

ANA PETROVIĆ



RENDGENSKA ISTRAŽIVANJA BERILIJUM-NITRATA-TETRAHIDRATA

Uvod i uvođenje u rad predstavljačem studenta Petar
Koraković (DIPLOMSKI RAD) u vodstvu deka
Fakulteta za tehniku i metuljstvo Univerziteta u Beogradu.

Diplomski rad branjen 31. oktobra 1972 god.

Komisija:

- 1) dr. B. Ribař (mentor)
- 2) dr. S. Čorić (predsednik)
- 3) dr. V. Divjaković (član)

Pismeni i usmeni deo je ocenjen sa 10 (deset)

dr. B. Ribař

NOVI SAD-1972

Ovaj rad je ostvaren pod rukovodstvom docenta Prirodnno-matematičkog fakulteta Dr. Bele Ribara i uz veliku praktičnu pomoć asistenta Vladimira Divjakovića. Na njihovem nešobičnom trudu ja im se ovim putem zahvaljujem.



PRIPREMA KRISTALA ZA SNIMANJE

Kristal $\text{Be}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ je providan, veoma higroskopan i potpuno nepravilnog spoljašnjeg oblika. Na vazduhu se vrlo brzo topi, naročito ako je vlažnost znatna. Zbog toga je neophodno kristal zaštiti od vlage t.j. preparirati ga. U tu svrhu se odabere jedan komad kristala i skalpelom se otseče komadić koji se zatim brusi sve dok ne dobije oblik kuglice. Pošto se kuglica ubacuje u specijalnu kapilaru koja je od Lindemanovog stakla čiji je prečnik od 0,5mm. do 0,2mm., prečnik kuglice mora biti nešto manji od ovih vrednosti. Posle ubacivanja kuglice u kapilaru ona se zatopi sa ova svoja kraja.

Ukoliko je ova priprema dobro izvedena, kristal će biti dovoljno dugo postojan da bi se mogla izvršiti rengenska analiza.

Analiza je izvedena na Rengenskom instrumentu u laboratoriju fizike i matematike na Univerzitetu u Novom Sadu. Analiza je izvedena na 100% kristala, a rezultati su u skladu sa podacima na kojima je temeljena ovaj rad.

Analiza je izvedena na Rengenskom instrumentu u laboratoriju fizike i matematike na Univerzitetu u Novom Sadu.

Analiza je izvedena na Rengenskom instrumentu u laboratoriju fizike i matematike na Univerzitetu u Novom Sadu.

Analiza je izvedena na Rengenskom instrumentu u laboratoriju fizike i matematike na Univerzitetu u Novom Sadu.

Analiza je izvedena na Rengenskom instrumentu u laboratoriju fizike i matematike na Univerzitetu u Novom Sadu.

Analiza je izvedena na Rengenskom instrumentu u laboratoriju fizike i matematike na Univerzitetu u Novom Sadu.

Analiza je izvedena na Rengenskom instrumentu u laboratoriju fizike i matematike na Univerzitetu u Novom Sadu.



ODREĐIVANJE PARAMETARA ELEMENTARNE ĆELIJE

Difrakcija na kristalnoj rešetki:

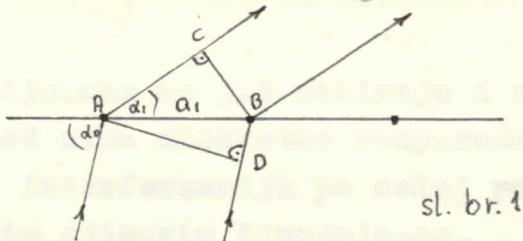
Parametri elementarne ćelije se određuju iz difrakcionih snimaka monokristala.

Ako se na nepokretan kristal upućuje polihromatski snop λ -zraka, radi se o metodu koji se prema pioniru u rendgenskoj analizi naziva Laueovin.

Druga efikasnija mogućnost je da se na monokristal pusti snop monohromaatskog zrčenja, a da se tom prilikom kristal obrće ili bar osciluje. Ovde još uvek preostaju mogućnosti za dve modifikacije: da kamera sa osjetljivom emulzijom koja služi za detekciju difraktovanog snopa, miruje ili se i sama pokreće.

Kristalna rešetka predstavlja jedno beskonačno periodično prostranstvo. S obzirom da su razmaci između identičnih tačaka u kristalnoj rešetki reda veličine talasne dužine λ -zraka, kad snop padne na rešetku ona će se ponašati kao optička rešetka za vidljivu svetlost. Znati doći će do difrakcije λ -zraka na kristalu.

Da bi došlo do pozitivne interferencije zraka koji difraktuju, njihova putna razlika treba da je jednaka celebrojnom umnošku talasne dužine upadnih zraka.



sl. br. 1

Na slici br. 1 je crtež koji omogućuje isvođenje t.z. Laueovog uslova za pozitivnu interferenciju na čvornom nizu.

$$AC - BD = n\lambda$$

$$\alpha_1(\cos \alpha_1 - \cos \alpha_0) = n\lambda$$

On se naravno može generisati na trodimenzijalno prostoranstvo.

$$\alpha_1(\cos \alpha_1 - \cos \alpha_{01}) = n\lambda$$

$$\alpha_2(\cos \alpha_2 - \cos \alpha_{02}) = p\lambda$$

$$\alpha_3(\cos \alpha_3 - \cos \alpha_{03}) = q\lambda$$

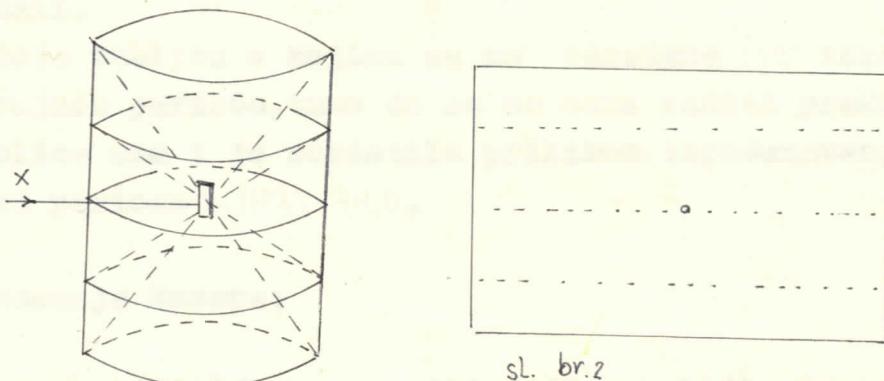
Geometrijska interpretacija ovih triju jednačina su tri familije konusa, čije se ose poklapaju sa pravcima perioda rešetke: $\vec{a}_1, \vec{a}_2, \vec{a}_3$.

Pozitivna interferencija će biti duž zajedničke izvodnice ova tri konusa.

Dobijanje obrasca za izračunavanje periode:

Da bi smo dobili snimak koji bi nam omogućio tačno određivanje periode rešetke, potrebno je da je kristal postavljen tako da mu je tražena perioda normalna na snop X-zraka. U tom slučaju odgovarajući niz konusa ima osu koja se poklapa sa osom obrtanja.

Presek tih konusa sa filmom u cilindričnoj kameri je niz krugova, koji kad se film raširi prelaze u niz平行nih linija (slika br.²)



Te paralelne linije (one se još nazivaju i slojnim linijama) sastoje se od niza diskretno raspoređenih tačaka, jer nemamo pozitivnu interferenciju po celoj površini konusa nego samo po nekim njihovim izvodnicama.

Ako je recimo duž ose obrtanja postavljena osa kristala i ako je primaran snop upravljen normalno na osu onda je $\alpha_{01} = 90^\circ$ i $\cos \alpha_{01} = 0$

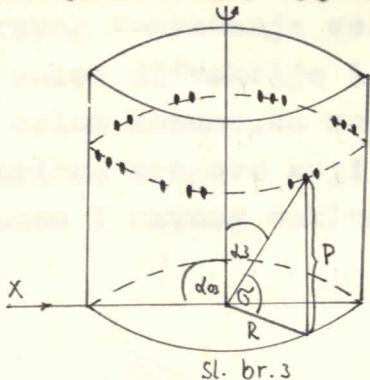
Iz Laueovog uslova se onda dobija: $\alpha_3 = \frac{q \Lambda}{\cos \alpha_3}$

Duž jedne slojne linije α_3 je konstantno pa se može zaključiti, s obzirom da su Λ i α_3 takođe konstantni, da je q konstantno. Nedutim, pošto se α_3 menja od jedne do druge slojne menja se i q , i to za jedinicu.

Za ekvatorijalnu slojnu liniju je $q=0$ jer je za nju $\alpha_3=0$, pa je $q_3 \cdot 0 = q\lambda$, a s obzirom da su q_3 i λ različiti od nule mora da je $q=0$.

Za prve slojne linije je $q=\pm 1$, za druge slojne je $q=\pm 2$ itd.

Uzmimo da se osa poklapa sa osom obrtanja. Ako je P rastojanje q -te slojne linije od ekvatora, a R , radijus kamere (sl. br. 3), onda je:



Sl. br. 3

$$\frac{P}{R} = \operatorname{tg} \sigma \quad \text{gde je } \sigma = 90^\circ - \alpha_3$$

$$q_3 = \frac{q\lambda}{\cos(90^\circ - \sigma)} = \frac{q\lambda}{\sin \sigma}$$

Znači treba izmeriti rastojanje P , i iz odnosa P i R naći $\operatorname{tg} \sigma$. Zatim se iz tablica pročita σ , odnosno $\sin \sigma$ i izračuna q_3 po formuli.

Postoje tablice u kojima su za određene $\operatorname{tg} \sigma$ izračunate odgovarajuće periode, tako da se ne mora raditi preko $\sin \sigma$. Ove tablice sam i ja koristila prilikom izračunavanja jedne od perioda $\text{Be}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$.

Baždarenje kamere:

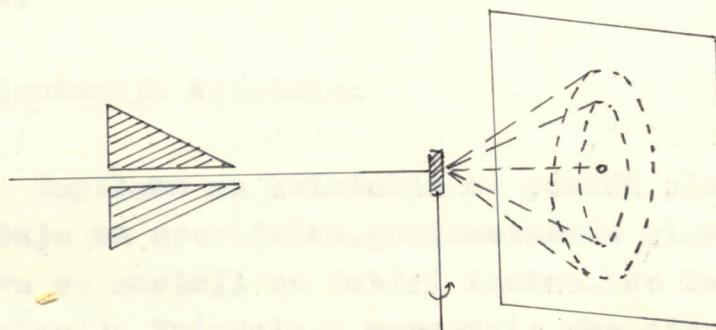
Bi smo koristili kameru cilindričnog oblika. Kamera se postavlja tako da okružuje goniometarsku glavu na kojoj je kristal. U kameru se stavlja film u crnom zaštitnom kovertu. Na jednom mestu na kameri načinjen je otvor, u koji se stavlja kolimator. Nasuprot kolimatoru namešten je skupljač koji absorbuje nedifraktovane X-zrake. Kamera se stavlja na specijalno postolje, i to tako da otvor kolimataра dođe tačno naspram prozora rendgena.

Kamera u koju stavljamo film ima fabrički određen poluprečnik. Međutim, s obzirom da film i crni koverat imaju izvesnu debljinu, i pošto se film posle razvijanja i fiksiranja obično skupi, potrebno je izvršiti tačno preračunavanje poluprečnika kamere.

