

## SUPPLEMENTARY INFORMATIONS

### Resonant X-ray diffraction for hybrid compounds: a promising tool for solid solution approaches of polymetallic systems

Adel Mesbah, Bernard Malaman, Thomas Mazet, Romain Sibille and Michel François

**Table S1:** Analysis of the metallic compositions for 1, 2, 3 and 4 by Electron Probe Micro Analysis

Sample	Formula	Calculated (at. % of Co)	Found (at. % of Co)
1	$(\text{Co}_{0.75}\text{Fe}_{0.25})_2(\text{OH})_2(\text{C}_8\text{H}_4\text{O}_4)$	88	88.3
2	$(\text{Co}_{0.5}\text{Fe}_{0.5})_2(\text{OH})_2(\text{C}_8\text{H}_4\text{O}_4)$	75	71.75
3	$(\text{Co}_{0.25}\text{Fe}_{0.75})_2(\text{OH})_2(\text{C}_8\text{H}_4\text{O}_4)$	50	47
4	$(\text{Co}_{0.12}\text{Fe}_{0.88})_2(\text{OH})_2(\text{C}_8\text{H}_4\text{O}_4)$	25	24.92

**Table S2:** refined atomic coordinates from synchrotron and neutron data**i) Refined atomic coordinates from synchrotron data****Sample 1** (Fe<sub>0.25</sub>Co<sub>0.75</sub>)<sub>2</sub>(OH)<sub>2</sub>tp T = 100K

Name	x (sx)	y (sy)	z (sz)	B (sB)	Occ. (sOcc)	Mult.
M1-Fe	0.00000( 0)	0.00000( 0)	0.00000( 0)	0.168( 16)	0.288( 35)	2
M1-Co	0.00000( 0)	0.00000( 0)	0.00000( 0)	0.168( 16)	1.712( 35)	2
M2-Fe	0.00000( 0)	0.50000( 0)	0.50000( 0)	1.028( 67)	0.712( 35)	2
M2-Co	0.00000( 0)	0.50000( 0)	0.50000( 0)	1.028( 67)	1.288( 35)	2
O1	0.07031( 21)	0.00000( 0)	0.46927( 67)	0.519( 69)	4.000( 0)	4
O2	0.10265( 22)	0.00000( 0)	0.12796( 53)	0.519( 69)	4.000( 0)	4
OH	0.03051( 24)	0.50000( 0)	0.81876( 81)	0.712( 0)	4.000( 0)	4
C1	0.11281( 23)	0.00000( 0)	0.33183( 59)	0.519( 69)	4.000( 0)	4
C2	0.18513( 33)	0.13892( 280)	0.41897( 101)	0.519( 69)	4.000( 0)	8
C3	0.26770( 24)	0.23233( 257)	0.72024( 119)	0.519( 69)	4.000( 0)	8
C4	0.20107( 25)	0.13343( 294)	0.64130( 104)	0.519( 69)	4.000( 0)	8

**Sample 2** (Fe<sub>0.5</sub>Co<sub>0.5</sub>)<sub>2</sub>(OH)<sub>2</sub>tp T = 100K

Name	x (sx)	y (sy)	z (sz)	B (sB)	Occ. (sOcc)	Mult.
M1-Fe	0.00000( 0)	0.00000( 0)	0.00000( 0)	0.360( 25)	0.643( 44)	2
M1-Co	0.00000( 0)	0.00000( 0)	0.00000( 0)	0.360( 25)	1.357( 44)	2
M2-Fe	0.00000( 0)	0.50000( 0)	0.50000( 0)	0.225( 70)	1.357( 44)	2
M2-Co	0.00000( 0)	0.50000( 0)	0.50000( 0)	0.225( 70)	0.643( 44)	2
O1	0.07121( 24)	0.00000( 0)	0.46634( 79)	0.201( 69)	4.000( 0)	4
O2	0.10219( 26)	0.00000( 0)	0.13035( 58)	0.201( 69)	4.000( 0)	4
OH	0.02965( 27)	0.50000( 0)	0.82018( 90)	0.051( 0)	4.000( 0)	4
C1	0.11473( 24)	0.00000( 0)	0.33314( 61)	0.201( 69)	4.000( 0)	4
C2	0.18717( 36)	0.13034( 317)	0.42286( 104)	0.201( 69)	4.000( 0)	8
C3	0.26656( 26)	0.24399( 303)	0.72421( 126)	0.201( 69)	4.000( 0)	8
C4	0.20039( 28)	0.14574( 328)	0.64430( 116)	0.201( 69)	4.000( 0)	8

