

Acta Cryst. (1962). **15**, 1188

Systematic multiple diffraction in equi-inclination Weissenberg geometry. By H. L. YAKEL, *Metals and Ceramics Division, Oak Ridge National Laboratory,* Oak Ridge, Tennessee, U. S. A.* and I. FANKUCHEN, *Polytechnic Institute of Brooklyn, Brooklyn, New York, U. S. A.*

(Received 26 March 1962 and in revised form 21 May 1962)

Multiple Bragg scattering has been recognized as a source of spurious X-ray diffraction effects from crystalline solids since its discovery by Renninger (1937). The necessary condition for the effect is the simultaneous intersection of two reciprocal lattice points hkl and HKL with the sphere of reflection. The diffracted beam from one reflection, say HKL , may then be rescattered into the direction of the diffracted beam from the other reflection, hkl , by a set of planes $h'k'l'$, where:

$$h' = h - H, \quad k' = k - K, \quad \text{and} \quad l' = l - L. \quad (1)$$

The effect has been observed for cases in which the reflection hkl normally has zero intensity due to a space group extinction (Hirshfeld, 1955) or to a special extinction (Renninger, 1937), but it should potentially affect the intensity of any reflections for which the multiple scattering condition is satisfied. Experimental data up to now have shown that intensities, not amplitudes, of reflections hkl and $h'k'l'$ are additive in the resultant beam (Fankuchen & Williamson, 1956; Hirshfeld, 1955).

Multiple diffraction is normally considered to be the result of accidental coincidence. The purpose of this note is to point out that the condition for multiple diffraction is systematically satisfied in upper layer equi-inclination Weissenberg geometry if the crystal rotation axis is parallel to a principal reciprocal lattice vector. If, for example, \mathbf{c}^* is parallel to the rotation axis, the reciprocal lattice point $00l$ is always on the Ewald sphere. Moreover, if the points hkl and $00l$ are on the sphere, then so is the point $hk0$. The condition for multiple scattering is thus satisfied for all three reflections in pairs.

Since

$$\mathbf{s}_2 - \mathbf{s}_0 = \mathbf{h}_2(00l) \quad (2a)$$

* Operated by Union Carbide Corporation for the U.S. Atomic Energy Commission.

and

$$\mathbf{s}_3 - \mathbf{s}_0 = \mathbf{h}_3(hk0), \quad (2b)$$

the vector equations for all diffracted beams in the direction \mathbf{s}_1 are

$$\mathbf{s}_1 - \mathbf{s}_0 = \mathbf{h}_1(hkl), \quad (3a)$$

$$\mathbf{s}_1 - \mathbf{s}_2 = \mathbf{h}_1(hkl) - \mathbf{h}_2(00l) = \mathbf{h}_3(hk0), \quad (3b)$$

and

$$\mathbf{s}_1 - \mathbf{s}_3 = \mathbf{h}_1(hkl) - \mathbf{h}_3(hk0) = \mathbf{h}_2(00l). \quad (3c)$$

The measured intensity in the direction \mathbf{s}_1 will thus depend on three intensities, one of which depends on $F^2(hkl)$ while the other two depend on $F^2(00l) \cdot F^2(hk0)$.

The most serious changes in the intensity at \mathbf{s}_1 will obviously occur when $F^2(hk0)$ and $F^2(00l)$ are both large. They should be observed most easily if $F^2(hkl)$ is relatively small. Non-zero intensities for reflections excluded by a space group symmetry element may be observed if that element makes an angle other than 0° or 90° with the rotation axis.

The possibility of systematic multiple diffraction in equi-inclination Weissenberg geometry is implicit in the results of Fankuchen & Williamson (1956). While that experiment was primarily directed to a study of variations in the intensity of the reflection on the rotation axis ($00l$), the effect described in this note constitutes an obvious corollary.

References

- FANKUCHEN, I. & WILLIAMSON, R. S. (1956). Paper presented at Annual Meeting of ACA, French Lick, Indiana.
HIRSHFELD, F. L. (1955). *Acta Cryst.* **8**, 439.
RENNINGER, M. (1937). *Z. Phys.* **106**, 141.

Acta Cryst. (1962). **15**, 1188

Zur Kristallstruktur des Natriumhypochlorits, $\text{NaClO} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$. Von F. FEHÉR, D. HIRSCHFELD und K.-H. LINKE, *Institut für Anorganische Chemie der Universität Köln, Deutschland*

(Eingegangen am 2. Juli 1962)

Das für die Untersuchungen verwendete Natriumhypochlorit wurde in Anlehnung an Gonzalez Barredo (1941) (dort auch weitere Literaturhinweise) durch Einleiten von etwas weniger als der theoretischen Menge Chlor in 50%ige Natronlauge zwischen $+1$ und $+3^\circ\text{C}$. erhalten. Das entstandene Natriumchlorid wurde bei etwa $+10^\circ\text{C}$. auf einer Glasfilternutsche abgesaugt, ohne dass auch nur die geringsten Anzeichen einer Zersetzung der Natriumhypochloritlösung auftraten. In der mit Eis-Kochsalzmischung gekühlten Vorlage kristallisierte das Natriumhypochlorit als grünlichgelbe Kristallmasse aus. Die Substanz wurde auf einem kleinen Glasfiltertiegel

abgesaugt, zum Umkristallisieren in ein Reagenzglas gebracht und unter Zusatz von wenig Wasser auf etwa 25°C . erwärmt. Beim langsamen Abkühlen der klaren gelben Lösung fielen lange, nach dem Trocknen fast farblose, glasige Nadeln aus. Diese wurden wiederum auf einem Glasfiltertiegel abgesaugt und zur Entfernung anhaftender Mutterlauge in diesem Tiegel zentrifugiert. Die Kristalle waren sehr trocken und zeigten keine Zersetzungserscheinungen, auch nicht nach monatelanger Aufbewahrung bei -18°C .

Die Analyse ergab einwandfrei, dass es sich um ein Pentahydrat $\text{NaClO} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ($F_p = 25,5^\circ\text{C}$.) handelt, was