Da bi mogli izvršiti kalibraciju kamere treba preko snimka monokristala napraviti snimak praha.

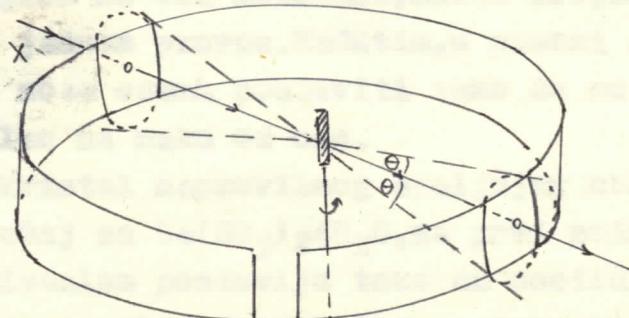
Svako zrno praha predstavlja jedan ili više monokristala. Prah se stavlja u staklenu kapilaru gde se zrna ravnomerno raspoređuju i statistički orijentisu.

Kad na takav preparat padne snop kolinisanog, monohromatskog X-zračenja veliki broj zrna će zadovoljiti Bragov uslov difrakcije i imaćemo pozitivnu interferenciju po celom konusu. Na zaklonu (ako je ravan) će moći dobiti koncentrične krugove koji predstavljaju presek difrakcionih konusa i ravnog zaklona.



sl. br. 4

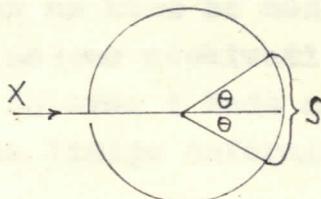
Ako je zaklon cilindričan refleksi na njemu će imati oblik koji odgovara preseku konusa i takvog zaklona.



sl. br. 5

Ugao između upadnog i difraktovanog zraka je 2θ , što znači da će ugao između dijametralno suprotnih izvodnica difrakcionog konusa biti 4θ .

Očita je proporcija:



$$360^\circ : 2R\bar{\theta} = 4\theta : S$$

$$2R\bar{\theta} = \frac{S \cdot 360^\circ}{4\theta}$$

sl. br. 6

$$R = \frac{90^\circ \cdot S}{2\pi\theta}$$

S-rastojanje između dve simetrične linije u odnosu na centar filma

R-poluprečnik kamere

S obzirom da su karakteristike praha sa kojim baždarimo kameru unapred poznate, t.j. zna se tačno za svaku liniju ugao θ , treba jedino izmeriti rastojanje S, uvrstiti u formula odgovarajuće θ i tako dobijamo tačan poluprečnik kamere.

Da bi se dobila što tačnija vrednost za R potrebno je izvršiti što više merenja pa tražiti srednju vrednost.

Orijentacija kristala:

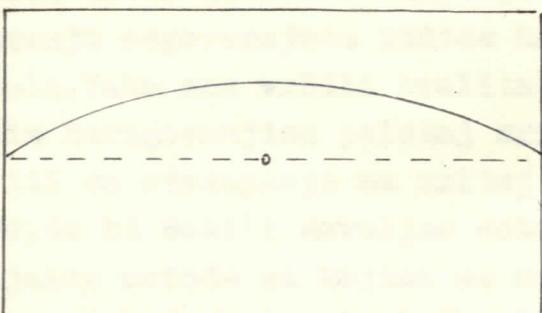
Kapilara sa kristalom se pomoću plastelina pričvršćuje za specijalnu, goniometarsku glavu. Goniometarska glava se sastoji od četiri ladice. Dve ladice omogućuju translaciju kristala, a preostale dve njegovu rotaciju. Obe translacije i obe rotacije su međusobno normalne.

Kao što je već rečeno, kad X-zraci padaju tačno pod pravim углом na osu kristala, multa slojna linija je strogo na jednom pravcu. Međutim, u praksi se retko kad može kristal može odmah postaviti tako da mu X-zraci padaju normalno na neku od ose.

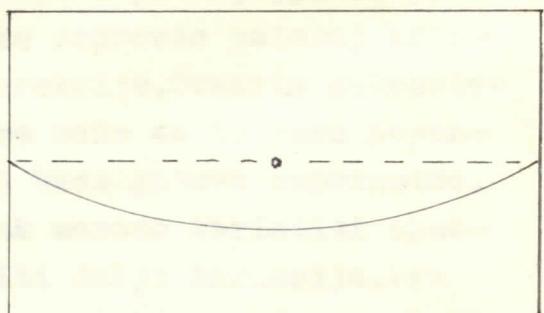
Kad je kristal nepravilnog spoljnog oblika, kao što je to slučaj sa $\text{Be}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, za prvi snimak se kapilara sa kristalom postavlja tako da osciluje oko nekog proizvoljnog položaja. Ukoliko se tako proizvoljan pravac nalazi daleko od bilo koje ose, posle eksponiranja će moći dobiti snimak sa sasvim nepravilno raspoređenim tačkama. U takvim slučajevima kapilaru postavljamo u neki novi proizvoljan položaj i sve tako dok ne odbijemo snimak na kome se može nazreti neki upadljiv pravac za koji možemo očekivati da je jedna od ose kristala.

Naravno i kada smo blizu ose još uvek je multa slojna linija deformisana kao posledica kombinacije de-

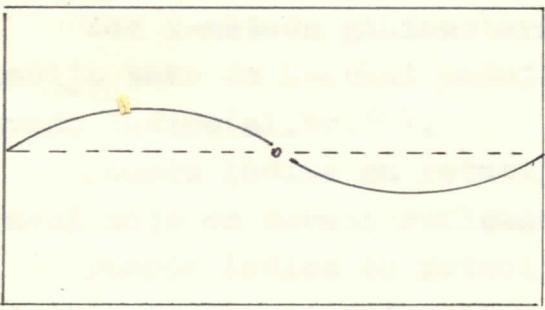
tiri osnovna odstupanja. Na slici br. 7 prikazane su osnovne deformacije nulte slojne linije.



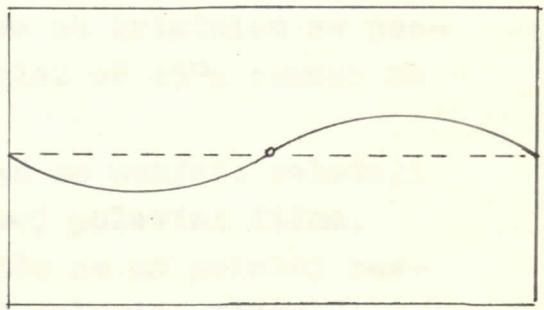
a)



b)



c)



d)

sl. br. 7

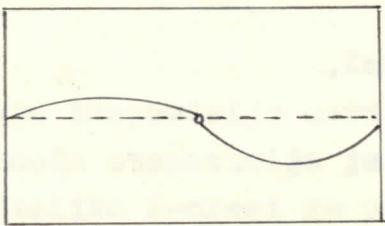
Deformacija na slici br. 7 a. javlja se zato što je difrakcioni konus nagnut prema upadnom snopu X-zraka.

Deformacija na slici br. 7 b. javlja se zato što je difrakcioni konus nagnut od snopa.

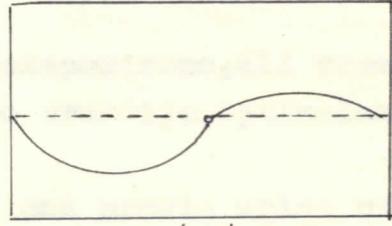
Deformacija na slici br. 7 c. javlja se zato što je difrakcioni konus nagnut u desno posmatrano iz pravca ulaza X-zraka.

Difrakcija na slici br. 7 d. javlja se zato što je difrakcioni konus nagnut u levo posmatrano iz pravca ulaza X-zraka.

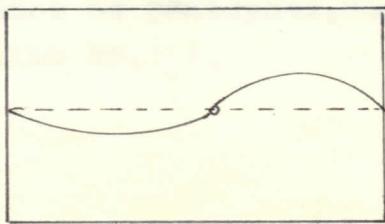
Realni slučaji nastaju kao kombinacija navedenih.



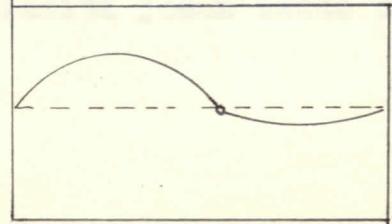
b+c



b+d



a+d



a+c

sl. br. 8

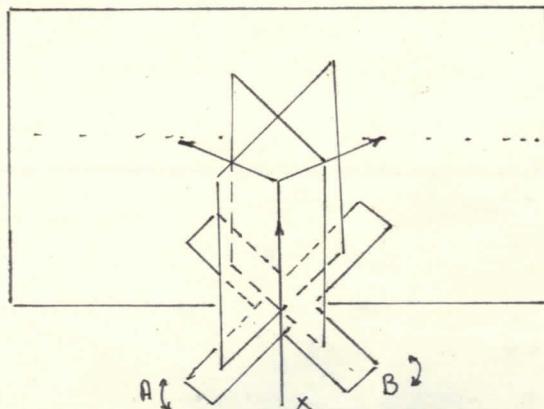
Prilikom korekcije položaja kristala mora se voditi računa o vrsti odstupanja.Sa filma se na osnovu oblika linija može tačno utvrditi kakvo je odstupanje u pitanju,pa se pomjeraju odgovarajuće ladice kako bi se popravio položaj kristala.Tako smo vršili kvalitativne korekcije.Ovakvim sukcesivnim korigovanjima položaj kristala se može do te mere popraviti da odstupanje na multoj slojnoj bude gotovo neprijetno.No,da bi dobili dovoljno dobar snimak moramo koristiti specijalne metode sa kojima se može vršiti dalja korekcija.Pri ispitivanju kristala $\text{Be}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ koristili smo dve ovakve metode:Oscilatornu x-metodu i metodu dupli Laue.

-.-

Kod x-metode goniometarska glava sa kristalom se postavlja tako da X-izraci padaju pod ugлом od 45° u odnosu na svaku ladicu(sl.br.9).

Poneću ladice za rotaciju A mogu se menjati položaji ravni koje će davati refleksje na levej polovini filma.

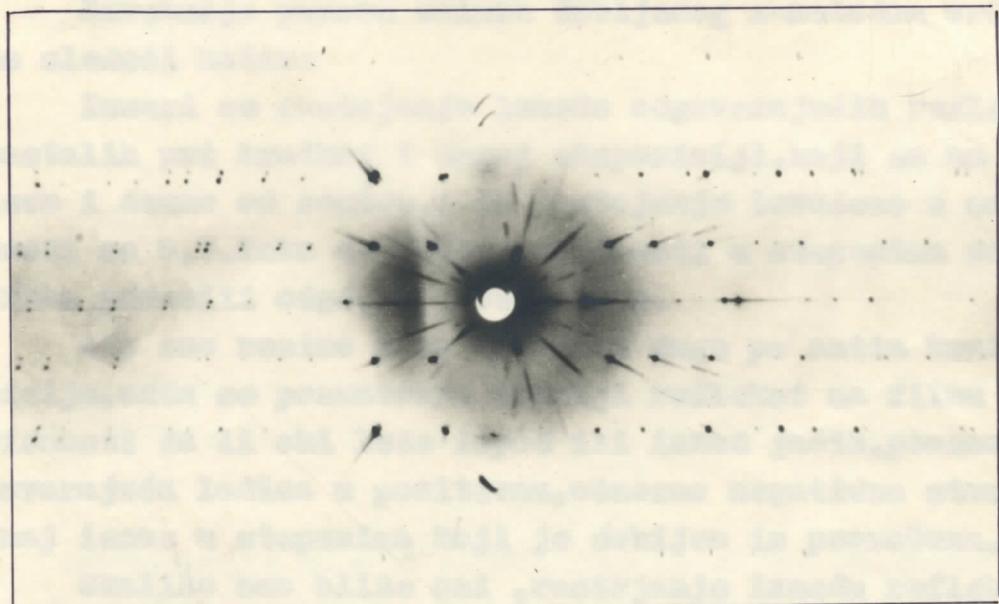
Pomoću ladice za rotaciju B utiče se na položaj ravni koje će davati refleksje na desnoj polovini filma.



sl. br. 9

Vrši se eksponiranje izvesno vreme,posle čega se celi glava sa kristalom zaokrene za 180° ,tako da ladicu A postavi u poziciju na desnoj polovini filma.Zatim ponovo eksponiramo,ali vreme trajanja ekspozicije mora biti znatno drukčije.Optimalan odnos između ekspozicija je 3:1.