**Sample 3** (Fe<sub>0.75</sub>Co<sub>0.25</sub>)<sub>2</sub>(OH)<sub>2</sub>tp T = 100K

Name	x (sx)	y (sy)	z (sz)	B (sB)	Occ. (sOcc)	Mult.
M1-Fe	0.00000( 0)	0.00000( 0)	0.00000( 0)	0.305( 17)	1.091( 37)	2
M1-Co	0.00000( 0)	0.00000( 0)	0.00000( 0)	0.305( 17)	0.909( 37)	2
M2-Fe	0.00000( 0)	0.50000( 0)	0.50000( 0)	0.622( 57)	1.909( 37)	2
M2-Co	0.00000( 0)	0.50000( 0)	0.50000( 0)	0.622( 57)	0.091( 37)	2
O1	0.07018( 19)	0.00000( 0)	0.46684( 60)	0.488( 54)	4.000( 0)	4
O2	0.10361( 20)	0.00000( 0)	0.13079( 50)	0.488( 54)	4.000( 0)	4
OH	0.02996( 20)	0.50000( 0)	0.81673( 67)	0.423( 0)	4.000( 0)	4
C1	0.11414( 21)	0.00000( 0)	0.33318( 57)	0.488( 54)	4.000( 0)	4
C2	0.18676( 30)	0.13679( 223)	0.41675( 93)	0.488( 54)	4.000( 0)	8
C3	0.26702( 23)	0.24663( 222)	0.72774( 111)	0.488( 54)	4.000( 0)	8
C4	0.20121( 25)	0.14398( 222)	0.64135( 101)	0.488( 54)	4.000( 0)	8

**Sample 4** (Fe<sub>0.88</sub>Co<sub>0.12</sub>)<sub>2</sub>(OH)<sub>2</sub>tp T = 100K

Name	x (sx)	y (sy)	z (sz)	B (sB)	Occ. (sOcc)	Mult.
M1-Fe	0.00000( 0)	0.00000( 0)	0.00000( 0)	0.295( 20)	1.658( 44)	2
M1-Co	0.00000( 0)	0.00000( 0)	0.00000( 0)	0.295( 20)	0.342( 44)	2
M2-Fe	0.00000( 0)	0.50000( 0)	0.50000( 0)	0.400( 61)	1.862( 44)	2
M2-Co	0.00000( 0)	0.50000( 0)	0.50000( 0)	0.400( 61)	0.138( 44)	2
O1	0.07091( 19)	0.00000( 0)	0.46783( 61)	0.525( 46)	4.000( 0)	4
O2	0.10358( 20)	0.00000( 0)	0.13226( 51)	0.525( 46)	4.000( 0)	4
OH	0.03149( 21)	0.50000( 0)	0.82086( 71)	0.525( 46)	4.000( 0)	4
C1	0.11521( 21)	0.00000( 0)	0.33460( 57)	0.525( 46)	4.000( 0)	4
C2	0.18748( 31)	0.13416( 228)	0.41973( 95)	0.525( 46)	4.000( 0)	8
C3	0.26405( 23)	0.25361( 227)	0.72026( 116)	0.525( 46)	4.000( 0)	8
C4	0.19845( 25)	0.14086( 225)	0.64304( 103)	0.525( 46)	4.000( 0)	8

