

Fig. 3. Stereoscopic drawing of a section of one layer as viewed from the a axis.

Ridge) for the stereoscopic drawing (Fig. 3) and slide used at the Gatlinburg ACA meeting, and to Professor J. O. Edwards (Brown) who suggested this problem.

This work was supported in part by the Office of Naval Research and in part by the Advanced Research Projects Agency.

References

- BEYER, H., SAHL, K. & ZEMANN, J. (1965). *Naturwissenschaften*, **52**, 155.
- CARPENTER, G. B. (1963). ARPA Technical Report C2, Brown University.
- CROMER, D. T. (1965). *Acta Cryst.* **18**, 17.
- GOLDSCHMIDT, V. M. (1926). *Geochemische Verteilungsgesetze der Elemente IV*; reported in *Strukturbericht I*, 158, 211.
- HANSON, H. P., HERMAN, G., LEA, J. D. & SKILLMAN, S. (1964). *Acta Cryst.* **17**, 1040.
- HEIART, R. B. (1956). Thesis, Brown University.
- ITO, J. & SAWADA, H. (1939). *Z. Kristallogr.* **102**, 13.
- LECIEJEWICZ, J. (1961). *Z. Kristallogr.* **116**, 345.
- NAKAMOTO, K., MARGOSHES, M. & RUNDLE, R. E. (1955). *J. Amer. Chem. Soc.* **77**, 6480.
- PAULING, L. (1960). *The Nature of the Chemical Bond*. Ithaca: Cornell Univ. Press.
- STEHLIK, B. & BALAK, L. (1949). *Coll. Czech. Chem. Comm.* **14**, 595.
- ZACHARIASEN, W. H. (1963). *Acta Cryst.* **16**, 1139.

Acta Cryst. (1966). **21**, 583

Die Struktur von $\text{Na}_2\text{H}_2\text{SiO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

VON KARL-HEINZ JOST UND WALTRAUD HILMER

*Institut für anorganische Chemie der Deutschen Akademie der Wissenschaften,
1199 Berlin, Rudower Chaussee, Deutschland*

(Eingegangen am 14. Januar 1966)

$\text{Na}_2\text{H}_2\text{SiO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ crystallizes in space group $P\bar{1}$, with the cell dimensions

$$\begin{aligned} a &= 7.96, & b &= 9.61, & c &= 6.67 \text{ \AA}; \\ \alpha &= 70.1, & \beta &= 104.3, & \gamma &= 122.5^\circ. \end{aligned}$$

The structure was determined by direct methods. Isolated SiO_4 tetrahedra are linked by hydrogen bonds to form layers which are separated by layers of Na and H_2O . The problem of the condensation of single SiO_4 tetrahedra to pairs, Si_2O_7 , during solution is discussed.

Einleitung

Thilo, Wieker & Stade (1965) entwickelten eine Methode zur Bestimmung des Kondensationsgrades löslicher Silicate. Als Mass für den Kondensationsgrad nehmen sie die Geschwindigkeit, mit der sich Silicomolybdat bildet, wenn ein in Säuren leicht lösliches Silicat oder eine frisch hergestellte Silicat-Lösung in eine

saure Lösung von Ammoniummolybdat gebracht werden. Die Temperatur, bei der üblicherweise gearbeitet wird, ist $+25^\circ\text{C}$. Einige Silicate, vor allem das $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ zeigen jedoch bei dieser Reaktion ein bemerkenswertes Verhalten: Löst man das $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ bei $+2^\circ\text{C}$, so verhält es sich bei der Molybdat-Reaktion wie ein Monosilicat, löst man es bei $+25^\circ\text{C}$, so verhält es sich wie eine Mischung aus Mono- und

Disilicat im Verhältnis von etwa 2:1, bei $+50^\circ\text{C}$ wie ein Disilicat. Bei noch höheren Löse-Temperaturen steigt der mittlere Kondensationsgrad weiter.

Die vorliegende Strukturbestimmung wurde ausgeführt, um Aufschluss über die Ursache dieses Verhaltens des auch technisch wichtigen $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ zu gewinnen.