Ukoliko X-izraci ne padaju tačno pod pravim углом na osu kristala,refleksi dobijeni pri dugoj i kratkoj ekspoziciji neće se poklapati,nege će se nalaziti jedan iznad drugog(slika br.10).



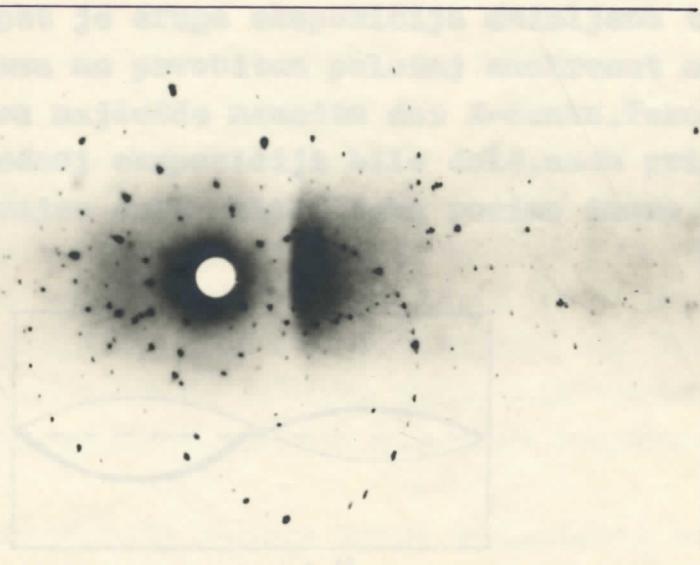
sl. br. 10

Sljedeći je primjer sličan prethodnom, ali je u ovoj fotografiji vidljivo da su se u desnoj strani od centra udara, na površini ploče, pojavile dve karakteristične rupice i nekoliko manjih rupica.

Udarevi su potpuno različiti, moguće pretvaraču na policijske zastupnike, ali i na bilo kakve druge osobe, a posebno u slučaju kada su u kontaktu sa komšijama ili nekim drugim osobama.

""

I kod ovog se sploh nije vidi da je u kontaktu sa komšijama



sl. br. 11

Korekcija pomoću snimka dobijenog x-metodom vrši se na sledeći način:

Izmeri se rastojanje između odgovarajućih refleksa nastalih pri kratkoj i dugoj ekspoziciji, koji su na 4,5cm. levo i desno od centra, i to rastojanje izraženo u mm. se pomnoži sa 0,7. Tako se dobiju vrednosti u stepenima za koje treba pomeriti odgovarajuće lađice.

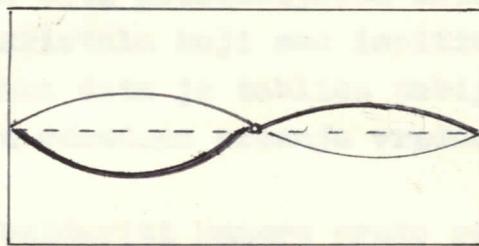
Ako smo recimo prvo izvršili dugu pa zatim kratku ekspoziciju, onda se posmatraju slabiji refleksi na filmu i u zavisnosti da li će leže ispod ili iznad jačih, pomera se odgovarajuća lađica u pozitivnu, odnosno negativnu stranu za onaj iznos u stepenima koji je dobijen iz proračuna.

Ukoliko smo bliže osi, rastojanje između refleksa nastalih pri dugoj i kratkoj ekspoziciji će biti manje, tako da kad osa stoji pod 90° u odnosu na upadni zrak, ti refleksi treba da se poklope.

Obično je potrebno načiniti nekoliko snimaka na principu x-metode, kod kojih će biti potrebno sve manje i manje korekcije, dok se konačno ne dobije dovoljno dobro poklapanje jakih i slabih refleksa.

-.-

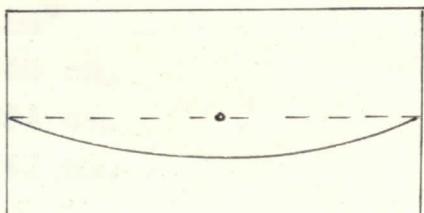
I kod metode dupli Laue vrši se dvostruko eksponiranje u trajanju 1:3. Opet je druga ekspozicija snimljena tako što je kristal u odnosu na prvobitan položaj zaokrenut za 180° , ali se ovde lađica najčešće namešta duž X-zraka. Tako se tačke koje su pri jednoj ekspoziciji bile dole, nađu pri drugoj ekspoziciji u gornjem delu snimka. Neka recimo imamo ovakav slučaj:



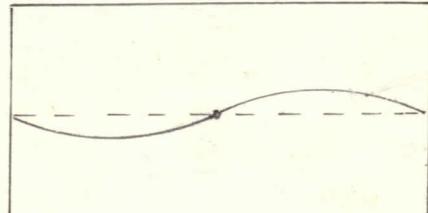
sl. br. 42

Neka je sada duža ekspozicija poslednja, te u tom položaju kristala treba vršiti korekciju.

Slučaj prikazan na slici br. 12 može se dobiti kao zbir sledećih efekata:



a)



sl. br. 13

b)

Otklanjanje efekta prikazanog na slici br. 13a) vrši se pomoću lađice koja je paralelna sa upadnim snopom za iznos:

$$\mathcal{E}_{\parallel} = \frac{1}{R} - \frac{Y_L + Y_D}{2}$$

Otklanjanje efekta prikazanog na slici br. 13b) vrši se pomoću lađice normalne na upadni snop za iznos:

$$\mathcal{E}_{\perp} = \frac{1}{R} - \frac{Y_L + Y_D}{2}$$

Veličine Y_L i Y_D su rastojanja između ekvivalentnih tačaka duge i kratke ekspozicije mjerena na mestu koje odgovara uglu od 90° , levo, odnosno desno, od centra filma. Dobijeni iznosi za korekciju su u radijima.

Jedan snimak duplog Lauea prikazan je na slici br. 11.

Izračunavanje perioda:

Snimak sa koga se uzimaju podaci za izračunavanje perioda se pravi posle uspele x-metode, ili metode duplog Lauea. To je obično rotacioni snimak. On je pogodniji od oscilatornog jer je bogatiji refleksima, pa se mogu izmeriti rastojanja između većeg broja tačaka i srednja vrednost perioda će naravno biti preciznija. Na slici br. 14 dat je rotacioni snimak kristala koji smo ispitivali oko jedne ose. Ispod tog snimka data je tablica dobijenih vrednosti na osnovu kojih je odredena srednja vrednost odgovarajuće perioda.

Da bi mogli baždariti kameru preko rotacionog snimka snimili smo prah germanijuma.

Evo podataka o određivanju poluprečnika, odnosno prečnika kamere:

linija 7

$$\theta = 41,88^\circ$$

$$S = 8,760 \text{ cm.}$$

$$S = 8,764 \text{ cm.}$$

$$S = 8,762 \text{ cm.}$$

$$S = \frac{26,286}{3} = 8,762 \text{ cm.}$$

$$2R = \frac{90 \cdot S}{\pi \cdot \theta} \quad \pi = 3,14159$$

$$2R = \frac{90 \cdot 8,762}{3,14159 \cdot 41,88} = \frac{788,58}{131,5698} = 5,9936 \text{ cm.}$$

$$2R = 59,936 \text{ mm.}$$

linija 8

$$\theta = 45,07^\circ$$

$$S = 9,430 \text{ cm.}$$

$$S = 9,426 \text{ cm.}$$

$$S = 9,430 \text{ cm.}$$

$$S = \frac{28,286}{3} = 9,4287 \text{ cm.}$$

$$2R = \frac{90 \cdot S}{\pi \cdot \theta} \quad \pi = 3,14159$$

$$2R = \frac{90 \cdot 9,4287}{3,14159 \cdot 45,07} = \frac{848,583}{141,5915} = 5,9932 \text{ cm.}$$

$$2R = 59,932 \text{ mm.}$$

linija 11

$$\theta = 53,65^\circ$$

$$S = 11,220 \text{ cm.}$$

$$S = 11,212 \text{ cm.}$$

$$S = 11,212 \text{ cm.}$$

$$S = \frac{33,644}{3} = 11,2147 \text{ cm.}$$

$$2R = \frac{90 \cdot S}{\pi \cdot \theta}$$

$$\bar{J} = 3,14159$$

$$2R = \frac{90 \cdot 11,2147}{3,14159 \cdot 53,65} = \frac{1009,323}{168,546} = 5,9884 \text{ cm.}$$

$$2R = 59,884 \text{ mm.}$$

linija 12

$$S = 12,454 \text{ cm.}$$

$$\Theta = 59,44^\circ$$

$$S = 12,446 \text{ cm.}$$

$$S = 12,446 \text{ cm.}$$

$$\bar{S} = \frac{57,346}{3} = 12,4487 \text{ cm.}$$

$$2R = \frac{90 \cdot S}{\bar{J} \cdot \theta}$$

$$\bar{J} = 3,14159$$

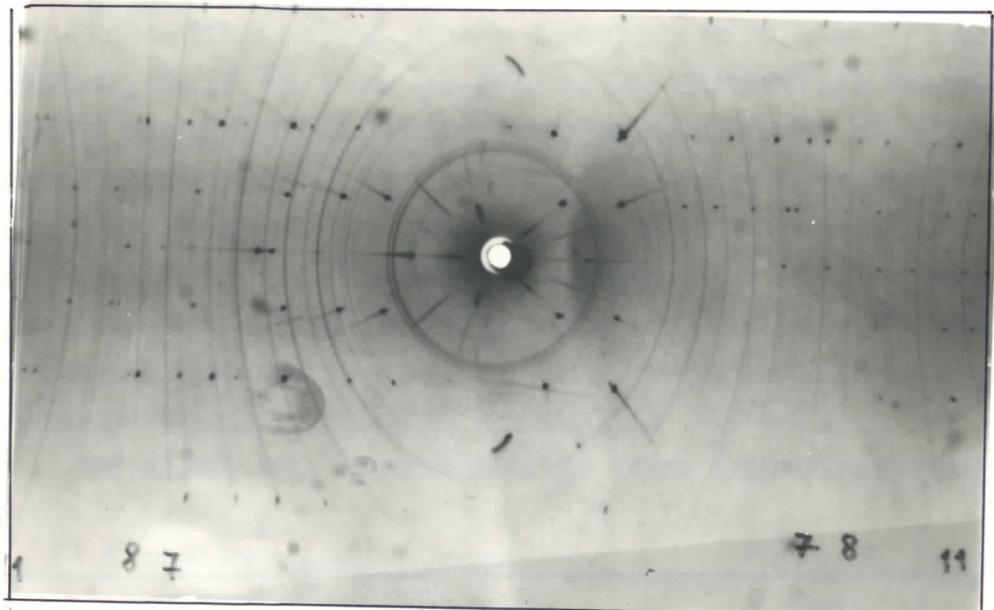
$$2R = \frac{90 \cdot 12,4487}{3,14159 \cdot 59,44} = \frac{1120,383}{186,736} = 5,999823 \text{ cm.}$$

