



JOURNAL OF  
APPLIED  
CRYSTALLOGRAPHY

**Volume 48 (2015)**

**Supporting information for article:**

**Neutron Laue diffraction study of the complex low-temperature magnetic behaviour of brownmillerite-type  $\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$**

**Josie E. Auckett, Garry J. McIntyre, Maxim Avdeev, Hank De Bruyn, Thiam Teck Tan, Sean Li and Chris D. Ling**

**Table S1** Zero-field KOALA refinement at 10 K

9003 reflections R = 6.01 wR = 5.68 GOF = 2.55 (55 parameters)

	<i>x</i> (a)	<i>y</i> (b)	<i>z</i> (c)	Occ.*	100 <i>U</i> <sub>iso</sub> (Å <sup>2</sup> )	BVS	<i>m</i> <sub>x</sub> (μ <sub>B</sub> /Fe)	<i>m</i> <sub>y</sub> (μ <sub>B</sub> /Fe)	<i>m</i> <sub>z</sub> (μ <sub>B</sub> /Fe)
Ca1	0.97751(8)	0.10797(5)	0.47761(8)	1	0.320(13)	1.962(2)			
Fe1	0	0	0	1	0.212(10)	3.012(2)	-1.29(4)	0.149(13)	4.65(2)
Fe2	0.06544(5)	0.25	0.94651(6)	1	0.189(8)	2.901(2)	-0.84(4)	0	-3.920(15)
O1	0.76566(12)	0.98325(12)	0.26561(11)	0.985(8)	0.342(17)	2.066(2)			
O2	0.92619(7)	0.14047(3)	0.02668(7)	0.999(3)	0.437(11)	1.8694(14)			
O3	0.12609(8)	0.25	0.59880(10)	0.998(4)	0.377(15)	2.0344(18)			

\*Fractional occupancy

	<i>U</i> <sub>11</sub> (Å <sup>2</sup> )	<i>U</i> <sub>22</sub> (Å <sup>2</sup> )	<i>U</i> <sub>33</sub> (Å <sup>2</sup> )	<i>U</i> <sub>12</sub> (Å <sup>2</sup> )	<i>U</i> <sub>13</sub> (Å <sup>2</sup> )	<i>U</i> <sub>23</sub> (Å <sup>2</sup> )
Ca1	0.280(16)	0.39(3)	0.293(19)	0.045(15)	-0.034(12)	-0.023(14)
Fe1	0.193(12)	0.32(2)	0.121(14)	0.035(9)	0.018(7)	-0.023(9)
Fe2	0.171(11)	0.246(18)	0.150(13)	0	0.003(9)	0
O1	0.306(18)	0.45(4)	0.26(2)	0.02(2)	0.064(10)	0.02(2)
O2	0.407(17)	0.40(2)	0.508(17)	0.042(12)	-0.006(10)	0.063(11)
O3	0.347(19)	0.43(3)	0.36(2)	0	0.022(14)	0

**Table S2** Zero-field KOALA refinement at 100 K

10279 reflections R = 9.76 wR = 8.23 GOF = 3.34 (55 parameters)

	<i>x</i> (a)	<i>y</i> (b)	<i>z</i> (c)	Occ.*	100 <i>U</i> <sub>iso</sub> (Å <sup>2</sup> )	BVS	<i>m</i> <sub>x</sub> (μ <sub>B</sub> /Fe)	<i>m</i> <sub>y</sub> (μ <sub>B</sub> /Fe)	<i>m</i> <sub>z</sub> (μ <sub>B</sub> /Fe)
Ca1	0.97739(11)	0.10765(5)	0.47860(15)	1	0.50(2)	1.951(2)			
Fe1	0	0	0	1	0.369(16)	2.988(2)	-1.14(5)	0.08(2)	4.39(3)
Fe2	0.06554(7)	0.25	0.94652(11)	1	0.344(13)	2.893(3)	-0.79(5)	0	-4.02(2)
O1	0.76569(12)	0.98290(12)	0.26531(14)	0.975(10)	0.45(3)	2.075(2)			
O2	0.92640(10)	0.14061(3)	0.02660(12)	1.002(5)	0.623(18)	1.8698(17)			
O3	0.12608(12)	0.25	0.59814(19)	0.980(5)	0.49(2)	2.031(3)			

\*Fractional occupancy

	<i>U</i> <sub>11</sub> (Å <sup>2</sup> )	<i>U</i> <sub>22</sub> (Å <sup>2</sup> )	<i>U</i> <sub>33</sub> (Å <sup>2</sup> )	<i>U</i> <sub>12</sub> (Å <sup>2</sup> )	<i>U</i> <sub>13</sub> (Å <sup>2</sup> )	<i>U</i> <sub>23</sub> (Å <sup>2</sup> )
Ca1	0.39(2)	0.61(2)	0.50(5)	-0.027(17)	-0.04(2)	-0.07(2)
Fe1	0.39(2)	0.670(17)	0.20(4)	0.038(11)	0.011(13)	-0.005(14)
Fe2	0.278(17)	0.468(15)	0.29(3)	0	0.017(16)	0
O1	0.38(3)	0.71(5)	0.25(5)	0.04(2)	0.053(17)	0.02(2)
O2	0.52(3)	0.67(2)	0.68(4)	0.032(16)	-0.045(19)	0.045(16)
O3	0.34(3)	0.69(3)	0.45(6)	0	0.04(3)	0

**Table S3** Zero-field KOALA refined anisotropic atomic displacement parameters at 300 K. See Table 2 for all other refined parameters.