Elementarzelle, Raumgruppe, Intensitätsdaten

Für die Untersuchungen wurden die Kristalle zum Schutz vor Kohlendioxyd in Markröhrchen eingeschmolzen. Schwenkaufnahmen ergaben, dass die Kristalle triklin sind, ein Test auf Symmetriezentrum (Howells, Phillips & Rogers, 1950) sprach für die Raumgruppe $P\bar{1}$. Die Gitterkonstanten der gewählten Elementarzelle wurden aus Schwenkaufnahmen mit Eichsubstanz und aus Weissenberg-Aufnahmen bestimmt (Fehler $\pm 0,3\%$). Es ergaben sich folgende Werte:

$$\begin{aligned} a &= 7,96 \text{ \AA} & \alpha &= 70,1^\circ \\ b &= 9,61 & \beta &= 104,3 \\ c &= 6,67 & \gamma &= 122,5 \end{aligned}$$

2,00 Formeleinheiten $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ pro Zelle ($D_{\text{pykn.}}^{25^\circ} = 1,749 \text{ g.cm}^{-3}$ Baker & Jue, 1938).

Baker, Woodward & Pabst (1933) und Lange & v. Stackelberg (1948) geben das optisch vermessene Achsenverhältnis, die Winkel und die Kristallklasse (triklin-pinakoidal) des $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ an. Die Angaben dieser Autoren stimmen nach einer Korrektur, die Lange & v. Stackelberg (1948) an den Berechnungen von Baker *et al.* (1933) anbrachten, gut überein. Nach der Transformation $\mathbf{a}' = \mathbf{c}$, $\mathbf{b}' = \mathbf{b}$, $\mathbf{c}' = \mathbf{a} + \mathbf{b}$ erhält man aus der in vorliegender Arbeit gewählten Zelle die morphologisch bestimmte Zelle. Mit den Mittelwerten aus beiden morphologischen Messungen stimmen das aus den eigenen Werten erhaltene Achsenverhältnis auf 0,1%, die Winkel auf 0,6% genau überein. Die in vorliegender Arbeit verwendeten Intensitätsdaten stammen aus Weissenberg-Aufnahmen mit Cu-Strahlung der 0 und 1. Schichten um die x - und z -Achse. Um das Verhältnis der Intensität der Reflexe zu der des Untergrundes günstig zu halten, mussten relativ grosse Kristalle verwendet werden. Der mittlere Durchmesser be-

trug 0,22 mm – trotzdem wurde nicht auf Absorption korrigiert, da die Kristalle im Markröhrchen nicht genau vermessen werden konnten.

Strukturbestimmung

Bereits aus der Zahl der Formeleinheiten in der Elementarzelle folgt, dass es sich beim $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ nur um ein Mono- oder um ein Disilicat handelt, nicht jedoch um eine Mischung aus beiden. Die Projektionen $P(u, v)$ und $P(v, w)$ der Patterson-Funktion zeigen, dass keine solchen Lagebeziehungen zwischen Teilen der Struktur bestehen die für diese zu 'systematischen Auslöschungen' führen. Daraufhin wurde unter der Annahme der Raumgruppe $P\bar{1}$ die Struktur mit direkten Methoden bestimmt. Einfache Tripelprodukte zwischen $|U(hk0)|$ -Werten ergaben drei Vorzeichensätze, in denen nicht alle Vorzeichen positiv waren. Auf Grund der damit berechneten Elektronendichteverteilung war es leicht, den richtigen Satz herauszufinden (33 Vorzeichen, alle richtig, wie sich später zeigte). Sodann wurden, nachdem der Ursprung auf der z -Achse festgelegt war, mit Hilfe einfacher Tripelprodukte mit den $U(hk0)$ und $|U(hk1)|$ die Vorzeichen der $U(hk1)$ bestimmt (62 Vorzeichen, alle richtig) und aus den hiermit berechneten verallgemeinerten Projektionen

$$q_1^{\cos}(x, y) \quad \text{und} \quad q_1^{\sin}(x, y)$$

genäherte z -Koordinaten entnommen.

