



JOURNAL OF
APPLIED
CRYSTALLOGRAPHY

Volume 51 (2018)

Supporting information for article:

On the quality of the continuous rotation electron diffraction data for accurate atomic structure determination of inorganic compounds

Yunchen Wang, Taimin Yang, Xiaodong Zou and Wei Wan

Table S1 Data reduction statistics for the six cRED datasets of FeSeO₃F crystals using DIALS. R_{meas}, R_{p.i.m} and CC_{1/2} are calculated as defined by Diederichs & Karplus (1997), Weiss (2001) and Karplus & Diederichs (2012).

Dataset	1	2	3	4	5	6
Total/unique reflections	1280/503	1428/544	1450/510	1285/509	1538/765	1179/509
Completeness	0.672	0.717	0.731	0.688	0.730	0.703
Resolution (Å)	0.787	0.776	0.770	0.780	0.771	0.766
Multiplicity	2.5	2.6	2.8	2.5	2.0	2.3
R _{int}	0.169	0.169	0.150	0.165	0.181	0.139
R _{meas}	0.213	0.212	0.182	0.207	0.246	0.179
R _{p.i.m}	0.127	0.125	0.102	0.122	0.166	0.111
$\langle I/\sigma(I) \rangle$	3.3	5.2	6.7	4.1	4.0	3.7
CC _{1/2}	0.959	0.929	0.970	0.947	0.872	0.962

Table S2 Atomic coordinates of the FeSeO₃F structure refined against each of the six cRED datasets and the coordinates averaged from the six structures.

Atoms	Coordinate	1	2	3	4	5	6	Average
Se1	x	0.5168	0.5182	0.5172	0.5189	0.5186	0.5180	0.5179(8)
	y	0.3609	0.3572	0.3574	0.3568	0.3578	0.3599	0.3583(16)
	z	0.3332	0.3345	0.3342	0.3344	0.3342	0.3345	0.3341(5)
Fe1	x	0.4583	0.4576	0.4566	0.4582	0.4581	0.4595	0.4580(10)
	y	0.2562	0.2583	0.2557	0.2558	0.2575	0.2557	0.2565(4)
	z	0.0724	0.0723	0.0721	0.0727	0.0731	0.0717	0.0724(3)
O1	x	0.3366	0.3289	0.3270	0.3286	0.3236	0.3321	0.3295(45)
	y	0.6278	0.6240	0.6215	0.6199	0.6252	0.6211	0.6233(29)
	z	0.3507	0.3469	0.3474	0.3480	0.3455	0.3468	0.3475(17)
O2	x	0.8064	0.8074	0.8087	0.8099	0.7960	0.8086	0.8062(51)
	y	0.4397	0.4337	0.4322	0.4380	0.4309	0.4388	0.4356(37)
	z	0.4234	0.4236	0.4234	0.4275	0.4195	0.4254	0.4238(27)
O3	x	0.6227	0.6156	0.6197	0.6198	0.6199	0.6168	0.6191(25)
	y	0.4259	0.4255	0.4193	0.4248	0.4237	0.4224	0.4236(25)
	z	0.2093	0.2071	0.2088	0.2102	0.2096	0.2083	0.2089(11)
F1	x	0.2701	0.2711	0.2682	0.2694	0.2714	0.2683	0.2697(13)
	y	0.5698	0.5730	0.5729	0.5675	0.5714	0.5717	0.5710(21)
	z	0.0114	0.0105	0.0091	0.0158	0.0105	0.0096	0.0111(24)

Table S3 R-values and deviations of the atomic positions between the refined FeSeO₃F structural models (1-6) and the SCXRD model.

Atoms	1	2	3	4	5	6	Average
Se1 (Å)	0.0152	0.0114	0.0069	0.0145	0.0105	0.0121	0.011(3)
Fe1 (Å)	0.0091	0.0199	0.0103	0.0080	0.0174	0.0133	0.013(5)
O1 (Å)	0.0513	0.0169	0.0293	0.0366	0.0330	0.0362	0.034(11)
O2 (Å)	0.0222	0.033	0.0385	0.0383	0.0964	0.0399	0.041(28)
O3 (Å)	0.0171	0.0507	0.0325	0.0295	0.0252	0.0399	0.032(12)
F1 (Å)	0.0402	0.0518	0.0478	0.0783	0.0449	0.0411	0.051(14)
ARDA (Å)	0.03(2)	0.03(2)	0.03(2)	0.03(2)	0.04(3)	0.03(1)	0.03(1)
$R_1(F_o > 4\sigma(F_o))$	0.1523	0.1980	0.1697	0.1991	0.2230	0.1439	0.1810
R_1 (all)	0.1905	0.2196	0.1934	0.2173	0.2676	0.1655	0.2089

Table S4 Data reduction statistics for the four cRED datasets for as-made ZSM-5 using DIALS. R_{meas} , $R_{\text{p.i.m}}$ and $\text{CC}_{1/2}$ are calculated as defined by Diederichs & Karplus (1997), Weiss (2001) and Karplus & Diederichs (2012).

