

$$A(h, i) = \sum_n \sum_{n'} \sum_m \sum_{m'} \{ C_{nn'mm'} \cos(n\varphi_p + n'\varphi_s + m\mu_p + m'\mu_s) + S_{nn'mm'} \sin(n\varphi_p + n'\varphi_s + m\mu_p + m'\mu_s) \} \quad (3)$$

where $C_{nn'mm'}$ and $S_{nn'mm'}$ are coefficients to be determined, and φ_p , φ_s , μ_p and μ_s are the angles which refer to the primary beam direction p and secondary beam direction s of the reflexion hi as shown in Fig. 1. Since the transmission varies smoothly with the directions of the primary and secondary beams, this expansion will converge rapidly. The observational equation being linear, the coefficients $C_{nn'mm'}$ and $S_{nn'mm'}$ are obtained as the eigenfunctions corresponding to the minimum eigenvalue.

Tests of the method

The setting of equi-inclination is equivalent to the standard setting of the four-circle diffractometers. Our method being applied to this setting, the angles in equation (3) can be expressed as follows:

$$\begin{aligned} \mu_p &= \mu_s = \mu \\ \varphi_p &= \varphi + \Delta\varphi \\ \varphi_s &= \varphi - \Delta\varphi \\ \sin \mu &= \sin \chi \sin \theta \\ \tan \Delta\varphi &= \cos \theta / (\cos \chi \sin \theta), \end{aligned}$$

where θ , χ and φ are angles of the standard setting and μ is the inclination angle. The sine terms of $\Delta\varphi$ can be eliminated, since the transmission does not change when the X-ray travels the reverse path. Furthermore, if cross terms of φ and $\Delta\varphi$ can be neglected, the following very simple equation is obtained:

$$A(h, i) \simeq \sum_n \sum_m \{ C_{nm} \cos(n\varphi + m\mu) + S_{nm} \sin(n\varphi + m\mu) \} \cos(n\Delta\varphi). \quad (4)$$

Test data were prepared by the computer program of Burnham (1963) based on the Gaussian integration method, and the shape of the crystal with asymmetrical absorber is illustrated in Fig. 2. The Laue group was assumed as $\bar{3}$, in

which the symmetry axis is tilted about 77° from the φ axis; therefore $N=6$.

Fig. 3 shows the contour plots of transmission over the reciprocal planes corresponding to $\mu=0^\circ$ and $\mu=\pm 32^\circ$. Dotted lines are the plots of test data and continuous lines are those represented by our method using 53 terms, namely $m=0\sim 2$ and $n=0\sim 8$, and there are close resemblances between both contour maps. The average error was 1.11% in this case. From these results, it is clear that all reflexions are corrected with satisfactory and equal accuracy. This practicability may come from the fact that the value of transmission or absorption slowly varies depending upon the angle, and the summation over h as well as over i in equation (1) is effective in giving good statistical values.

While the test mentioned above was carried out with full data of 1934×6 reflexions, accuracy good enough for practical purposes can be obtained with fractional data. For example, the average error increased only 0.28% even with 188 pairs of equivalent reflexions. In another test, anomalous dispersion differences were conserved after the correction.

For the application, it is necessary to omit very strong reflexions which may be influenced by the extinction effect, and such a mounting is also unfavourable, as some parameters have the same value over the equivalent reflexions. In addition, it is difficult to apply this method to the Laue groups $\bar{1}$ and $2/m$, so we are now investigating the extension of the present method to these groups.

References

- BLOW, D. M. & ROSSMANN, M. G. (1961). *Acta Cryst.* **14**, 1195.
 BURNHAM, C. W. (1963). *An IBM 709/7090 Computer program for Computing Transmission Factors for Crystals of Arbitrary Shape*. Geophysical Laboratory, Washington, D. C.
 FURNAS, T. C. (1957). *Single Crystal Orienter Instruction Manual*. Milwaukee: General Electric Company.
 NORTH, A. C. T., PHILLIPS, D. C. & MATHEWS, F. S. (1968). *Acta Cryst.* **A24**, 351.