	$U_{11}$ (Å <sup>2</sup> )	$U_{22}$ (Å <sup>2</sup> )	$U_{33}$ (Å <sup>2</sup> )	$U_{12}$ (Å <sup>2</sup> )	$U_{13}$ (Å <sup>2</sup> )	$U_{23}$ (Å <sup>2</sup> )
Ca1	0.657(19)	0.72(3)	1.01(2)	-0.075(17)	-0.124(13)	-0.108(16)
Fe1	0.335(15)	0.97(2)	0.308(15)	0.069(9)	0.004(8)	0.009(10)
Fe2	0.475(12)	0.470(18)	0.434(13)	0	0.013(10)	0
O1	0.59(2)	1.00(7)	0.55(3)	0.06(3)	0.218(10)	0.01(3)
O2	0.84(2)	0.66(3)	1.35(2)	0.134(15)	-0.055(13)	0.168(13)
O3	0.70(2)	0.72(3)	0.65(3)	0	0.127(15)	0

**Table S4** In-field KOALA refinement at 10 K

9858 reflections R = 8.50 wR = 6.61 GOF = 2.47 (55 parameters)

	<i>x</i> (a)	<i>y</i> (b)	<i>z</i> (c)	Occ.*	100 <i>U</i> <sub>iso</sub> (Å <sup>2</sup> )	BVS	<i>m</i> <sub>x</sub> (μ <sub>B</sub> /Fe)	<i>m</i> <sub>y</sub> (μ <sub>B</sub> /Fe)	<i>m</i> <sub>z</sub> (μ <sub>B</sub> /Fe)
Ca1	0.97764(19)	0.10795(5)	0.47750(10)	1	0.297(14)	1.943(2)			
Fe1	0	0	0	1	0.162(11)	2.995(2)	-1.08(5)	0.02(2)	4.48(2)
Fe2	0.06538(6)	0.25	0.94649(7)	1	0.156(9)	2.864(2)	-0.76(5)	0	-3.991(18)
O1	0.76563(13)	0.98327(13)	0.26563(13)	0.987(10)	0.31(2)	2.052(3)			
O2	0.92629(9)	0.14048(4)	0.02685(8)	0.998(4)	0.394(13)	1.8537(15)			
O3	0.12592(10)	0.25	0.59858(12)	0.988(2)	0.305(17)	2.018(2)			

\*Fractional occupancy

	<i>U</i> <sub>11</sub> (Å <sup>2</sup> )	<i>U</i> <sub>22</sub> (Å <sup>2</sup> )	<i>U</i> <sub>33</sub> (Å <sup>2</sup> )	<i>U</i> <sub>12</sub> (Å <sup>2</sup> )	<i>U</i> <sub>13</sub> (Å <sup>2</sup> )	<i>U</i> <sub>23</sub> (Å <sup>2</sup> )
Ca1	0.17(2)	0.37(3)	0.34(2)	-0.057(17)	-0.012(14)	-0.038(17)
Fe1	0.072(16)	0.26(2)	0.157(17)	0.023(10)	0.016(9)	-0.012(10)
Fe2	0.046(14)	0.224(18)	0.197(15)	0	0.008(10)	0
O1	0.19(2)	0.41(5)	0.32(3)	-0.01(2)	0.057(11)	-0.01(2)
O2	0.29(2)	0.35(2)	0.54(2)	0.036(15)	-0.029(13)	0.055(13)
O3	0.18(3)	0.35(3)	0.39(3)	0	0.047(16)	0

**Table S5** In-field KOALA refinement at 100 K

9145 reflections R = 9.46 wR = 8.79 GOF = 3.15 (55 parameters)

	<i>x</i> (a)	<i>y</i> (b)	<i>z</i> (c)	Occ.*	100 <i>U</i> <sub>iso</sub> (Å <sup>2</sup> )	BVS	<i>m</i> <sub>x</sub> (μ <sub>B</sub> /Fe)	<i>m</i> <sub>y</sub> (μ <sub>B</sub> /Fe)	<i>m</i> <sub>z</sub> (μ <sub>B</sub> /Fe)
Ca1	0.97765(14)	0.10777(7)	0.47767(14)	1	0.43(2)	1.904(3)			
Fe1	0	0	0	1	0.242(15)	2.933(3)	-1.01(7)	0.06(3)	4.43(3)
Fe2	0.06554(9)	0.25	0.94635(9)	1	0.255(13)	2.806(3)	-0.66(7)	0	-3.98(3)
O1	0.76538(17)	0.98312(18)	0.26521(17)	0.956(13)	0.25(3)	2.074(3)			
O2	0.92641(12)	0.14046(5)	0.02638(11)	0.977(5)	0.376(18)	1.869(2)			
O3	0.12606(14)	0.25	0.59867(16)	0.948(5)	0.18(2)	2.034(3)			