Differenz-Elektronendichten, zunächst in Gesamtprojektionen, später in angenäherten Teilprojektionen längs der x -Achse

$$\begin{aligned} \int_0^{a/2} (q_o - q_c) dx \simeq & \\ \frac{a}{2V} \left[\sum_k \sum_l^{+\infty} [F_o(0kl) - F_c(0kl)] \cos 2\pi \left(k \frac{y}{b} + l \frac{z}{c} \right) \right. & \\ \left. - \frac{4}{\pi} \sum_k \sum_l^{+\infty} [F_o(1kl) - F_c(1kl)] \sin 2\pi \left(k \frac{y}{b} + l \frac{z}{c} \right) \right] & \end{aligned}$$

und analogen Teilprojektion längs der z -Achse – zum Teil mit anderen Integrationsgrenzen – berechnet, ergaben die Koordinaten der Tabelle 1.

Tabelle 1. Atomkoordinaten und deren Fehler

$$a = 7,96, b = 9,61, c = 6,67 \text{ \AA}.$$

Atom	x/a	y/b	z/c	B	$\sigma(x)$	$\sigma(y)$	$\sigma(z)$
Si	0,2689	0,2336	0,9697	0,85 \AA^2	0,003 \AA	0,003 \AA	0,003 \AA
Na(1)	0,6091	0,1511	0,1862	1,59	0,006	0,006	0,005
Na(2)	0,6508	0,3386	0,6309				
O(1)	0,2623	0,0793	0,1694	1,07	0,009	0,009	0,008
O(2)	0,2090	0,3565	0,0110				
O(3)	0,1275	0,1512	0,7595	1,22	0,009	0,009	0,008
O(4)	0,4935	0,3447	0,8858				
O(5)	0,7904	0,3889	0,3309				
O(6)	0,1327	0,3729	0,3660				
O(7)	0,3523	0,0789	0,5841				
O(8)	0,7899	0,1960	0,9229				

Aus den oben angegebenen Näherungen für die Teilprojektionen der Differenz-elektronendichte erhält man für den Fehler σ von zum Beispiel

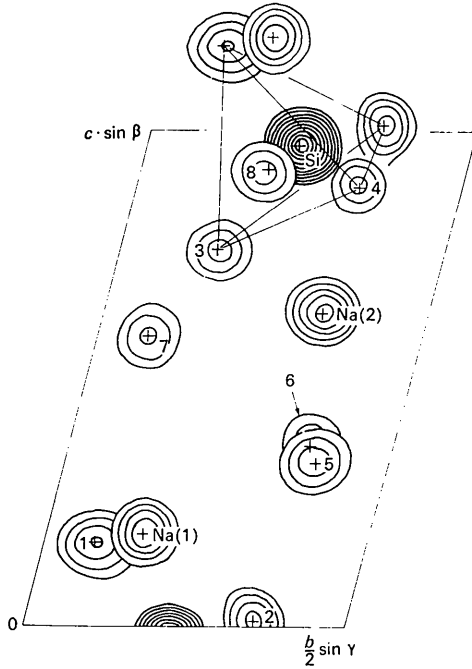


Fig. 1. Elektronendichteverteilung, zusammengesetzt aus Teilprojektionen. Äquidistante Linien, Null-Linie weggelassen.

$$\frac{\partial}{\partial z} \int_0^{a/2} (\rho_o - \rho_c) dx$$

den Ausdruck

$$\sigma < \frac{a}{2V} \frac{2\pi}{c} \left\{ \sum_{k,l}^{+\infty} l^2 [F_o(0kl) - F_c(0kl)]^2 + \frac{16}{\pi^2} \sum_{k,l}^{+\infty} l^2 [F_o(1kl) - F_c(1kl)]^2 \right\}^{\frac{1}{2}}$$

Für die anderen Fehler ergeben sich analoge Ausdrücke.