$$2R = 59,998 \text{ mm.}$$

$$2R = \frac{\sum_{i=1}^n R_i}{n}$$

$$2R = \frac{239,750}{4} = 59,9375 \text{ mm.}$$

$$2R = 59,94 \text{ mm.}$$



sl. br. 14

prva slojna

br.	D ₁ [mm]	D ₁ /2R	P [Å]	ΔP _i [Å]	ΔP _i · 10 ⁴ [Å]
1	15,12	0,2523	6,302	0,034	1156
2	15,12	0,2523	6,302	0,034	1156
3	15,30	0,2553	6,283	0,035	1125
4	15,30	0,2553	6,233	0,035	1125
5	15,20	0,2536	6,272	0,004	16
6	15,16	0,2529	6,288	0,020	400
7	15,10	0,2519	6,312	0,044	1936
8	15,20	0,2536	6,272	0,004	16
9	15,24	0,2543	6,256	0,012	144
10	15,18	0,2533	6,279	0,011	121

druga slojna

br.	D ₂ [mm]	D ₂ /2R	P [Å]	ΔP _i [Å]	ΔP _i · 10 ⁴ [Å]
1	33,80	0,5639	6,278	0,010	100
2	33,94	0,5662	6,258	0,010	100
3	34,16	0,5699	6,228	0,040	1600
4	34,12	0,5692	6,234	0,034	1156
5	34,02	0,5676	6,246	0,022	484
6	33,70	0,5622	6,292	0,024	576
7	33,86	0,5649	6,270	0,002	4
8	33,90	0,5656	6,264	0,004	16
9	33,84	0,5646	6,272	0,004	16
10	33,82	0,5643	6,274	0,006	36

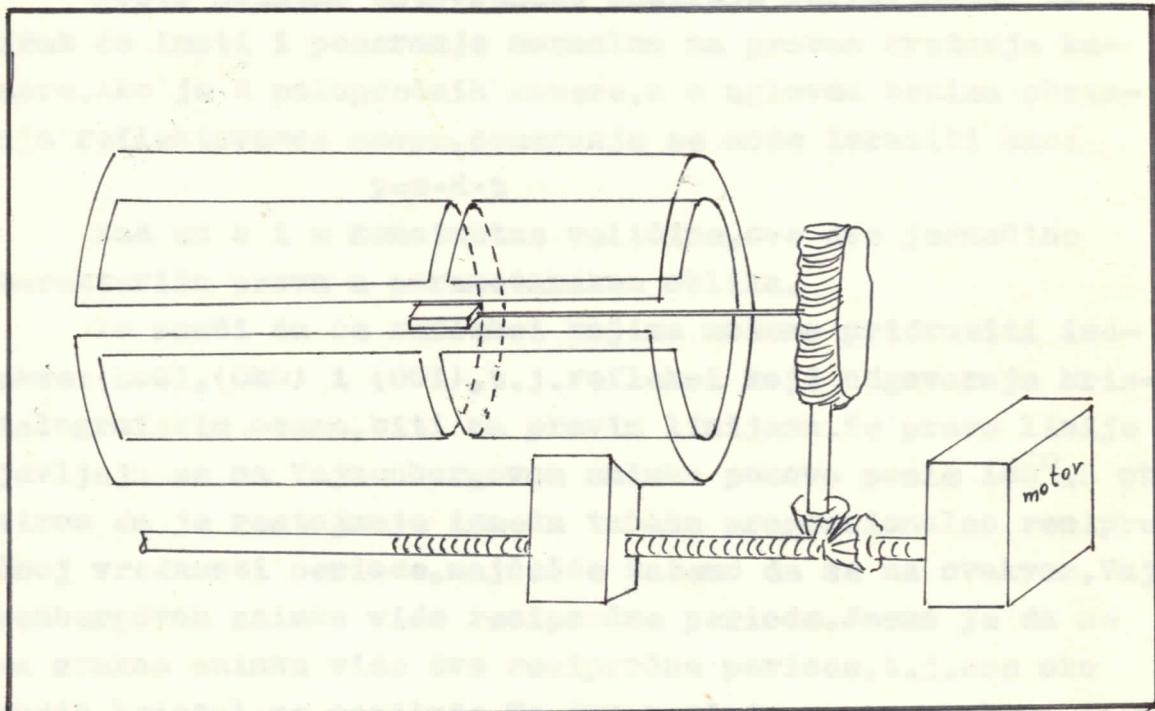
treća slojna

br.	D ₃ [mm]	D ₃ /2R	P [Å]	ΔP _i [Å]	ΔP _i · 10 ⁴ [Å]
1	65,76	1,0971	6,258	0,010	100
2	65,48	1,0924	6,270	0,002	4
3	65,60	1,0944	6,267	0,001	1
4	65,58	1,0934	6,264	0,004	16
5	65,46	1,0921	6,270	0,002	4

$$\bar{P} = 6,268 \pm 3 \cdot 10^3 [\text{\AA}]$$

Na oscilatornom snimku monokristala, gde je kamera ne-pomična, svaki refleks je posledica difrakcije na nizu paralelnih ravnih. Da bi dobili odvojene refleksne od svake ravni ponaosob, neophodno je primeniti metod pokretnog kristala i pokretnje kamere. U tu svrhu se koristi Vajsenbergov uredaj. On se sastoji iz cilindrične kamere duž čije se ose postavlja glava sa kristalom koja može da osciluje. Kamera se ujedno pomera duž svoje ose, pri čemu je pomeranje kamere synchronizovano sa obrtanjem kristala.

Na slici br. prikazana je šema Vajsenbergovog uredaja.



sl. br. 15

Specijalna prstenasta pukotina omogućava da na film padnu samo refleksi koji leže na jednoj, izabranoj slojnoj liniji. Zbog pomeranja kamere sa filmom ti refleksi se više neće nalaziti duž jedne linije, kao kod običnog oscillatornog snimka, nego će biti raspoređeni po celoj površini filma.

Recimo da smo odabrali da snimamo oko c-ose i neka smo širinom prstenova omogućili da se dobiju na filmu samo oni refleksi koji leže na mnojoj slojnoj liniji.

To znači da će mo na Vajsenbergovom snimku imati refleksje samo od onih ravni koje su paralelne izabranoj c-osi, t.j. od ravni sa indeksima (h00).

Refleksi koji potiču od ravni koje su paralelne još i nekoj drugoj osi kristala, sem ose-c, recimo neka su paralelne još i osi-b (to su ravni sa indeksima (h00)), ležaće duž jedne prave. Ovo se može objasniti na sledeć štačin:

Zbog oscilovanja kamere reflektovani snop će imati pomak u pravcu njenog kretanja koji iznosi:

$$x=c \cdot t$$

c-brzina linearog pomeranja kamere

Pošto kristal istovremeno osciluje reflektovani X-zrak će imati i pomeranje normalno na pravac kretanja kamere. Ako je R poluprečnik kamere, a w uglovna brzina obrtanja reflektovanog snopa, pomeranje se može izraziti kao:

$$y=w \cdot R \cdot t$$

Kad su c i w konstantne veličine, ove dve jednačine karakterišu pravu u parametarskom obliku.

To znači da će refleksi kojima možemo pridružiti indekse: (h00), (0k0) i (00l), t.j. refleksi koji odgovaraju kistalografskim osama, biti na pravim linijama. Te prave linije javljaju se na Vajsenbergovom snimku ponovo posle 180° . S obzirom da je rastojanje između tačaka proporcionalno recipročnoj vrednosti periode, najčešće kažemo da se na ovakovom, Vajsenbergovom snimku vide recipročne periode. Jasno je da se na svakom snimku vide dve recipročne periode, t.j. one oko kojih kristal ne osciluje. Te dve periode se sa ovakvog snimka mogu i odrediti.

Za ortorombičnu singoniju recimo, kvadratna forma je dana izrazom:

$$\sin^2 \theta = \frac{\Lambda^2}{4} \left(\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \right)$$

Λ - talasna dužina monohromatskog X-zračenja

h, k i l - Millerovi indeksi

a, b i c - vrednosti perioda dotičnog kristala

Kao što je rečeno, refleksi koji leže na pravim linijama na snimku multe slojne imaju dva indeksa jednakia nuli. Tako se za te refleksje kvadratna forma znatno uprošćava te

za snimak na kome se mogu naći tačke sa indeksima: $h=0, k=0$ i $l=0$, dobijamo sledeću formulu:

$$\sin^2 \theta = \frac{\Lambda^2}{4} \left(\frac{h^2}{a^2} + \frac{0}{b^2} + \frac{0}{c^2} \right)$$

odatle sledi:

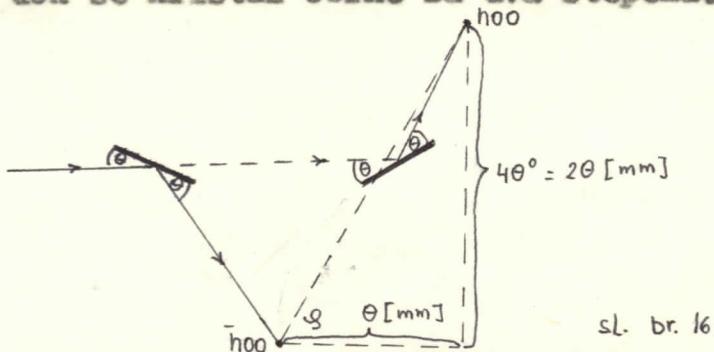
$$\sin^2 \theta = \frac{\Lambda^2}{4} \cdot \frac{h^2}{a^2} \quad \longrightarrow \quad \sin \theta = \frac{\Lambda}{2} \cdot \frac{h}{a}$$

$$a = \frac{\Lambda h}{2 \sin \theta}$$

Vrednost za talasnu dužinu je dobro poznata. Tako, da bi našli vrednost periode treba da odredimo ugao θ , a svakom refleksu ćemo pripisati takav indeks da dobijemo slaganje u vrednostima perđada izračunatih pomoću različitih reflekasa koji pripadaju istoj pravoj. Međutim, može se desiti da iako dođe do poklapanja rezultata indeksi ne budu dobro pripisani, jer smo mogli praviti grešku za neki multiplet, te su nam i indeksi i perioda veći dva ili više puta. O tome kakosse končno razrešava ovaj problem biće reči kasnije.