Acta Cryst. (1972). **A28**, 295

Röntgendiffraktometrische Parallelanregung von Kristall-Gitterebenen. Von H. WEYERER, 8058 *Erding, Rotkreuzstrasse 62 B, Deutschland (BRD)*

(Eingegangen am 7. Juni 1971, wiedereingereicht am 20. Oktober 1971)

X-rays with a very small angle of incidence to any reflecting plane, cause Bragg reflexions of the usual type. An explanation, based on the present theory of X-ray diffraction, cannot as yet be given.

Nach den üblichen interferenztheoretischen Vorstellungen sind die Netzebenen von Kristallgittern nur dann zu Reflexionen befähigt, wenn das einfallende Röntgenstrahlbündel (Wellenlänge λ) unter dem Bragg'schen Reflexionswinkel θ auf die betreffende Netzebenenschar (Ebenenabstand d) auftrifft und dabei die Bragg'sche Gleichung $2d \sin \theta = n\lambda$ (n ganzzahlig) erfüllt.

Überraschenderweise führten eigene Experimente mit Heidenhainschen Aufdampfgittern (Fig. 1) zu einem davon

abweichenden Ergebnis: strahlt man unter sehr kleinen Glanzwinkeln (z.B. $\psi = 0,25^\circ \approx 0,01 \cdot \theta_{111}$) quer zu den metallisch auf Glas aufgedampften Teilungslinien ein, die voneinander isoliert und zueinander parallel ausgerichtet sind und in der Gitterfläche eine (111)-Vorzugsorientierung ihrer Au-Kristallite zeigen (Weyerer, 1971a, b), so entsteht dennoch in der gewohnten Reflexionsrichtung die (111)-Interferenz von Gold, vgl. Fig. 2. Die Intensität dieser Raumgitter-Interferenz ist zwar recht klein; doch hebt sich

das Interferenzprofil deutlich vom Untergrund ab. Im vorliegenden Fall war der Einstrahlwinkel kleiner als der Grenzwinkel der Totalreflexion, der sich zu $\psi_{\text{tot}} \approx 32'$ berechnet. Die Oberflächenebenheit der Teilungslinien war

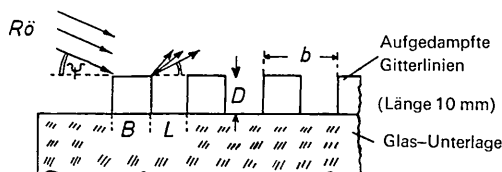


Fig. 1. Aufdampfgitter von Heidenhain: b Gitterkonstante; D Aufdampfdicke einer Teilungslinie, B ihre Breite; L Breite des unbedampften Glasstreifens. $B=L=4 \mu\text{m}$. ψ ist der Einstrahlwinkel und gleichzeitig, bei regulärer Reflexion, der Austrittswinkel. Polykristalline Struktur innerhalb der Teilungslinien mit (111)-Textur parallel zur Fläche des Glasträgers.

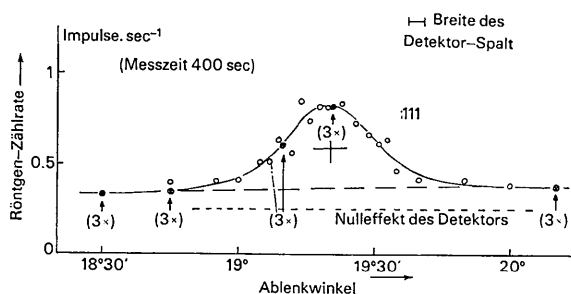


Fig. 2. (111)-Röntgen-Interferenz von den 500 \AA dick und $4 \mu\text{m}$ breit auf Glas aufgedampften Teilungslinien aus Gold (Heidenhain-Gitter), erzeugt durch die unter $\psi = 15' = 0,25^\circ$ streifend zur Gitterfläche einfallende $\text{Cu } K\alpha_1$ -Strahlung (40 kV, 20 mA). Gitterkonstante $8 \mu\text{m}$. Schrittweises Abtasten des Interferenzprofils in der Bragg-Brentano-Anordnung (Weyerer & Meierding, 1972). Szintillationszähler; Weite des Detektorspalts $0,5 \text{ mm}$.

bis auf $\pm 30 \text{ \AA}$ gewährleistet; Ausbuchtungen ihrer Kanten erreichten gelegentlich $0,1 \mu\text{m}$; einzelne Rauheitszacken wurden nicht festgestellt; die Fehler der Gitterteilung überstiegen im Mittel nicht den Betrag von $0,04 \mu\text{m}$ (Weyerer & Rodemann, 1971).

