 78.6(6) 3_554 5_565 ?
O5 Zr6 O5 179.999(3) 1_554 5_565 ?
O4 Zr6 O4 11.9(4) 1_554 6_554 ?
O4 Zr6 O4 103.7(5) 6 6_554 ?
O4 Zr6 O4 168.1(4) 5_565 6_554 ?
O4 Zr6 O4 76.3(5) 2_564 6_554 ?
O2 Zr6 O4 91.7(3) 7_565 6_554 ?
O2 Zr6 O4 88.3(3) 3_554 6_554 ?
O5 Zr6 O4 59.0(3) 1_554 6_554 ?
O5 Zr6 O4 121.0(3) 5_565 6_554 ?
O4 Zr6 O4 168.1(4) 1_554 2_565 ?
O4 Zr6 O4 76.3(5) 6 2_565 ?

O4 Zr6 O4 11.9(4) 5_565 2_565 ?
 O4 Zr6 O4 103.7(5) 2_564 2_565 ?
 O2 Zr6 O4 88.3(3) 7_565 2_565 ?
 O2 Zr6 O4 91.7(3) 3_554 2_565 ?
 O5 Zr6 O4 121.1(3) 1_554 2_565 ?
 O5 Zr6 O4 58.9(3) 5_565 2_565 ?
 O4 Zr6 O4 179.999(2) 6_554 2_565 ?
 O4 Zr6 O4 76.3(5) 1_554 5_564 ?
 O4 Zr6 O4 168.1(4) 6 5_564 ?
 O4 Zr6 O4 103.7(5) 5_565 5_564 ?
 O4 Zr6 O4 11.9(4) 2_564 5_564 ?
 O2 Zr6 O4 88.3(3) 7_565 5_564 ?
 O2 Zr6 O4 91.7(3) 3_554 5_564 ?
 O5 Zr6 O4 121.1(3) 1_554 5_564 ?
 O5 Zr6 O4 58.9(3) 5_565 5_564 ?
 O4 Zr6 O4 64.4(5) 6_554 5_564 ?
 O4 Zr6 O4 115.6(5) 2_565 5_564 ?
 O4 Zr6 O4 103.7(5) 1_554 . ?
 O4 Zr6 O4 11.9(4) 6 . ?
 O4 Zr6 O4 76.3(5) 5_565 . ?
 O4 Zr6 O4 168.1(4) 2_564 . ?
 O2 Zr6 O4 91.7(3) 7_565 . ?
 O2 Zr6 O4 88.3(3) 3_554 . ?
 O5 Zr6 O4 58.9(3) 1_554 . ?
 O5 Zr6 O4 121.1(3) 5_565 . ?
 O4 Zr6 O4 115.6(5) 6_554 . ?
 O4 Zr6 O4 64.4(5) 2_565 . ?
 O4 Zr6 O4 179.999(2) 5_564 . ?

_diffn_measured_fraction_theta_max 0.946
 _diffn_reflns_theta_full 28.04
 _diffn_measured_fraction_theta_full 0.946
 _refine_diff_density_max 1.252
 _refine_diff_density_min -1.457
 _refine_diff_density_rms 0.243