Dataset	1	2	3	4
Total/unique reflections	17633/3542	19816/3879	20710/3597	22901/4565
Completeness	0.785	0.791	0.671	0.882
Resolution (Å)	0.850	0.850	0.850	0.850
Multiplicity	5.0	5.1	5.8	5.0
R_{int}	0.231	0.191	0.206	0.264
R_{meas}	0.260	0.215	0.227	0.296
$R_{\text{p.i.m}}$	0.117	0.095	0.092	0.129
$\langle I/\sigma(I) \rangle$	2.7	3.2	3.6	2.7
$\text{CC}_{1/2}$	0.971	0.987	0.987	0.968

Table S5 Atomic coordinates of the as-made ZSM-5 structural models refined against each of the four cRED datasets and the coordinates averaged from the four structures.

Atoms	Coordinate	1	2	3	4	Average
Si1	x	0.4231	0.4231	0.4244	0.4235	0.4235(6)
	y	0.0571	0.0574	0.0571	0.0597	0.0578(13)
	z	-0.3341	-0.3355	-0.3349	-0.3339	-0.3346(7)
Si2	x	0.3093	0.3088	0.3099	0.3081	0.3090(8)
	y	0.0296	0.0294	0.0289	0.0304	0.0296(7)
	z	-0.1864	-0.1883	-0.1885	-0.1855	-0.1872(15)
Si3	x	0.2794	0.2797	0.2798	0.2794	0.2796(2)
	y	0.0616	0.0616	0.0625	0.0622	0.0620(4)
	z	0.0361	0.0353	0.0353	0.0349	0.0354(5)
Si4	x	0.1223	0.1226	0.1217	0.1218	0.1221(4)
	y	0.0637	0.0639	0.0639	0.0627	0.0636(6)
	z	0.0309	0.0287	0.0295	0.0293	0.0296(9)
Si5	x	0.0723	0.0725	0.0714	0.0735	0.0724(9)
	y	0.0284	0.0285	0.0271	0.0283	0.0281(7)
	z	-0.1822	-0.1836	-0.1803	-0.1830	-0.1823(14)
Si6	x	0.1883	0.1875	0.1884	0.1873	0.1879(6)
	y	0.0597	0.0598	0.0609	0.0570	0.0594(17)
	z	-0.3238	-0.3265	-0.3234	-0.3275	-0.3253(20)
Si7	x	0.4231	0.4228	0.4227	0.4229	0.4229(2)
	y	-0.1720	-0.1718	-0.1732	-0.1709	-0.1720(10)
	z	-0.3231	-0.3245	-0.3210	-0.3250	-0.3234(18)
Si8	x	0.3093	0.3085	0.3088	0.3104	0.3092(8)
	y	-0.1300	-0.1299	-0.1297	-0.1301	-0.1299(2)
	z	-0.1804	-0.1834	-0.1812	-0.1814	-0.1816(13)
Si9	x	0.2743	0.2746	0.2752	0.2745	0.2747(4)
	y	-0.1724	-0.1724	-0.1728	-0.1729	-0.1726(2)
	z	0.0341	0.0319	0.0347	0.0333	0.0335(12)
Si10	x	0.1194	0.1198	0.1183	0.1199	0.1194(7)
	y	-0.1726	-0.1723	-0.1731	-0.1738	-0.1730(6)
	z	0.0308	0.0300	0.0301	0.0300	0.0303(4)
Si11	x	0.0695	0.0692	0.0703	0.0697	0.0696(5)
	y	-0.1304	-0.1301	-0.1304	-0.1294	-0.1301(5)
	z	-0.1813	-0.1819	-0.1821	-0.1821	-0.1819(4)
Si12	x	0.1879	0.1871	0.1889	0.1888	0.1882(9)
	y	-0.1725	-0.1729	-0.1730	-0.1739	-0.1731(6)
	z	-0.3144	-0.3167	-0.3157	-0.3160	-0.3157(10)
O1	x	0.3743	0.3738	0.3753	0.3742	0.3744(6)
	y	0.0552	0.0543	0.0566	0.0560	0.0555(10)
	z	-0.2407	-0.2432	-0.2411	-0.2407	-0.2414(12)
O2	x	0.3081	0.3080	0.3090	0.3097	0.3087(8)
	y	0.0586	0.0598	0.0591	0.0599	0.0593(6)
	z	-0.0747	-0.0762	-0.0752	-0.0751	-0.0753(7)