Die zweiten Differentialquotienten von ρ nach den Koordinaten am Ort des Atoms j ergeben sich am bequemsten im Falle der Integrale von $-\frac{1}{4}$ bis $+\frac{1}{4}$, wenn man das Atom j in den Ursprung legt, so z.B.

$$\left(\frac{\partial^2}{\partial z^2} \int_{-a/4}^{+a/4} \rho_c dx \right)_{0,0,0} \simeq - \frac{a}{2V} \frac{4\pi^2}{c^2} \left[\sum_{k,l}^{+\infty} l^2 f_j \right]$$

0. Schicht
+ $\frac{4}{\pi} \sum_{k,l}^{+\infty} l^2 f_j$
1. Schicht

und analoge Ausdrücke. Für Atome in den anderen Integrationsbereichen gelten die gleichen Beziehungen. Der genaue Wert der zweiten Differentialquotienten hängt allerdings infolge der Näherungslösung für die Integrale über ρ_o noch von derjenigen Atomkoordinate

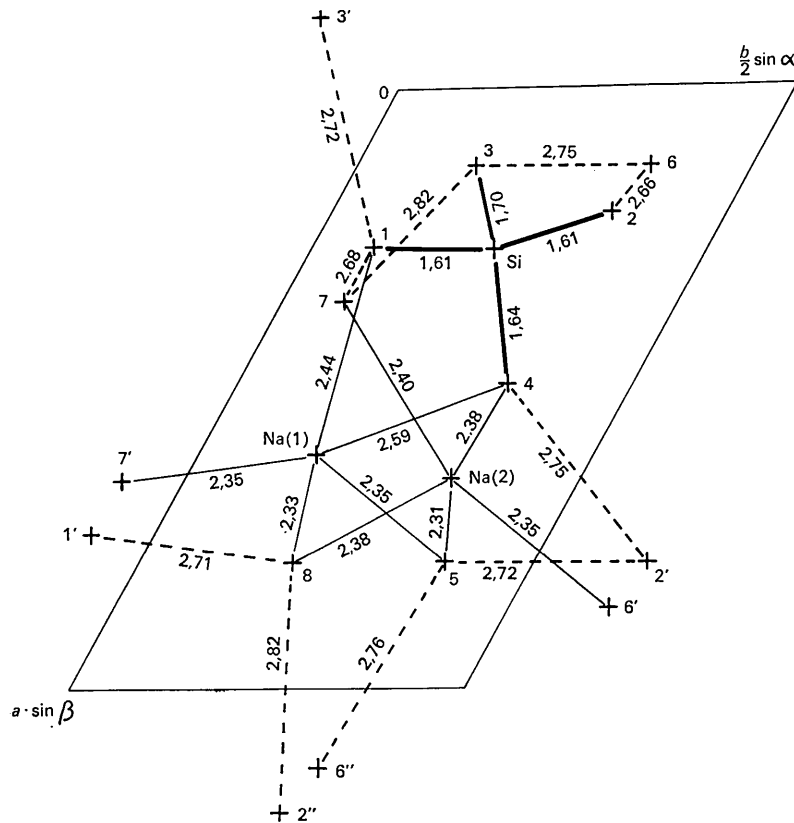


Fig. 2. Atomabstände unter 3 Å, dargestellt in der Projektion längs z.

Fig. 1 zeigt eine Elektronendichteprojektion. Der R -Faktor beträgt

$$R = 0,105$$

berechnet aus 760 unabhängigen Reflexen unter Berücksichtigung der nichtbeobachteten Reflexe (Hamilton, 1955).

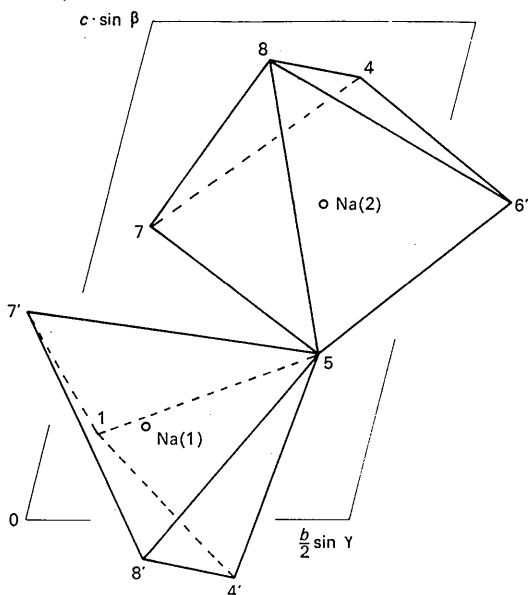


Fig. 3. Koordinationspolyeder der Na, dargestellt in der Projektion längs x .