Do formule pomoću koje se može odrediti ugao θ ako izmerimo rastojanje između ekvivalentnih tačaka na gornjoj i donjoj polovini snimka u milimetrima, može se doći na sledeći način:

Standardna Vaisenbergova kamera je konstruisana tako da ima prečnik od 57,2958 mm. i da se horizontalno pomeri za 1 mm, dok se kristal obrne za dva stepena.



sl. br. 16

S obzirom na prečnik obim je takav da 1 mm. odgovara ugao od 2° . S obzirom da je za pojavljivanje ekvivalentnog reflekса potrebno da se kristal obrne za $2\theta^\circ$, kamera će se onda pomeriti za θ mm. Pošto je ugao između ekvivalentnih reflekasa $4\theta^\circ$, odnosno 2θ mm., jasno je da se ugao θ može izraziti kao:

$$\theta = \arctg \frac{2\theta}{\theta} = \arctg 2 \quad \longrightarrow \quad \theta = 63^\circ 26'$$

Odnosno iz crteza je dalje očito:

$$Z\theta = D \sin \frac{\theta}{2} \longrightarrow \theta = \frac{D}{2} \sin \frac{\theta}{2}$$

$$\theta = \frac{D}{2} 0,89441$$

Ovde je takođe potrebno prethodno naći tačnu vrednost prečnika kamere. U tu svrhu se na Vajsenbergovom snimku snimili traka poznatog praha i uobičajenim postupkom (kao što je opisano u poglavljiju o baždarenju kamere) nađe tačan poluprečnik- R_{izm} .

Iz ovog razloga izraz za θ mora u sebi sadržati korekcioni faktor koji će useti u obzir odstupanje tačnog poluprečnika od predviđene fabričke vrednosti koja iznosi:

$$2R=57,2958 \text{ mm.}$$

Tako konačan izraz za određivanje ugla θ ima oblik:

$$\theta = \frac{D}{2} 0,89441 \cdot \frac{57,2958}{R_{izm}}$$

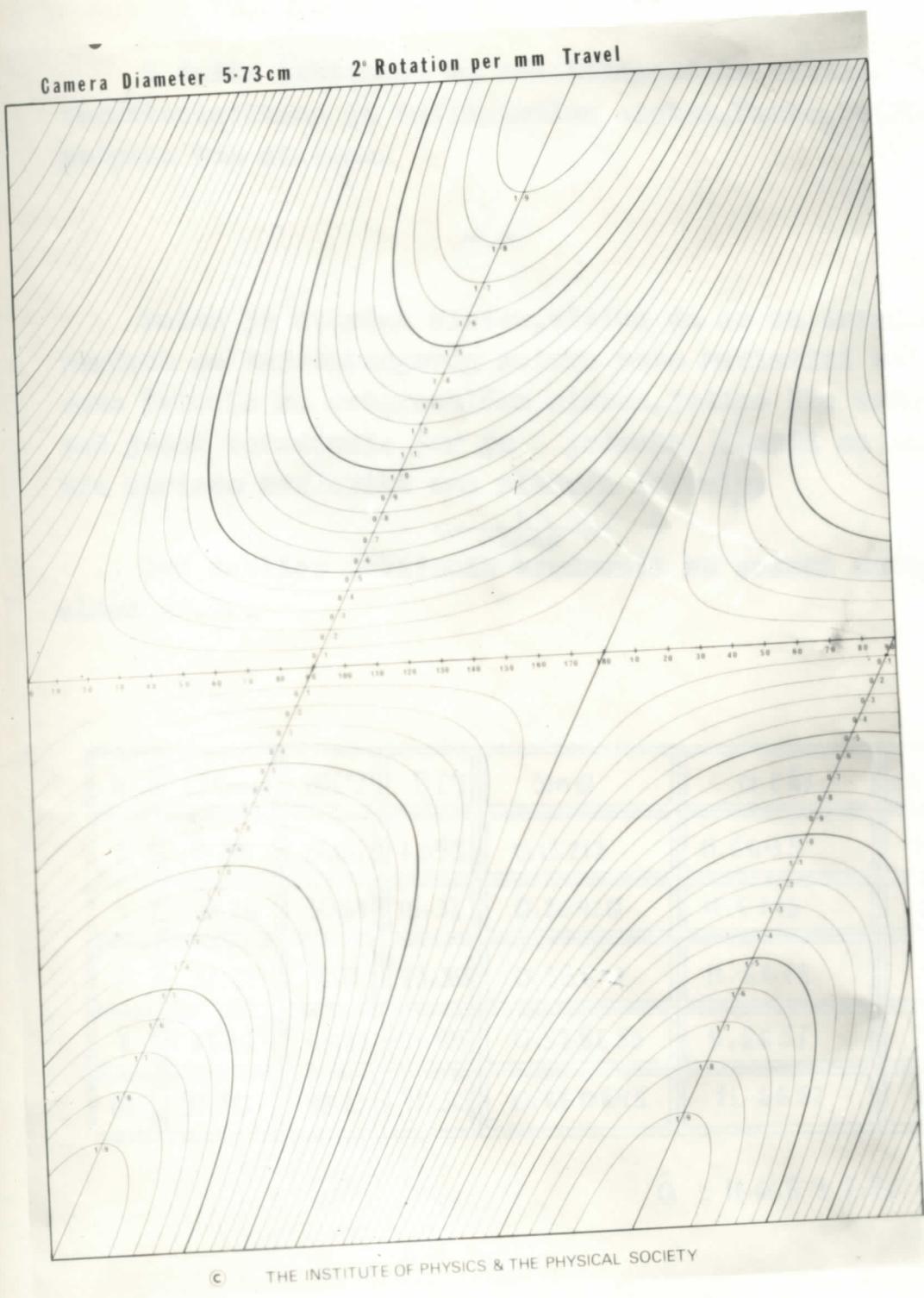
ODREDIVANJE KRISTALOGRAFSKOG SISTEMA

U zavisnosti od odnosa parametara elementarne čelije i uglova koje ose međusobno zaklapaju, svi kristali se mogu svrstati u sledećih sedam sistema:

KRISTALOGRAFSKI	a, b, c	α, β, γ
TESERALAH	$a = b = c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
TETRAGONALAH	$a = b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
ORTOROMBIČAH	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
MONOKLINIČAH	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$
TRIKLINIČAH	$a \neq b \neq c$	$\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$
HEKSAGONALAH	$a = b \neq c$	$\alpha = \beta = 90^\circ \gamma = 120^\circ$
TRIGONALAH	$a = b = c$	$\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ (120^\circ)$

Za jednoznačno određivanje kristalografskog sistema dovoljna su dva snimka oko nultih slojnih linija po Vajsenbergovoj metodi. Na snimku su obično upadljivi pravci koji odgovaraju osama, te upoređivanjem snimka sa standardnom Vajsenbergovom mrežom (na slici br. 17) lako se utvrđuju međusobni uglovi. Takođe se može utvrditi da li su i koje ose međusobno jednake, u zavisnosti od toga da li su rastojanja između odgovarajućih tačaka na dvema osama ista ili različita. Ustvari, rastojanja između tačaka su proporcionalna recipročnim vrednostima perioda, ali za utvrđivanje međusobnog odnosa to nije bitno.

U našem slučaju, kao što se vidi sa slikama br. 18 i br. 19 uglovi između ose su jednaki i iznose po 90° . Takođe se može videti da su recipročne ose a^x i b^x identične, odnosno da su odgovarajuće ose i u direktnom smislu iste, te su periode a i b jednake. Treća recipročna perioda se razlikuje od



sl. br. 17

prve dve, te je naravno i treća perioda različita. Na osnovu svega ređenog možemo izvesti sledeće zaključke:

$$a = b \neq c \quad d = \beta = \gamma = 90^\circ$$

U datim tablicama za kristalografske sisteme sa ovim karakteristikama je tetragonalan sistem. Dakle, $\text{Be}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ pripada tom sistemu.

-.-

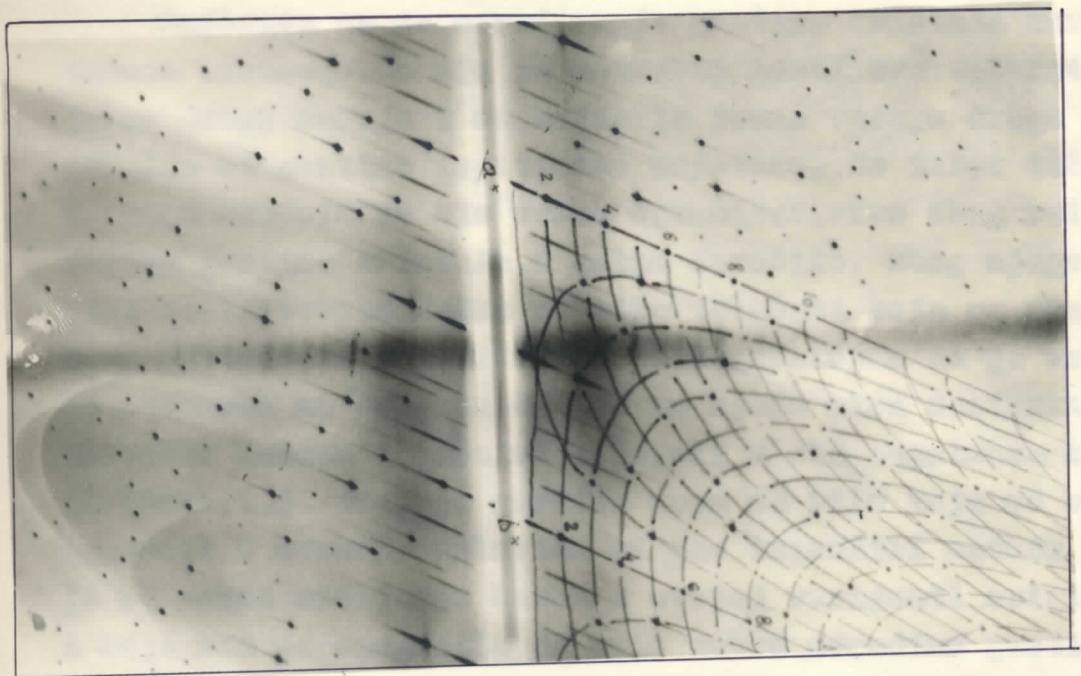
Pošto je utvrđen sistem, vidimo da se za izračunavanje perioda sa Vajsenbergovog snimka može koristiti već izvedena formula za ortorombičan sistem, jedino što ovde imamo još jedno uprošćenje jer je jednako. Znači za izračunavanje periode koristili smo sledeću formulu:

$$a = \frac{nh}{2 \sin \theta}$$

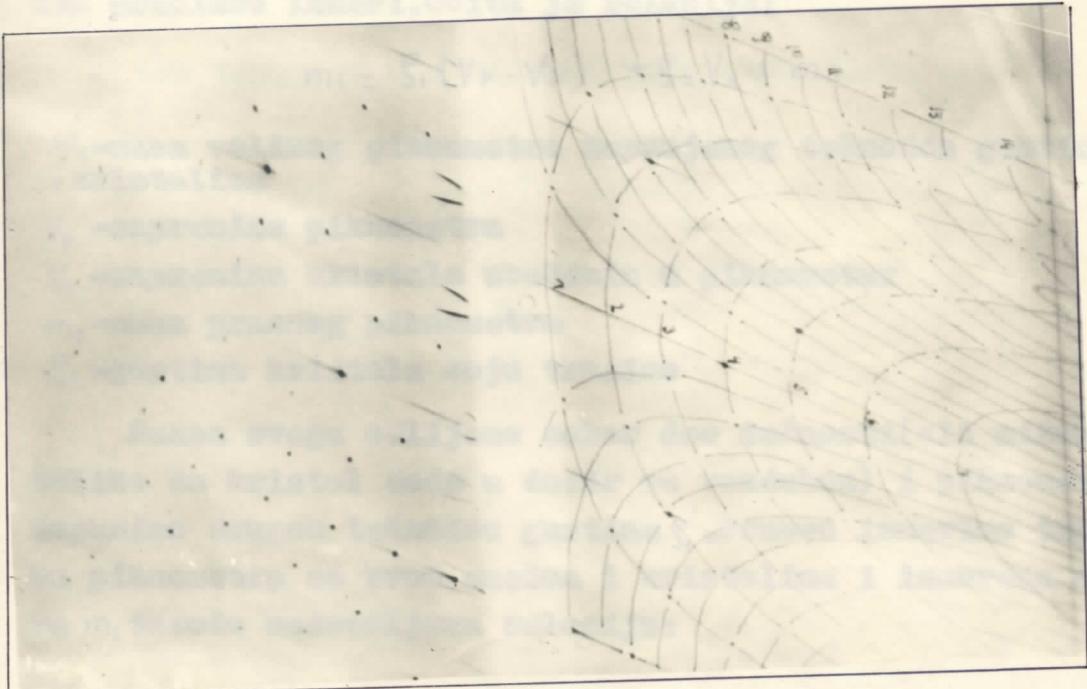
Uvo tablice dobijenih vrednosti sa snimka datog na slici br. 18.