	x	0.2008	0.2011	0.2003	0.2010	0.2008(3)
O3	y	0.0578	0.0574	0.0604	0.0583	0.0585(14)
	z	0.0292	0.0316	0.0307	0.0291	0.0302(12)
	x	0.0951	0.0960	0.0934	0.0947	0.0948(11)
O4	y	0.0627	0.0617	0.0641	0.0641	0.0632(12)
	z	-0.0807	-0.0822	-0.0809	-0.0811	-0.0812(7)
	x	0.1164	0.1163	0.1171	0.1155	0.1163(7)
O5	y	0.0550	0.0555	0.0531	0.0537	0.0543(11)
	z	-0.2712	-0.2733	-0.2711	-0.2754	-0.2727(20)
	x	0.2455	0.2451	0.2431	0.2452	0.2447(11)
O6	y	0.0556	0.0559	0.0608	0.0548	0.0568(27)
	z	-0.2433	-0.2457	-0.2345	-0.2470	-0.2426(56)
	x	0.3753	0.3746	0.3776	0.3776	0.3763(15)
O7	y	-0.1570	-0.1572	-0.1548	-0.1556	-0.1561(12)
	z	-0.2303	-0.2330	-0.2275	-0.2312	-0.2305(23)
	x	0.3093	0.3094	0.3112	0.3096	0.3099(9)
O8	y	-0.1554	-0.1550	-0.1584	-0.1592	-0.1570(21)
	z	-0.0690	-0.0715	-0.0708	-0.0703	-0.0704(11)
	x	0.1966	0.1971	0.1963	0.1970	0.1967(4)
O9	y	-0.1542	-0.1546	-0.1552	-0.1573	-0.1553(14)
	z	0.0242	0.0263	0.0315	0.0200	0.0255(48)
	x	0.0863	0.0868	0.0888	0.0870	0.0872(11)
O10	y	-0.1634	-0.1647	-0.1648	-0.1633	-0.1640(8)
	z	-0.0769	-0.0789	-0.0789	-0.0773	-0.0780(10)
	x	0.1179	0.1175	0.1177	0.1193	0.1181(8)
O11	y	-0.1591	-0.1580	-0.1560	-0.1590	-0.1580(14)
	z	-0.2645	-0.2663	-0.2689	-0.2647	-0.2661(20)
	x	0.2441	0.2429	0.2435	0.2424	0.2432(7)
O12	y	-0.1542	-0.1529	-0.1550	-0.1503	-0.1531(21)
	z	-0.2363	-0.2391	-0.2343	-0.2355	-0.2363(20)
	x	0.3072	0.3078	0.3056	0.3086	0.3073(13)
O13	y	-0.0509	-0.0508	-0.0503	-0.0505	-0.0506(3)
	z	-0.1751	-0.1803	-0.1759	-0.1723	-0.1759(33)
	x	0.0788	0.0787	0.0779	0.0774	0.0782(7)
O14	y	-0.0512	-0.0510	-0.0519	-0.0509	-0.0513(5)
	z	-0.1717	-0.1716	-0.1701	-0.1720	-0.1714(9)
	x	0.4160	0.4163	0.4187	0.4209	0.4180(23)
O15	y	0.1276	0.1279	0.1272	0.1271	0.1275(4)
	z	-0.3879	-0.3890	-0.3897	-0.3951	-0.3904(32)
	x	0.4083	0.4082	0.4080	0.4053	0.4074(14)
O16	y	-0.0019	-0.0023	-0.0023	0.0019	-0.0012(20)
	z	-0.4109	-0.4117	-0.4101	-0.4102	-0.4107(7)
	x	0.4009	0.4014	0.4004	0.4033	0.4015(12)
O17	y	-0.1323	-0.1319	-0.1321	-0.1325	-0.1322(2)
	z	-0.4196	-0.4222	-0.4173	-0.4244	-0.4209(31)
O18	x	0.1915	0.1902	0.1903	0.1913	0.1908(7)