### i) Refined atomic coordinates from neutron data

#### Sample 1 (Fe<sub>0.25</sub>Co<sub>0.75</sub>)<sub>2</sub>(OH)<sub>2</sub>tp T = 2K

Name	x (sx)	y (sy)	z (sz)	B (sB)	Occ. (sOcc)	Mult.
Fe1	0.00000( 0)	0.00000( 0)	0.00000( 0)	0.000( 0)	0.128( 70)	2
Co1	0.00000( 0)	0.00000( 0)	0.00000( 0)	0.000( 0)	1.872( 70)	2
Fe2	0.00000( 0)	0.50000( 0)	0.50000( 0)	0.000( 0)	0.832( 60)	2
Co2	0.00000( 0)	0.50000( 0)	0.50000( 0)	0.000( 0)	1.168( 60)	2
C1	0.11602( 0)	0.09048( 0)	0.33526( 0)	0.000( 0)	0.500( 0)	8
C2	0.18919( 0)	0.17210( 0)	0.42750( 0)	0.000( 0)	0.500( 0)	8
C3	0.26935( 0)	0.27927( 0)	0.74007( 0)	0.000( 0)	0.500( 0)	8
C4	0.20488( 0)	0.15466( 0)	0.65135( 0)	0.000( 0)	0.500( 0)	8
O1	0.07185( 0)	0.00000( 0)	0.46211( 0)	0.000( 0)	0.500( 0)	4
O2	0.10215( 0)	0.00000( 0)	0.13772( 0)	0.000( 0)	0.500( 0)	4
OH	0.03172( 0)	-0.50000( 0)	0.83383( 0)	0.000( 0)	0.500( 0)	4
H1	0.08040( 0)	0.50000( 0)	0.86346( 0)	0.000( 0)	0.500( 0)	4
H2	0.28590( 0)	0.74228( 0)	0.89181( 0)	0.000( 0)	0.500( 0)	8
H3	0.17038( 0)	0.13142( 0)	0.75210( 0)	0.000( 0)	0.500( 0)	8

#### Sample 2 (Fe<sub>0.5</sub>Co<sub>0.5</sub>)<sub>2</sub>(OH)<sub>2</sub>tp T = 100K

Name	x (sx)	y (sy)	z (sz)	B (sB)	Occ. (sOcc)	Mult.
Fe1	0.00000( 0)	0.00000( 0)	0.00000( 0)	0.000( 0)	0.560( 64)	2
Co1	0.00000( 0)	0.00000( 0)	0.00000( 0)	0.000( 0)	1.440( 64)	2
Fe2	0.00000( 0)	0.50000( 0)	0.50000( 0)	0.000( 0)	1.440( 56)	2
Co2	0.00000( 0)	0.50000( 0)	0.50000( 0)	0.000( 0)	0.560( 56)	2
C1	0.11745( 66)	0.03482(1539)	0.33890( 110)	0.000( 0)	0.500( 0)	8
C2	0.18918( 39)	0.17224( 742)	0.42765( 61)	0.000( 0)	0.500( 0)	8
C3	0.26932( 49)	0.27952( 968)	0.73987( 83)	0.000( 0)	0.500( 0)	8
C4	0.20482( 48)	0.15472( 843)	0.65153( 77)	0.000( 0)	0.500( 0)	8
O1	0.06896( 106)	0.00000( 0)	0.45876( 408)	0.000( 0)	0.500( 0)	4
O2	0.10607( 145)	0.00000( 0)	0.13471( 89)	0.000( 0)	0.500( 0)	4
OH	0.03017( 48)	-0.50000( 0)	0.81304( 731)	0.000( 0)	0.500( 0)	4
H1	0.08000( 49)	0.50000( 0)	0.82453( 849)	0.000( 0)	0.500( 0)	4
H2	0.28589( 293)	0.74329(1703)	0.89240( 292)	0.000( 0)	0.500( 0)	8
H3	0.16767( 176)	0.11657(1946)	0.74435( 626)	0.000( 0)	0.500( 0)	8