h	$D [\text{mm}]$	$2\theta [^\circ]$	$\theta [^\circ]$	$\sin \theta$	$a [\text{\AA}]$	$\Delta a \cdot 10^3 [\text{\AA}]$	$\Delta a \cdot 10^6 [\text{\AA}]$
2	16,98	15,187	7,593	0,13212	11,6695	16	256
4	34,26	30,64	15,32	0,26420	11,6713	34	1156
6	52,22	46,71	23,355	0,39642	11,6678	1	1
8	71,36	63,83	31,915	0,528655	11,6657	22	484
10	92,50	82,73	41,365	0,660845	11,6652	27	729

$$\bar{a} = 11,668 \pm 7,76 \cdot 10^{-3} [\text{\AA}]$$



sl. br. 18



sl. br. 19

ODREĐIVANJE GUSTINE

Najčešće se za određivanje gustine kristala koristi metoda lebdenja. Za nju je potrebno imati dve tečnosti koje se dobro mešaju i od kojih je jedna veća, a druga manje gostane od gustine ispitivane supstance. No izbor tečnosti u našem slučaju je bio veoma ograničen. Prvo zbog relativno velike gustine kristala, a zatim naročito, zbog njegove velike osetljivosti. Retke su bile tečnosti koje ga nisu vrlo brzo rastvarale, a toliko je bio higroskopan da je vrlo brzo propadao na vazduhu. Jedino na njega nisu destruktivno delovali benzin i jestivo ulje, ali u obe supstance kristal je tonuo, t.j. imao je gustinu veću od bilo koje od ove dve tečnosti. U ovakvim uslovima mi smo izgradili metodu koja je po našem mišljenju barem u svojoj varijanti originalna i koja nam je omogućila da vrlo dobro odredimo gustinu ispitivanog kristala.

Neka je ρ_1 gustina jedne, a ρ_2 gustina druge od pomenutih tečnosti u kojima kristal tone. Treba imati dva različita piknometra. Izvrši se merenje najpre sa većim piknometrom (kad nas je to bio piknometar od 25ml.). U njega se stavi određen broj delića kristala i piknometar se dopuni tečnošću gustine ρ_1 . Težina tako napunjenog piknometra se zatim precizno izmeri. Očita je relacija:

$$m_1 = \rho_1 (V_p - V_k) + \rho_k V_k + m_0$$

m_1 - masa velikog piknometra napunjenog tečnošću gustine i kristalima

V_p - zapremina piknometra

V_k - zapremina kristala ubačenih u piknometar

m_0 - masa praznog piknometra

ρ_k - gustina kristala koju tražimo

Nakon ovoga odlijemo dobar deo tečnosti (ali nikako toliko da kristal dođe u dodir sa vazduhom) i piknometar dopunimo drugom tečnošću gustine ρ_2 . Ponovo izmerimo težinu piknometra sa ovom směšom i kristalima i izmerena masa m_2 takođe zadovoljava relaciju:

$$m_2 = \rho_2 (V_p - V_k) + \rho_k V_k + m_0$$

m_1 - masa većeg piknometra napunjeno smješom tečnosti i kristalima

ρ_2 - gustina smješe tečnosti

Ostaje da se još odredi gustina napravljene smješe i u tu svrhu služi manji piknometar. U njega se jednostavno prelije deo tečnosti iz većeg piknometra, kristali su teži te ostaju na dnu, a zatim se standardnim postupkom odredi i ova gustina. Naravno i gustina prve tečnosti je morala biti određena pre početka bilo kog merenja.

Tako u date dve jednačine kao nepoznate veličine preostaju samo gustina kristala ρ_k i njihova zapremina V_k . Imamo dakle dve jednačine i dve nepoznate te je ovaj sistem u principu rešljiv. Eliminisaćemo zapreminu V_k , te će mo dobiti izraz za izračunavanje ρ_k , u kojem su sve veličine merljive po opisanom postupku.

Ako od prve jednačine oduzmemos drugu imamo:

$$m_1 - m_2 = \rho_1 (V_p - V_k) - \rho_2 (V_p - V_k)$$

$$m_1 - m_2 = (\rho_1 - \rho_2) V_p + (\rho_2 - \rho_1) V_k$$

$$V_k = \frac{m_1 - m_2 + (\rho_2 - \rho_1) V_p}{\rho_2 - \rho_1}$$

$$V_k = V_p + \frac{m_1 - m_2}{\rho_2 - \rho_1}$$

Ako izraz za V_k vratimo u prvu jednačinu:

$$m_1 = \rho_1 (V_p - V_p - \frac{m_1 - m_2}{\rho_2 - \rho_1}) + \rho_k (V_p + \frac{m_1 - m_2}{\rho_2 - \rho_1}) + m_0$$

$$\rho_k (V_p + \frac{m_1 - m_2}{\rho_2 - \rho_1}) = m_1 + (m_1 - m_2) \frac{\rho_1}{\rho_2 - \rho_1} - m_0$$

$$\rho_k = \frac{m_1 (\rho_2 - \rho_1) + (m_1 - m_2) \rho_1 - m_0 (\rho_2 - \rho_1)}{V_p (\rho_2 - \rho_1) + m_1 - m_2}$$

$$\rho_k = \frac{m_1 \rho_2 + m_2 \rho_1 - m_0 (\rho_2 - \rho_1)}{V_p (\rho_2 - \rho_1) + m_1 - m_2}$$

Odnosno, ako poslednji izraz sredimo, dobijamo konačan obrazac u obliku:

$$\rho_k = \frac{\rho_1(m_2 - m_1) + (\rho_1 - \rho_2)(m_1 - m_0)}{m_2 - m_1 + V_p(\rho_1 - \rho_2)}$$

Evo eksperimentalnih podataka do kojih smo došli:

$$\rho_1 = 0,816 \text{ gr./cm.}^3$$

$$\rho_2 = 0,731 \text{ gr./cm.}^3$$

$$m_0 = 16,0348 \text{ gr.}$$

$$m_1 = 38,1198 \text{ gr.}$$

$$m_2 = 36,1780 \text{ gr.}$$

$$V_p = 25 \text{ ml.}$$

$$m_1 - m_2 = 1,9418 \text{ gr.}$$

$$m_1 - m_0 = 22,085 \text{ gr.}$$

$$\rho_1 - \rho_2 = 0,085 \text{ gr./cm.}^3$$

Ako ove vrednosti ubacimo u konačnu formulu za gustinu kristala, dobijamo:

$$\rho_k = \frac{(0,816) \cdot 1,9418 + 0,085 \cdot 22,085}{25 \cdot 0,085 - 1,9418}$$

$$\rho_k = \frac{0,2926}{0,1832}$$

$$\rho_k = 1,597 \text{ gr./cm.}^3$$

ODRADIVANJE BROJA MOLEKULA U ELEMENTARNOJ ĆELIJI

Do sada je već prikazano kako smo odredili sva tri parametra elementarne ćelije, sva tri ugla između osa i eksperimentalne gustine $\text{Be}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$. S obzirom da je to poznata bruto formula ovog kristala, koristeći vrednosti za atomske težine pojedinih elemenata, možemo izračunati težinu jednog gram-mola.

$$1M_{\text{Be}} = 1 \cdot 9,0122 = 9,0112 \text{ gr.}$$

$$2M_{\text{N}} = 2 \cdot 14,0067 = 28,0134 \text{ gr.}$$

$$10M_{\text{O}} = 10 \cdot 15,9994 = 159,9940 \text{ gr.}$$

$$8M_{\text{H}} = 8 \cdot 1,00797 = 8,06376 \text{ gr.}$$

$$M = 205,08336 \text{ gr.}$$

Sa druge strane možemo težinu jednog gram-mola napisati i preko sledećih veličina:

$$M = \frac{\rho V N}{z}$$

gde je:

M - težina jednog gram-mola

ρ - gustina kristala

V - zapremina elementarne ćelije

z - broj molekula u elementarnoj ćeliji

Iz poslednje jednačine sledi:

$$z = \frac{\rho V N}{M}$$

Tako ako se nekom metodom odredi gustina kristala i odredi se zapremina elementarne ćelije, a pošto je Avogadrovo broj N poznata konstanta, lako se može naći broj molekula u elementarnoj ćeliji.

Mi smo bili došli do sledećih podataka:

$$a = 11,668 \pm 7,76 \cdot 10^{-3} [\text{\AA}] \quad \alpha = 90^\circ$$

$$b = 11,668 \pm 7,76 \cdot 10^{-3} [\text{\AA}] \quad \beta = 90^\circ$$

$$c = 6,268 \pm 3,0 \cdot 10^{-3} [\text{\AA}] \quad \gamma = 90^\circ$$

$$\rho = 1,597 \text{ g/cm}^3$$

Ako gornje vrednosti ubacimo u formulu za z :

$$z = \frac{1,597 \cdot 6,268 \cdot (11,668)^2 \cdot 10^{-24} \cdot 6,025 \cdot 10^{23}}{205,08336} = 4,04$$

$$z = 4$$

Znači da se u svakoj elementarnoj čeliji nalazi po četiri molekula.

Vidimo da se broj molekula u elementarnoj čeliji izračunat na osnovu eksperimentalne gustine džbio kao najблиži ceo broj. Tako ako uzmemо sada broj molekula kao poznatu veličinu možemo dobiti gustinu iz sledeće relacije:

$$\rho_r = \frac{M \cdot z}{V \cdot N}$$

Evo kako to izgleda sa našim vrednostima:

$$\rho_r = \frac{205,08336 \cdot 1,66 \cdot 4}{6,268 \cdot (11,668)^2} = \frac{340,4384 \cdot 4}{853,325} = 0,39895 \cdot 4 = 1,5958 \frac{\text{gr}}{\text{cm}^3}$$

Ovako dobijena gustina se naziva rengenskom.

Broj molekula po elementarnoj čeliji može da bude značajan za određivanje prostorne grupe, a obvezno pomaže da se utvrdi da li su dobro pridruženi indeksi tačkama, odnosno da li je dobijena prava vrednost za periodu, ili neki multiplet prave vrednosti.