\*Fractional occupancy

	<i>U</i> <sub>11</sub> (Å <sup>2</sup> )	<i>U</i> <sub>22</sub> (Å <sup>2</sup> )	<i>U</i> <sub>33</sub> (Å <sup>2</sup> )	<i>U</i> <sub>12</sub> (Å <sup>2</sup> )	<i>U</i> <sub>13</sub> (Å <sup>2</sup> )	<i>U</i> <sub>23</sub> (Å <sup>2</sup> )
Ca1	0.36(3)	0.47(4)	0.47(3)	-0.08(2)	-0.02(2)	0.04(3)
Fe1	0.13(2)	0.37(3)	0.23(2)	0.017(14)	0.042(12)	0.022(16)
Fe2	0.18(2)	0.22(3)	0.37(2)	0	0.10(15)	0
O1	0.09(3)	0.29(7)	0.14(3)	0.09(3)	0.048(16)	0.02(3)
O2	0.26(3)	0.29(3)	0.58(3)	-0.06(2)	-0.003(18)	0.015(19)
O3	-0.06(3)	0.52(4)	0.09(6)	0	0.23(2)	0

**Table S6** In-field KOALA refinement at 300 K

9069 reflections R = 9.97 wR = 6.76 GOF = 2.42 (55 parameters)

	<i>x</i> (a)	<i>y</i> (b)	<i>z</i> (c)	Occ.*	100 <i>U</i> <sub>iso</sub> (Å <sup>2</sup> )	BVS	<i>m</i> <sub>x</sub> (μ <sub>B</sub> /Fe)	<i>m</i> <sub>y</sub> (μ <sub>B</sub> /Fe)	<i>m</i> <sub>z</sub> (μ <sub>B</sub> /Fe)
Ca1	0.97701(12)	0.10782(6)	0.48074(10)	1	0.794(18)	1.919(3)			
Fe1	0	0	0	1	0.540(12)	2.975(3)	-1.17(5)	0.123(17)	4.151(18)
Fe2	0.06612(5)	0.25	0.94597(6)	1	0.460(10)	2.922(3)	-0.89(4)	0	-3.706(17)
O1	0.76328(17)	0.9838(2)	0.26333(16)	0.976(14)	0.72(2)	2.053(3)			
O2	0.92746(12)	0.14077(4)	0.02408(9)	0.994(4)	0.953(13)	1.8530(18)			
O3	0.12583(13)	0.25	0.59806(12)	1.006(4)	0.690(16)	2.032(2)			

\*Fractional occupancy

	<i>U</i> <sub>11</sub> (Å <sup>2</sup> )	<i>U</i> <sub>22</sub> (Å <sup>2</sup> )	<i>U</i> <sub>33</sub> (Å <sup>2</sup> )	<i>U</i> <sub>12</sub> (Å <sup>2</sup> )	<i>U</i> <sub>13</sub> (Å <sup>2</sup> )	<i>U</i> <sub>23</sub> (Å <sup>2</sup> )
Ca1	0.73(3)	0.62(3)	1.05(3)	-0.04(2)	-0.146(19)	-0.096(18)
Fe1	0.39(2)	0.89(2)	0.344(17)	0.059(12)	0.019(11)	0.009(11)
Fe2	0.46(2)	0.433(17)	0.486(16)	0	0.001(14)	0
O1	0.61(4)	0.85(7)	0.54(3)	0.04(3)	0.198(14)	0.00(3)
O2	0.80(3)	0.59(2)	1.33(2)	0.132(18)	-0.059(18)	0.153(14)
O3	0.71(4)	0.71(3)	0.75(3)	0	0.13(2)	0

**Table S7** Echinda refinement at 100 K $R_p = 1.48$ ,  $wR_p = 2.04$ , GOF = 1.67 for 36 parameters $a = 5.42193(12)$ ,  $b = 14.7348(3)$ ,  $c = 5.58767(13)$  Å

	$x$ (a)	$y$ (b)	$z$ (c)	$100U_{\text{iso}}$ (Å <sup>2</sup> )	BVS	$m_x$ (μ <sub>B</sub> /Fe)	$m_y$ (μ <sub>B</sub> /Fe)	$m_z$ (μ <sub>B</sub> /Fe)
Ca1	0.9793(5)	0.10799(13)	0.4773(5)	0.11(5)	1.987(6)			
Fe1	0	0	0	0.11(5)	3.061(9)	-0.91(12)	0.03(8)	4.30(4)
Fe2	0.0645(3)	0.25	0.9472(3)	0.11(5)	2.880(11)	-0.51(11)	0	-3.96(4)
O1	0.7666(4)	0.98391(13)	0.2689(5)	0.22(5)	2.079(7)			
O2	0.9269(3)	0.14017(13)	0.0274(4)	0.22(5)	1.867(6)			
O3	0.1253(6)	0.25	0.5971(5)	0.22(5)	2.023(10)			