#### Sample 4 (Fe<sub>0.88</sub>Co<sub>0.12</sub>)<sub>2</sub>(OH)<sub>2</sub>tp T = 75K

Name	x (sx)	y (sy)	z (sz)	B (sB)	Occ. (sOcc)	Mult.
Fe1	0.00000( 0)	0.00000( 0)	0.00000( 0)	0.000( 0)	1.576( 6)	2
Co1	0.00000( 0)	0.00000( 0)	0.00000( 0)	0.000( 0)	0.424( 6)	2
Fe2	0.00000( 0)	0.50000( 0)	0.50000( 0)	0.000( 0)	2.000( 0)	2
Co2	0.00000( 0)	0.50000( 0)	0.50000( 0)	0.000( 0)	0.000( 0)	2
C1	0.11838( 51)	0.02979(1133)	0.33895( 87)	0.000( 0)	0.500( 0)	8
C2	0.18881( 28)	0.17580( 459)	0.42964( 61)	0.000( 0)	0.500( 0)	8
C3	0.26805( 39)	0.30005( 622)	0.73476( 88)	0.000( 0)	0.500( 0)	8
C4	0.20567( 36)	0.14370( 485)	0.65062( 75)	0.000( 0)	0.500( 0)	8
O1	0.07086( 81)	0.00000( 0)	0.46254( 306)	0.000( 0)	0.500( 0)	4
O2	0.10329( 98)	0.00000( 0)	0.13743( 94)	0.000( 0)	0.500( 0)	4
OH	0.03182( 46)	-0.50000( 0)	0.79842( 413)	0.000( 0)	0.500( 0)	4
H1	0.08087( 48)	0.50000( 0)	0.80336( 673)	0.000( 0)	0.500( 0)	4
H2	0.28009( 193)	0.71751(1104)	0.88859( 195)	0.000( 0)	0.500( 0)	8
H3	0.16733( 109)	0.14214(1164)	0.73943( 461)	0.000( 0)	0.500( 0)	8

**Table S3:** M1-O and M2-O distances in the solid solution (Co<sub>2-x</sub>Fe<sub>x</sub>)(OH)<sub>2</sub>tp  
(1) x = 0.25, (2) x = 0.5, (3) x = 0.75, (4) x = 0.88

**Sample 1:** x = 0.25

1	6	1	(M1)-(O2): 2.129(4)	(0, 0, 0)	0.10290	0.00000	0.12860
1	6	2	(M1)-(O2): 2.129(4)	(0, 0, 0)	-0.10290	0.00000	-0.12860
1	7	1	(M1)-(OH): 2.125(3)	(0, -1, -1)	0.03090	-0.50000	-0.18090
1	7	1	(M1)-(OH): 2.125(3)	(0, 0, -1)	0.03090	0.50000	-0.18090
1	7	2	(M1)-(OH): 2.125(3)	(0, -1, 1)	-0.03090	-0.50000	0.18090
1	7	2	(M1)-(OH): 2.125(3)	(0, 0, 1)	-0.03090	0.50000	0.18090
<b>average</b>			<b>2.127</b>				

3	5	1	(M2)-(O1): 2.180(3)	(0, 0, 0)	0.07020	0.00000	0.46870
3	5	1	(M2)-(O1): 2.180(3)	(0, 1, 0)	0.07020	1.00000	0.46870
3	5	2	(M2)-(O1): 2.180(3)	(0, 0, 1)	-0.07020	0.00000	0.53130
3	5	2	(M2)-(O1): 2.180(3)	(0, 1, 1)	-0.07020	1.00000	0.53130
3	7	1	(M2)-(OH): 2.042(5)	(0, 0, 0)	0.03090	0.50000	0.81910
3	7	2	(M2)-(OH): 2.042(5)	(0, 0, 1)	-0.03090	0.50000	0.18090
<b>average</b>			<b>2.1340</b>				

**Sample 2:** x = 0.5

1	6	1	(M1)-(O2): 2.125(6)	(0, 0, 0)	0.10240	0.00000	0.13090
1	6	2	(M1)-(O2): 2.125(6)	(0, 0, 0)	-0.10240	0.00000	-0.13090
1	7	1	(M1)-(OH): 2.123(4)	(0, -1, -1)	0.03000	-0.50000	-0.17990
1	7	1	(M1)-(OH): 2.123(4)	(0, 0, -1)	0.03000	0.50000	-0.17990
1	7	2	(M1)-(OH): 2.123(4)	(0, -1, 1)	-0.03000	-0.50000	0.17990
1	7	2	(M1)-(OH): 2.123(4)	(0, 0, 1)	-0.03000	0.50000	0.17990
<b>average</b>			<b>2.1237</b>				