INDICIRANJE VAJSENBERGOVIH SNIMAKA

Sledeće u proučavanju dobijenih Vajsenbergovih snimaka je indiciranje pojedinih reflekasa i između osa, t.j. određivanje njihovih indekasa.

Neka kristal osciluje recimo, oko ose-c. Ako se izdvoji nulta slojna linija, onda će indeks l biti ravan nuli, pa kvadratne forma ima sledeći oblik:

$$\sin^2 \Theta = \frac{\Lambda^2}{4} \left(\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} \right)$$

Zbog same konstrukcije Vajsenbergove aparature, moraju biti zadovoljene sledeće jednačine:

$$\theta = wt$$

$$S = vt$$

θ - ugao između X-zraka i određene ravni

w - ugaona brzina obrtanja kristala

v - brzina kretanja kamere

S - veličina pomaka kamere

$$\text{Eliminacijom vremena dobijamo: } \theta = \frac{w}{v} \cdot S$$

Ako ovako izraženo θ , uvrstimo u kvadratnu formu, dobijamo:

$$\sin^2 \left(\frac{w}{v} S \right) = \frac{\Lambda^2}{4} \left(\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} \right)$$

U ovom izrazu možemo h uzeti kao parametar koji uzima vrednosti celih brojeva i dobijemo familiju krivih. Ako sad sa druge strane, uzmemо da je k parametar, a S menjamо, dobijemo drugu familiju krivih.

Značajno je napomenuti da će duž svake krive iz prve familije biti h konstantno, a duž svake krive iz druge familije će biti k konstantno. Krive koje dobijamo kad uzimamo indeks h za parametar presecaće recipročnu a-osi u tački čija je vrednost h ječnaka nuli, dok će krive kod kojih uzimamo indeks k za parametar presecati recipročnu b-osi u $h=0$. Ove dve familije krivih čine Vajsenbergovu mrežu.

Preseci linija na Vajsenbergovoј mreži zadovoljavaju istovremeno oba parametara. Znači, svakom preseku se može pridružiti određen par indekasa.

Da bi se olakšalo indiciranje, zgodno je na Vajsenbergovim snimcima izvući odgovarajuće mreže. Zatim se gleda na

preseku koje dve krive se nalazi u refleksu. Recimo da smo snimili nultu slojnu liniju oko ose c . Neka neki refleks leži na preseku krive kod koje je $h=2$ i druge krive kod koje je $k=3$. Tada će naravno taj refleks imati indekse 230.

U koliko snimamo nultu slojnu liniju jedan indeks je obavezno nula. Međutim ukoliko snimamo prvu slojnu svi refleksi će imati jedan indeks ravan jedinici. Naravno i dalje kod snimanja viših slojnih linija fiksiran je indeks koji odgovara izdvojenoj slojnoj liniji.

Ukoliko je u nekom refleksu svi indeksi jednaki, onda je u tom refleksu svi refleksi svi jednakih indeksa.

Ukoliko je u nekom refleksu svi indeksi razni, onda je u tom refleksu svi refleksi svi različitih indeksa.

Ukoliko je u nekom refleksu svi indeksi jednaki, onda je u tom refleksu svi refleksi svi jednakih indeksa.

Ukoliko je u nekom refleksu svi indeksi razni, onda je u tom refleksu svi refleksi svi različitih indeksa.

Ukoliko je u nekom refleksu svi indeksi jednaki, onda je u tom refleksu svi refleksi svi jednakih indeksa.

Ukoliko je u nekom refleksu svi indeksi razni, onda je u tom refleksu svi refleksi svi različitih indeksa.

Ukoliko je u nekom refleksu svi indeksi jednaki, onda je u tom refleksu svi refleksi svi jednakih indeksa. Ukoliko je u nekom refleksu svi indeksi razni, onda je u tom refleksu svi refleksi svi različitih indeksa. Ukoliko je u nekom refleksu svi indeksi jednaki, onda je u tom refleksu svi refleksi svi jednakih indeksa. Ukoliko je u nekom refleksu svi indeksi razni, onda je u tom refleksu svi refleksi svi različitih indeksa.

Ukoliko je u nekom refleksu svi indeksi jednaki, onda je u tom refleksu svi refleksi svi jednakih indeksa. Ukoliko je u nekom refleksu svi indeksi razni, onda je u tom refleksu svi refleksi svi različitih indeksa. Ukoliko je u nekom refleksu svi indeksi jednaki, onda je u tom refleksu svi refleksi svi jednakih indeksa. Ukoliko je u nekom refleksu svi indeksi razni, onda je u tom refleksu svi refleksi svi različitih indeksa.

Ukoliko je u nekom refleksu svi indeksi jednaki, onda je u tom refleksu svi refleksi svi jednakih indeksa. Ukoliko je u nekom refleksu svi indeksi razni, onda je u tom refleksu svi refleksi svi različitih indeksa.

ZAKONI POGAŠENJA

Kristalnu rešetku u čijim se čvorovima nalaze složeni motivi možemo podeliti na više podrešetaka, tako da svaka podrešetka u svojim čvorovima ima atome iste vrste. Problem difrakcije možemo tako tretirati što će mo užimati da se difrakcija vrši na svakoj podrešetci i interferencijom ovih, na podreštkama difraktovanih, talasa nastaje rezultujući talas.

Intenzitet zraka koji izaziva zacrnjenje na filmu je proporcionalan kvadratu modula amplitude rezultujućeg talasa:

$$I = k |F|^2$$

F se naziva struktorna amplituda i ona je karakteristična za svaku kombinaciju indeksa (hkl) i data je izrazom:

$$|F_{hkl}| = \sqrt{\left[\sum_{i=1}^n f_{oi} \cos 2\pi (hx_i + ky_i + lz_i) \right]^2 + \left[\sum_{i=1}^n f_{oi} \sin 2\pi (hx_i + ky_i + lz_i) \right]^2}$$

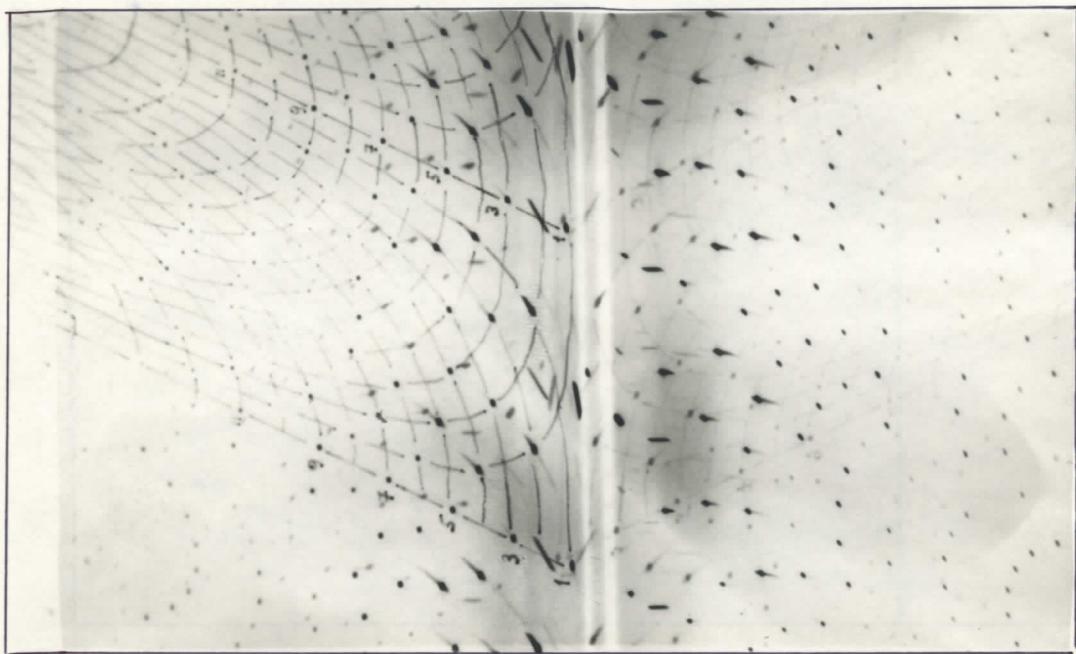
f_{oi} - je atomski faktor rasejanja. On zavisi od vrste atoma i pravca difraktovanog zraka.

x_i, y_i, z_i - su koordinate atoma koji pripadaju istoj ravni sa indeksima (hkl).

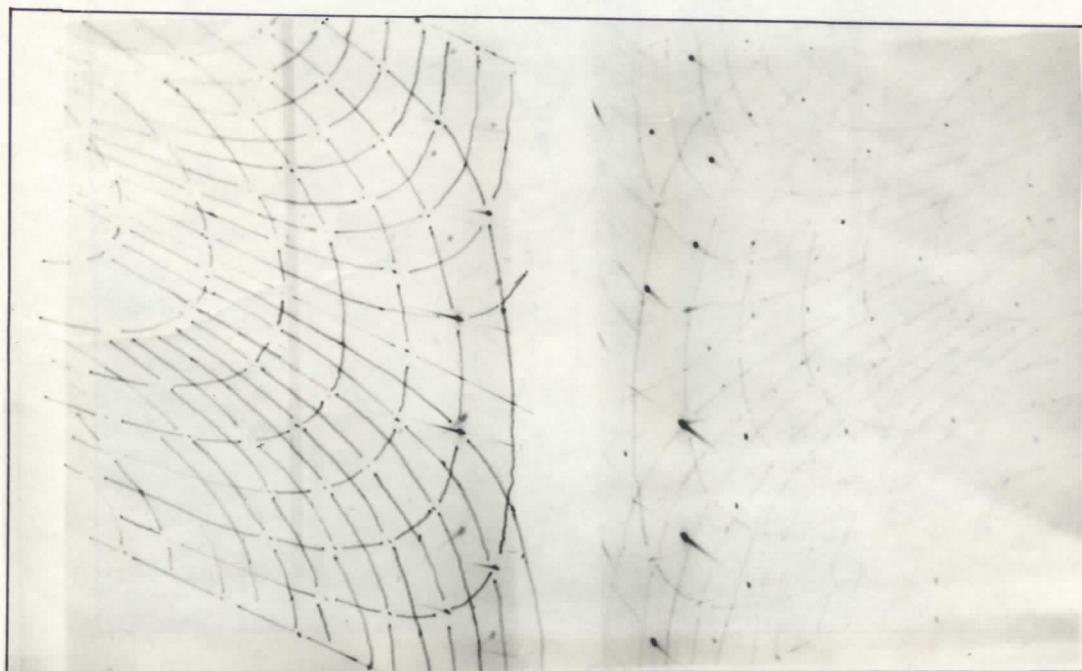
Kao što se iz formule vidi, intenzitet reflekasa zavisi od rasporeda atoma. Za određeni raspored pojedini refleksi će biti intenzivniji, za drugi slabiji, a može se desiti da se neki refleksi čak potpuno ugase. Može se konstatovati da će zakonitosti koje se javlja u poglašenju reflekasa, biti odraz simetrije kristala.

Poznato je da se svi kristali mogu svrstati u 230 t.z. prostornih grupa simetrije, te zakoni poglašenja do kojih možemo doći indicirajući Vajsenbergove snimke, omogućuju da tačno utvrdimo kojoj prostornoj grupi pripada dati kristal. Zakoni poglašenja koji odgovaraju svim prostornim grupama sredeni su i dati u International Tables for X-ray Crystallography (Volume I).