Strukturbeschreibung

Das SiO_4 -Tetraeder

Aufgrund der Atomlagen ist das $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, ein Monosilicat. Zwei der vier (Si-O)-Abstände sind kleiner als ihr Mittelwert, die anderen beiden gleich oder grösser (s. Fig. 2). Auf Grund der Ergebnisse bisheriger Strukturbestimmungen (Smith & Bailey, 1963; Megaw, 1957) und auf Grund des Bindungsgleichgewichtes in der Gesamtstruktur sind die beiden letztgenannten wahrscheinlich (Si-OH)-Abstände. Die richtige Schreibweise für die chemische Formel ist demnach $\text{Na}_2[\text{SiO}_2(\text{OH})_2] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, wie bereits von Thilo & Miedreich (1951) auf Grund chemischer Befunde gefolgert wurde.

Rechnet man das Si-Atom zu den Koordinationsnachbarn eines Tetraeder-Sauerstoffs, nicht jedoch die übrigen drei Tetraeder-Sauerstoffatome, so haben die OH-Sauerstoffe eine 4er Koordination, die O⁻-Sauerstoffe eine 5er Koordination. Die Tetraederwinkel und die Längen der Tetraederkanten sind in Tabelle 3 angegeben.

Tabelle 3. Kantenlängen und Winkel des SiO_4 -Tetraeders

Kante	Länge	\angle Si, Kante
O(1)-O(2)	2,73 Å	116,3°
O(3)	2,68	108,2
O(4)	2,62	107,6
O(2)-O(3)	2,73	111,5
O(4)	2,67	110,4
O(3)-O(4)	2,59	101,7