3	5	1	(M2)-(O1): 2.205(3)	(0, 0, 0)	0.07130	0.00000	0.46530
3	5	1	(M2)-(O1): 2.205(3)	(0, 1, 0)	0.07130	1.00000	0.46530
3	5	2	(M2)-(O1): 2.205(3)	(0, 0, 1)	-0.07130	0.00000	0.53470
3	5	2	(M2)-(O1): 2.205(3)	(0, 1, 1)	-0.07130	1.00000	0.53470
3	7	1	(M2)-(OH): 2.047(6)	(0, 0, 0)	0.03000	0.50000	0.82010
3	7	2	(M2)-(OH): 2.047(6)	(0, 0, 1)	-0.03000	0.50000	0.17990
<b>average</b>			<b>2.1523</b>				

**Sample 3:** x = 0.75

1	6	1	(M1)-(O2): 2.149(4)	(0, 0, 0)	0.10360	0.00000	0.13080
1	6	2	(M1)-(O2): 2.149(4)	(0, 0, 0)	-0.10360	0.00000	-0.13080
1	7	1	(M1)-(OH): 2.141(3)	(0, -1, -1)	0.02990	-0.50000	-0.18320
1	7	1	(M1)-(OH): 2.141(3)	(0, 0, -1)	0.02990	0.50000	-0.18320
1	7	2	(M1)-(OH): 2.141(3)	(0, -1, 1)	-0.02990	-0.50000	0.18320
1	7	2	(M1)-(OH): 2.141(3)	(0, 0, 1)	-0.02990	0.50000	0.18320
<b>average</b>			<b>2.1437</b>				

3	5	1	(M2)-(O1): 2.198(3)	(0, 0, 0)	0.07045	0.00000	0.46700
3	5	1	(M2)-(O1): 2.198(3)	(0, 1, 0)	0.07045	1.00000	0.46700
3	5	2	(M2)-(O1): 2.198(3)	(0, 0, 1)	-0.07045	0.00000	0.53300
3	5	2	(M2)-(O1): 2.198(3)	(0, 1, 1)	-0.07045	1.00000	0.53300
3	7	1	(M2)-(OH): 2.030(4)	(0, 0, 0)	0.02990	0.50000	0.81680
3	7	2	(M2)-(OH): 2.030(4)	(0, 0, 1)	-0.02990	0.50000	0.18320
<b>average</b>			<b>2.1420</b>				

**Sample 4:**  $x = 0.88$

1	6	1	(M1)-(O2): 2.158(4)	(0, 0, 0)	0.10380	0.00000	0.13270
1	6	2	(M1)-(O2): 2.158(4)	(0, 0, 0)	-0.10380	0.00000	-0.13270
1	7	1	(M1)-(OH): 2.144(3)	(0, -1, -1)	0.03160	-0.50000	-0.17950
1	7	1	(M1)-(OH): 2.144(3)	(0, 0, -1)	0.03160	0.50000	-0.17950
1	7	2	(M1)-(OH): 2.144(3)	(0, -1, 1)	-0.03160	-0.50000	0.17950
1	7	2	(M1)-(OH): 2.144(3)	(0, 0, 1)	-0.03160	0.50000	0.17950
<b>average</b>			<b>2.1487</b>				
3	5	1	(M2)-(O1): 2.212(3)	(0, 0, 0)	0.07119	0.00000	0.46730
3	5	1	(M2)-(O1): 2.212(3)	(0, 1, 0)	0.07119	1.00000	0.46730
3	5	2	(M2)-(O1): 2.212(3)	(0, 0, 1)	-0.07119	0.00000	0.53270
3	5	2	(M2)-(O1): 2.212(3)	(0, 1, 1)	-0.07119	1.00000	0.53270
3	7	1	(M2)-(OH): 2.064(4)	(0, 0, 0)	0.03160	0.50000	0.82050
3	7	2	(M2)-(OH): 2.064(4)	(0, 0, 1)	-0.03160	0.50000	0.17950
<b>average</b>			<b>2.1627</b>				