	y	0.1301	0.1304	0.1317	0.1321	0.1310(10)
	z	-0.3790	-0.3809	-0.3793	-0.3769	-0.3790(16)
O19	x	0.1926	0.1918	0.1939	0.1877	0.1915(27)
	y	0.0024	0.0026	0.0002	-0.0013	0.0010(19)
	z	-0.4060	-0.4079	-0.4037	-0.4080	-0.4064(20)
O20	x	0.1977	0.1973	0.1964	0.1981	0.1974(7)
	y	-0.1304	-0.1295	-0.1300	-0.1302	-0.1300(4)
	z	-0.4129	-0.4152	-0.4150	-0.4137	-0.4142(11)
O21	x	-0.0030	-0.0027	-0.0019	-0.0015	-0.0023(7)
	y	0.0489	0.0495	0.0513	0.0492	0.0497(11)
	z	-0.2077	-0.2060	-0.2064	-0.2057	-0.2064(9)
O22	x	-0.0038	-0.0044	-0.0042	-0.0042	-0.0041(2)
	y	-0.1516	-0.1523	-0.1504	-0.1525	-0.1517(9)
	z	-0.2109	-0.2096	-0.2097	-0.2125	-0.2107(14)
O23	x	0.4236	0.4250	0.4257	0.4234	0.4244(11)
	y	-0.2500	-0.2500	-0.2500	-0.2500	-0.2500(0)
	z	-0.3504	-0.3529	-0.3515	-0.3490	-0.3510(17)
O24	x	0.1911	0.1908	0.1953	0.1893	0.1916(26)
	y	-0.2500	-0.2500	-0.2500	-0.2500	-0.2500(0)
	z	-0.3473	-0.3482	-0.3459	-0.3518	-0.3483(25)
O25	x	0.2853	0.2851	0.2872	0.2862	0.2859(10)
	y	-0.2500	-0.2500	-0.2500	-0.2500	-0.2500(0)
	z	0.0599	0.0579	0.0623	0.0557	0.0590(28)
O26	x	0.1104	0.1101	0.1055	0.1071	0.1083(24)
	y	-0.2500	-0.2500	-0.2500	-0.2500	-0.2500(0)
	z	0.0615	0.0600	0.0632	0.0633	0.0620(15)

Table S6 Deviations of the atomic positions of as-made ZSM-5 structural models (1-4) refined against each of the four cRED datasets from those of the reference model refined against SCXRD data (van Koningsveld *et al.*, 1987).

Atom/Dataset	1	2	3	4	Average
Si1 (Å)	0.0312	0.0240	0.0449	0.0726	0.043(21)
Si2 (Å)	0.0683	0.0477	0.0604	0.0763	0.063(12)
Si3 (Å)	0.0663	0.0564	0.0619	0.0539	0.060(6)
Si4 (Å)	0.0581	0.0331	0.0428	0.0364	0.043(11)
Si5 (Å)	0.0540	0.0435	0.0701	0.0601	0.057(11)
Si6 (Å)	0.0710	0.0363	0.0852	0.0441	0.059(23)
Si7 (Å)	0.0556	0.0385	0.0837	0.0436	0.055(20)
Si8 (Å)	0.0746	0.0313	0.0620	0.0754	0.061(21)
Si9 (Å)	0.0479	0.0224	0.0483	0.0361	0.039(12)
Si10 (Å)	0.0295	0.0222	0.0450	0.0190	0.029(12)
Si11 (Å)	0.0215	0.0257	0.0039	0.0244	0.019(10)
Si12 (Å)	0.0701	0.0354	0.0620	0.0575	0.056(15)
O1 (Å)	0.0677	0.0325	0.0931	0.0766	0.067(26)
O2 (Å)	0.0568	0.0424	0.0513	0.0620	0.053(8)
O3 (Å)	0.0285	0.0520	0.0351	0.0192	0.034(14)
O4 (Å)	0.0816	0.0508	0.1116	0.0957	0.085(26)
O5 (Å)	0.0765	0.0569	0.0843	0.0189	0.059(29)
O6 (Å)	0.0548	0.0344	0.1890	0.0384	0.079(74)
O7 (Å)	0.0964	0.0612	0.1493	0.1053	0.103(36)
O8 (Å)	0.0535	0.0249	0.0885	0.0884	0.064(31)
O9 (Å)	0.0721	0.0408	0.0501	0.1263	0.072(38)
O10 (Å)	0.1023	0.1091	0.0813	0.0888	0.095(13)
O11 (Å)	0.0740	0.0428	0.0398	0.0820	0.060(21)
O12 (Å)	0.1313	0.1401	0.1389	0.2076	0.154(36)
O13 (Å)	0.1625	0.1047	0.1447	0.2067	0.155(42)
O14 (Å)	0.0817	0.0825	0.0938	0.0691	0.082(10)
O15 (Å)	0.0230	0.0110	0.0533	0.1212	0.052(49)
O16 (Å)	0.0369	0.0292	0.0500	0.1073	0.056(35)
O17 (Å)	0.0644	0.0282	0.0946	0.0335	0.055(31)
O18 (Å)	0.0847	0.0500	0.0771	0.1137	0.081(26)
O19 (Å)	0.0524	0.0591	0.0607	0.1316	0.076(37)
O20 (Å)	0.0996	0.0683	0.0622	0.0963	0.082(19)
O21 (Å)	0.0300	0.0369	0.0481	0.0580	0.043(12)
O22 (Å)	0.0483	0.0271	0.0533	0.0635	0.048(15)
O23 (Å)	0.1003	0.1166	0.1346	0.1080	0.115(15)
O24 (Å)	0.1023	0.0894	0.1734	0.0322	0.099(58)
O25 (Å)	0.0654	0.0646	0.0633	0.0518	0.061(6)
O26 (Å)	0.0376	0.0359	0.0665	0.0398	0.045(14)
ARDA (Å)	0.07(3)	0.05(3)	0.08(4)	0.08(4)	0.07(3)
$R_1(F_o > 4\sigma(F_o))$	0.1953	0.1965	0.2327	0.2648	-
R_1 (all)	0.2400	0.2321	0.2515	0.2867	-