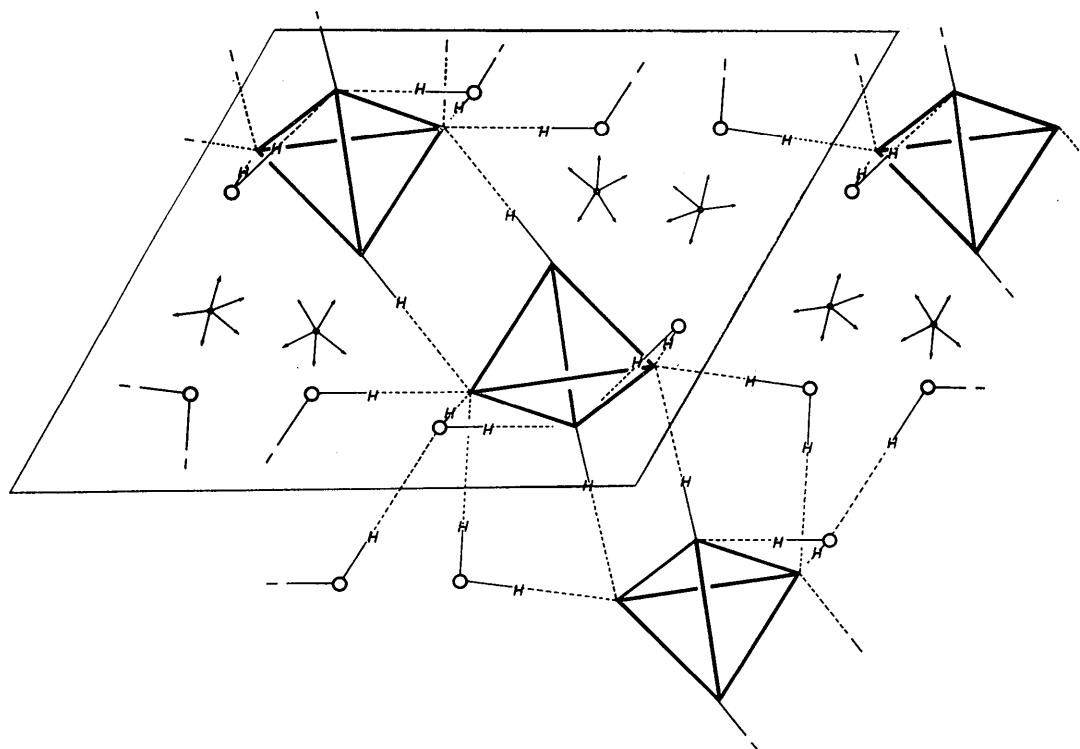


Fig. 4. Lage der H-Brücken (dünne, zum Teil gestrichelte Linien) und Zuordnung der H-Atome (H), Projektion längs z . Die Si-Atome der eingezeichneten Tetraeder liegen in $(z/c - 1)$ und $(1 - z/c)$, die H_2O und Na zwischen $z/c = 0$ und 1. Die Richtungen der Vektoren von den Na zu ihren nächsten Nachbarn sind angedeutet (Sterne aus Pfeilen an den Na-Lagen).

Die Na-Atome

Beide Na-Atome sind von 5 Sauerstoffatomen in Form leicht verzerrter tetragonaler Pyramiden umgeben (s. Fig. 3) und zwar:

Na(1) von 1O^- des SiO_4 -Tetraeders,
 1OH des SiO_4 -Tetraeders, $3\text{H}_2\text{O}$;

Na(2) von 1O^- des SiO_4 -Tetraeders, $4\text{H}_2\text{O}$.

Beide Na sind dem gleichen SiO_4 -Tetraeder durch Koordination zugeordnet. Mit anderen SiO_4 -Tetraedern sind die Koordinationspolyeder der Na nur über H_2O verknüpft.

Die H_2O -Moleküle

Sämtliche H_2O -Moleküle haben eine tetraedrische Umgebung. Es handelt sich beim

$\text{H}_2\text{O}(5)$ um 2Na , 1O^- des SiO_4 -Tetraeders, $1\text{H}_2\text{O}$;

$\text{H}_2\text{O}(6)$ um 1Na , 1O^- des SiO_4 -Tetraeders,
 1OH des SiO_4 -Tetraeders, $1\text{H}_2\text{O}$;

$\text{H}_2\text{O}(7)$ um 2Na , 1O^- des SiO_4 -Tetraeders,
 1OH des SiO_4 -Tetraeders;

$\text{H}_2\text{O}(8)$ um 2Na , 2O^- des SiO_4 -Tetraeders,

Die H-Atome

In der Elementarzelle kommen – die Tetraeder nicht mitgezählt – ebensoviele $(\text{O} \cdots \text{O})$ -Abstände unter 3 \AA vor, wie H-Atome vorhanden sind (Fig. 2). Daher ist anzunehmen, dass jedes H an einer $(\text{O}-\text{H} \cdots \text{O})$ -Brücke beteiligt ist. Obwohl die H-Atome in der Elektronendichteverteilung nicht lokalisiert wurden, ist es leicht, sie O-Atomen zuzuordnen. Bei der Zuordnung geht man am besten von $\text{H}_2\text{O}(7)$ und $\text{H}_2\text{O}(8)$ aus. Man kommt schliesslich zu der in Fig. 4 angegebenen Zuordnung, bei der die H-Atome der OH-Gruppen des SiO_4 -Tetraeders nur H-Brücken zwischen SiO_4 -Tetraedern bilden. Fraglich ist nur die Zuordnung des H zwischen O(5) und O(6).