Wählt man als Einstrahlwinkel $\psi = \theta_{111} = 19,15^\circ$, so wächst die Linienintensität der (111)-Interferenz stark an; die Röntgenrate hängt ausserdem von Kristallgrösse und Textur im Aufdampfmaterial ab. In einem einzelnen Versuch wurde an einem Goldgitter bei einem Einstrahlwinkel von $\psi = \theta_{111}$ eine 53 mal grössere Intensität der (111)-Interferenz als im Fall der Parallelanregung ($\psi \approx 0,01 \theta_{111}$) erzielt. Beim Überschreiten des Grenzwinkels der Totalreflexion für die Glasunterlage ($15'$ bis $20'$) oder für das Goldmaterial ($\approx 32'$) wurden keine schlagartigen Änderungen der Interferenzintensitäten beobachtet. Im übrigen wiesen Film-aufnahmen nach, dass alle Interferenzen des üblichen Röntgendiagramms von Gold auch bei der Parallelanregung in Erscheinung traten.

Die Parallelanregung setzt eine unvermittelte Energieumlenkung voraus, nämlich die Ablenkung aus der Richtung des einfallenden Strahls (bzw. des Oberflächenstromes) in die Richtung des reflektierten Strahles (Interferenzrichtung). Es sei deshalb auf die Beobachtung einer scharfen Umlenkung von Röntgen-Wellenfeldern hingewiesen, bei denen Krümmungsradien bis herab zu $1 \mu\text{m}$ vorkamen (Bonse, 1963).

Bevor versucht wird, diesen Effekt einer Interferenzanregung an Kristallgittern bei streifender Inzidenz in physikalischer Hinsicht besser verstehen zu lernen, müssen weitere Experimentaluntersuchungen vorgenommen und dabei einige Parameter systematisch variiert werden.

Literatur

- BONSE, U. (1963). *Z. Naturforsch.* **18a**, 421.
 WEYERER, H. (1971a). *Optik*, **34**, 87.
 WEYERER, H. (1971b). *Z. angew. Phys.* Demnächst.
 WEYERER, H. & MEIERDING, W. (1972). *Z. angew. Phys.* Demnächst.
 WEYERER, H. & RODEMANN, H. (1971). *Optik*, **33**, 552.

Acta Cryst. (1972). **A28**, 296

Estimation of twinning parameter for twins with exactly superimposed reciprocal lattices. By DOYLE BRITTON,*
Laboratory for Organic Chemistry, Federal Institute of Technology, 8006 Zürich, Switzerland

(Received 30 November 1971)

In twinned crystals the intensity contribution from the separate individuals can be estimated from the observed intensities without any knowledge of the actual structure, even when the two reciprocal lattices are completely superimposed. Once the separate intensity contributions are known the trial structure can be sought in the usual ways.

The following relationships for a twinned crystal are straightforward and well-known (Zalkin, Forrester & Templeton, 1964; Zachariasen & Plettinger, 1965; Grainger, 1969):

$$I_1 = (1 - \alpha)J_1 + \alpha J_2$$

$$I_2 = \alpha J_1 + (1 - \alpha)J_2$$

where I_1 and I_2 are the observed intensities produced by the superposition of reflections 1 and 2, which would have intensities J_1 and J_2 in an untwinned crystal of the same total volume. If α is the fraction of the smaller individual

* Permanent address: Department of Chemistry, University of Minnesota, Minneapolis, Minnesota 55455, U.S.A.