Table S7 The atomic positions of the reference model of FeSeO₃F (Hu *et al.*, 2014)

Atom	x	y	z	Ueq (Å ²)
Se1	0.5166	0.3584	0.3339	0.0056
Fe1	0.4582	0.2545	0.0724	0.0042
O1	0.3286	0.6269	0.3475	0.0088
O2	0.8105	0.4391	0.4244	0.0073
O3	0.6248	0.4233	0.2093	0.0044
F1	0.2676	0.5638	0.0094	0.0052

Table S8 The atomic positions of the reference model of as-made ZSM-5 (van Koningsveld *et al.*, 1987)

Atom	x	y	z	Ueq (Å ²)
SI01	0.42284	0.05773	-0.33483	0.018
SI02	0.30834	0.02950	-0.18839	0.021
SI03	0.27879	0.06129	0.03559	0.019
SI04	0.12311	0.06325	0.02940	0.018
SI05	0.07277	0.02885	-0.18234	0.016
SI06	0.18758	0.05970	-0.32594	0.018
SI07	0.42331	-0.17157	-0.32509	0.018
SI08	0.30858	-0.12969	-0.18245	0.020
SI09	0.27436	-0.17225	0.03346	0.018
SI10	0.11966	-0.17224	0.03054	0.019
SI11	0.06903	-0.13104	-0.18247	0.019
SI12	0.18705	-0.17269	-0.31619	0.020
O01	0.37403	0.05509	-0.24628	0.049
O02	0.30908	0.05899	-0.07488	0.040
O03	0.20185	0.05942	0.03020	0.064
O04	0.09712	0.05956	-0.08543	0.044
O05	0.11636	0.05497	-0.27451	0.034
O06	0.24454	0.05634	-0.24360	0.046
O07	0.37401	-0.15566	-0.23286	0.047
O08	0.30940	-0.15591	-0.07116	0.044
O09	0.19757	-0.15363	0.02506	0.040
O10	0.08475	-0.16239	-0.08011	0.058
O11	0.11814	-0.15755	-0.26575	0.048
O12	0.24343	-0.15347	-0.24179	0.055
O13	0.30739	-0.05296	-0.17938	0.071
O14	0.07947	-0.04958	-0.16849	0.047
O15	0.41543	0.12737	-0.38824	0.044
O16	0.40943	-0.00210	-0.41322	0.046
O17	0.40077	-0.13389	-0.41888	0.040
O18	0.19012	0.13055	-0.38245	0.036
O19	0.19282	0.00034	-0.41018	0.045
O20	0.19504	-0.13042	-0.41280	0.043
O21	-0.00405	0.04962	-0.20540	0.033
O22	-0.00343	-0.15182	-0.20965	0.040
O23	0.42571	-0.25000	-0.35354	0.044
O24	0.19083	-0.25000	-0.34806	0.034
O25	0.28430	-0.25000	0.06084	0.033
O26	0.11032	-0.25000	0.05903	0.030