Die Gesamtstruktur

Die SiO_4 -Tetraeder sind in Schichten angeordnet, die parallel $(1\bar{1}0)$ verlaufen. Innerhalb der Schicht bilden sie 'Ketten', die sich parallel $[110]$ erstrecken und innerhalb derer die Tetraeder immer über H-Brücken verknüpft sind. Die Tetraeder sind in der 'Kette' zick-zack-förmig gelagert:

Die Ketten sind innerhalb der Schicht über H_2O durch H-Brücken verknüpft, die Schichten miteinander, ebenfalls über H_2O durch H-Brücken, wobei in letzterem Falle die H_2O mit den Tetraedern zum Teil über Na-Atome zusammenhängen.

Die Symmetriezentren in $0, 0, \frac{1}{2}$ und $\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}$ – beide liegen innerhalb der Schichten, welche die SiO_4 -Tetraeder enthalten – sind Mittelpunkte von Hohlräumen, die so gross sind (kleinste Durchmesser $\text{O}(7) \cdots \text{O}(7') = 4,89 \text{ \AA}$ bzw. $\text{Na}(2) \cdots \text{Na}(2') = 4,55 \text{ \AA}$), dass je ein H_2O hineinpassen würde.

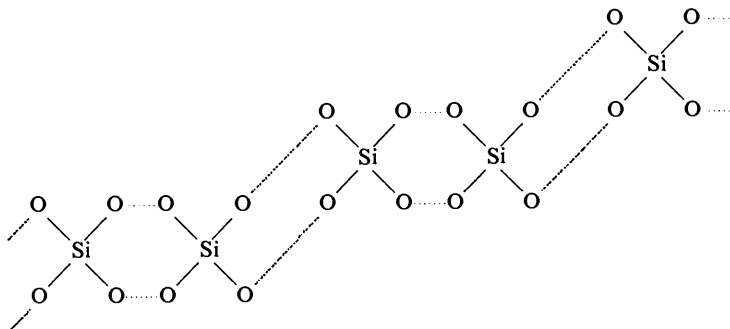
Folgerungen

Die oben beschriebene Verknüpfung der SiO_4 -Tetraeder über $(\text{Si}-\text{O}-\text{H} \cdots \text{O}-\text{Si})$ -Brücken zu Ketten erklärt das in der Einleitung erwähnte Verhalten beim Auflösen, denn die Kondensation der Anionen ist hierdurch erleichtert. Zusätzlich erklärt die Zick-zack-Form der Ketten, dass bei der Kondensation vorwiegend Disilicat Si_2O_7 gebildet wird. Wahrscheinlich ändert sich bei der Kondensation die Lage der beteiligten Tetraeder soweit, dass eine weitere Kondensation zu Polysilicat verhindert wird. Nur wenn bei sehr schnellem Lösen, also bei höheren Temperaturen, die Kondensation gleichzeitig zwischen mehreren aufeinanderfolgenden Tetraedern erfolgt, entstehen höhere Polysilicate.

Es wäre denkbar, dass die Struktur einer der beiden Formen (Baker, Jue & Wills, 1950) des $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ im Prinzip mit der des $\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{SiO}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ übereinstimmt, nur mit dem Unterschied, dass dann die Zentren in $0, 0, \frac{1}{2}$ und $\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2}$ mit H_2O besetzt sind. Die Debye-Aufnahmen dieser Verbindungen (von G. Ladwig zur Verfügung gestellt) lassen jedoch noch keine Entscheidung zu.

Zum anderen wäre denkbar, dass man auch im Kristall eine Kondensation zu Disilicat erreichen kann, ohne dass der Kristall zerstört wird. Das dabei frei werdende Wasser fände in den erwähnten Hohlräumen Platz.

Wir danken Herrn G. Lindemann und Fräulein J. Bethge für ihre Hilfe bei dieser Arbeit und Herrn Dr G. Ladwig, der die Kristalle herstellte. Die Rechnungen wurden an den ZRA 1 des Instituts für angewandte Mathematik und Mechanik und des Instituts für Strukturforchung ausgeführt.



Literatur

- BAKER, C. L. & JUE, L. R. (1938). *J. Phys. Chem.* **42**, 165.
 BAKER, C. L., JUE, L. R. & WILLS, J. H. (1950). *J. Amer. Chem. Soc.* **72**, 5374.
 BAKER, C. L., WOODWARD, T. & PABST, A. (1933). *Amer. Min.* **18**, 206.
 HAMILTON, W. C. (1955). *Acta Cryst.* **8**, 185.
 HOWELLS, E. R., PHILLIPS, D. & ROGERS, D. (1950). *Acta Cryst.* **3**, 210.
 LANGE, H. & STACKELBERG, M. VON (1948). *Z. anorg. Chem.* **256**, 273.
 MEGAW, H. D. (1952). *Acta Cryst.* **5**, 477.
 SMITH, J. V. & BAILEY, S. W. (1963). *Acta Cryst.* **16**, 801.
 THILO, E. & MIEDREICH, W. (1951). *Z. anorg. Chem.* **267**, 76.
 THILO, E., WIEKER, W. & STADE, H. (1965). *Z. anorg. Chem.* **340**, 261.

Acta Cryst. (1966). **21**, 589

The Structure of β - UO_3 *

BY P. C. DEBETS

Reactor Centrum Nederland, Petten, The Netherlands

(Received 28 January 1966)

The structure of β - UO_3 has been determined by means of X-ray and neutron-diffraction powder data. Ten formula units are contained in the monoclinic unit cell, which belongs to the space group $P2_1$. The structure can be regarded as consisting of layers, perpendicular to the monoclinic axis, interconnected by uranyl groups.

Introduction

Uranium trioxide has at least five different polymorphs (α - ϵ) for which a phase diagram has been suggested recently (Cordfunke & Aling, 1965). Reliable structural data are available only for γ - UO_3 (Engmann & de Wolff, 1963). As a contribution to the knowledge of this system this paper presents the structure determination of β - UO_3 , based on X-ray and neutron powder diffraction data.

Experimental

Polycrystalline samples of β - UO_3 were prepared in two ways:

- By calcining 'ADU' (the reaction product of uranyl nitrate with ammonia) in air at 450–500°C.
- By calcining uranyl nitrate in air at the same temperatures. In this case rapid heating to the desired temperature is essential because otherwise γ - UO_3 will be formed.

The products were heated at 500°C until no further growth of the crystallites was observed, generally 4 to 6 weeks. During this period the temperature was not allowed to exceed 500°C to minimize recrystallization to γ - UO_3 , the stable modification (Cordfunke & Aling, 1965). From both starting materials a pure and stoichiometric β - UO_3 could be obtained, but the use

of uranyl nitrate resulted in most cases in a sample of better crystallinity.

The ultimate crystallite size along the b axis was measured from the width of the 040 reflexion to be about 600 Å, neglecting disorder and deformation effects. The sizes along the other axes could not be measured, because no other suitable reflexion, free from overlap, was available. Three different samples with maximum crystallinity were used to measure peak positions and intensities in the X-ray diffraction pattern. The neutron diffraction data were collected on only one sample.

The X-ray diffraction diagrams were obtained by means of a Philips diffractometer equipped with a proportional counter with pulse-height-discrimination, using $\text{Cu } K\alpha$ radiation. The intensities were counted manually with intervals of 0.02 to 0.1° in 2θ , depending on the slope of the curve. After plotting, the areas of the peaks were measured with a planimeter. 80 Intensities could be measured up to $\sin \theta/\lambda = 0.3340 \text{ \AA}^{-1}$, consisting of 171 reflexions. In addition, 23 reflexions which were not observed were included with intensities arbitrarily set at half of the lowest observed intensity.

The neutron diffraction data were recorded on the powder diffractometer at the Petten High Flux Reactor. The sample was contained in a cylindrical vanadium sample holder of 0.2 mm wall thickness and 20 mm diameter. Monochromatic radiation with a wavelength of 1.096 Å was obtained from the second order reflexion of a copper (100) plane. Soller slits of $5\frac{1}{2}'$ and $5'$ angular divergence were mounted between

* Work sponsored jointly by Reactor Centrum Nederland, The Netherlands, and Institutt for Atomenergi, Norway.