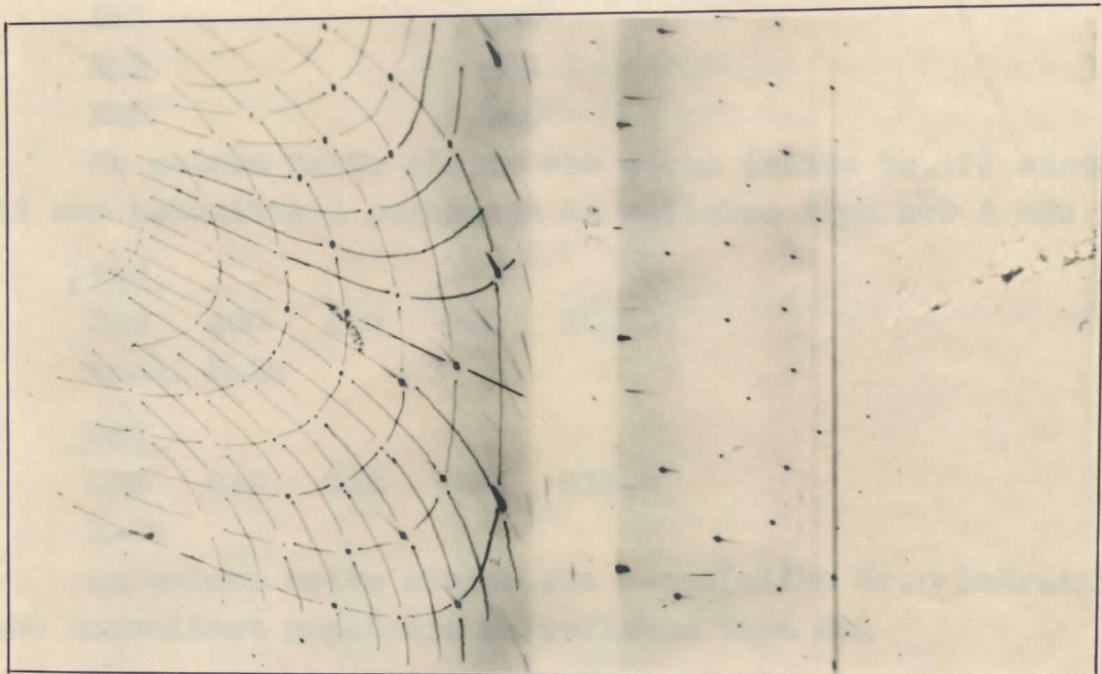
$\text{Be}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ pripada tetragonalnoj singoniji za koju su u internacionalnim tablicama dati zakoni poglašenja za refleks sledećih tipova:



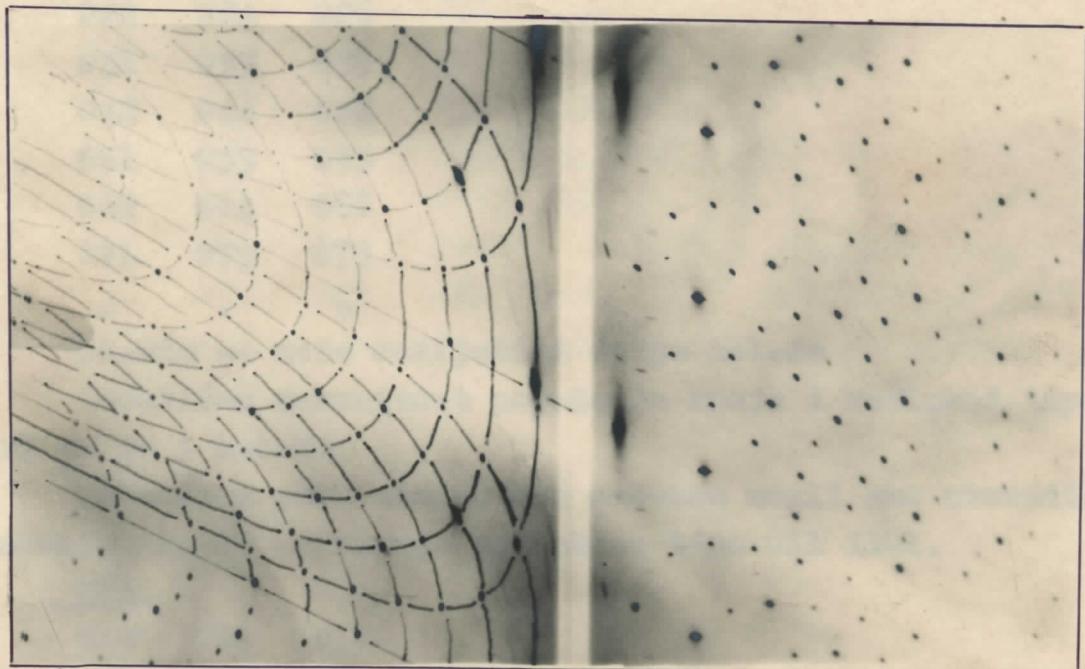
sl. br. 20



sl. br. 21



sl. br. 22



sl. br. 23

hkl	h00	hhl
0kl	0k0	
h0l	001	
hk0	hh0	

Sa snimka nulte slojne oko c-ose (slika br.¹⁸) odredili smo zakonitosti pogašenja za reflekse tipa h00 i 0k0

h00

200	400	600	800	10,00
znači $h=2n$				

0k0

020	040	060	080	010,0
k=2n				

Sa snimka nulte slojne oko a-ose (slika br.¹⁹) odredili smo zakonitost pogašenja za reflekse tipa 001

001

004	008
-----	-----

$l=n$

Zakonitosti pogašenja za reflekse tipa Okl, odnosno h0l određujemo sa snimka nulte slojne oko a-ose

OkL

011	013	015	017
022	024	026	
031	033	035	
042	044	046	
051	053	055	
062	064	066	
071	073	075	
.	.	.	

Odavde se može zaključiti da je $k+l=2n$

Identičnu zakonitost pogašenja imaju i refleksi tipa h0l pa je i $h+l=2n$

Sa snimka prve slojne oko a=b-ose mogli smo utvrditi zakonitosti za pogašenje reflekasa tipa 011 ili 101.

011

013	015	017
-----	-----	-----

101

103	105	107
-----	-----	-----

Znači, i ovde se ispostavilo da refleksi tipa $0kl$ i $h0l$ imaju zakonitost $k+l=2n$ $h+l=2n$

Snimak prve slojne oko a -ose (slika br. 21) poslužio nam je za određivanje zakonitosti pogašenja reflekasa tipa $lk0$.

$lk0$

130 150 170 1,11,0

Sa snimka nulte slojne oko c -ose odredili smo zakonitosti za refleksе tipa $hk0$

$hk0$

130 150 170 190 1,11,0

220 240 260 2,10,0 2,12,0

310 350 370 390

420 440 460 480

510 530 550 570 590

620 640 660 680 6,10,0

710 730 750 770 790

mogemo utvrditi da je $h+k=2n$

Za utvrđivanje zakonitosti pogašenja za reflekse tipa hkl koristili smo snimak prve slojne oko c -ose (slika br. 20)

hkl

121 141 161 181 1,10,1

211 231 251 271 291

321 341 361 381 3,10,1

411 431 451 471 491

521 541 561 581 5,10,1

611 631 651 671 691

721 741 761 781

811 831 851 871 891

Na snimku prve slojne oko a -osejavljali su se sledeći refleksi tipa lkl

lkl

112 116

121 123 125

141 143 145

152 154

161 163

Na snimku druge slojne oko a-ose javili su se sledeći refleksi tipa 2kl: (sl. br. 22)

211 213 215 217
224
231 233 235
242 244 246
251 253 255
262 264 266
271 273 275
282 284
291 293

Refleksi tipa 1kl i 2kl su specijalni slučajevi reflekasa tipa hkl. Tako se iz ovih podataka može zaključiti da je $h+k+l=2n$

Na snimku nulte slojne oko c-ose javili su se sledeći refleksi tipa hh0:

hh0
220 440 660 880
 $h=2n$

Refleksi tipa hhl tražili smo na snimku prve slojne oko c-ose i konstatovali smo da se nejavljaju.

Na snimku druge slojne oko c-ose javili su se sledeći refleksi tipa hh2: (sl. br. 23)

hh2
112 332 552 772

Znači od reflekasa tipa hhl javljaju se oni kod kojih je $2h+l=4n$ ili $l=2n$

Iz svega ovoga se može zaključiti da smo našli sledeće zakonitosti:

h00	$h=2n$
0k0	$k=2n$
00l	$l=4n$
hk0	$h+k=2n$
h0l	$h+l=2n$
0kl	$k+l=2n$
hkl	$h+k+l=2n$
hh0	$h=2n$
hh1	$2h+l=4n \quad l=2n$

Na osnovu ovih zakona pogašenja, koristeći Internacionale tablice, jednoznačno smo odredili da berilijum-nitrat-tetrahidrat pripada prostornoj grupi I₄2d.

Na slijedećim fotografijama prikazan je način dobivanja i karakterne osobine ove soli.

Upravo u početku se vidi, da je sol u obliku dvostrukog tetraedra.

U sredini se vidi, da je sol u obliku dvostrukog tetraedra.

U posljednjem dijelu se vidi, da je sol u obliku dvostrukog tetraedra.

Vidljivo je, da je sol u obliku dvostrukog tetraedra.

Vidljivo je, da je sol u obliku dvostrukog tetraedra.

Vidljivo je, da je sol u obliku dvostrukog tetraedra.

Vidljivo je, da je sol u obliku dvostrukog tetraedra.

Vidljivo je, da je sol u obliku dvostrukog tetraedra.

Vidljivo je, da je sol u obliku dvostrukog tetraedra.

Vidljivo je, da je sol u obliku dvostrukog tetraedra.

Vidljivo je, da je sol u obliku dvostrukog tetraedra.

Vidljivo je, da je sol u obliku dvostrukog tetraedra.

Vidljivo je, da je sol u obliku dvostrukog tetraedra.

Vidljivo je, da je sol u obliku dvostrukog tetraedra.

ZAKLJUČAK

U toku ispitivanja kristala $\text{Be}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, utvrdili smo da pripada tetragonalnoj singoniji sa parametrima elementarne čelije:

$$a=11,66877,76 \cdot 10^{-3} (\text{\AA}^0)$$

$$b=a$$

$$c=6,26875 \cdot 10^{-3} (\text{\AA}^0)$$

Broj molekula koji otpada po jednoj elementarnoj čeliji je četiri.

Vrednost eksperimentalne gustine je:

$$\rho_e = 1,597 \text{ gr.cm.}^{-3}$$

Vrednost rendgenske gustine je:

$$\rho_r = 1,596 \text{ gr.cm.}^{-3}$$

Kristal pripada prostornoj grupi I $\bar{4}2d$.

(U tablici na narednoj stranici su dati kristalografski podaci poređ berilijumovog i ostalih ispitanih nitratnih tetrahidrata dvovalentnih metala.)

KRISTAL :	α [Å]	b [Å]	c [Å]	β	Z	grupa	S_m [g/cm^3]	S_R [g/cm^3]
$\text{Be}(\text{HO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	$11,668 \pm 7,76 \cdot 10^{-3}$		$6,268 \pm 3 \cdot 10^{-3}$		4	$\bar{I}\bar{4}2d$	1,597	Ovaj rad
$\text{Ca}(\text{HO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	$6,28 \pm 0,01$	$9,16 \pm 0,02$	$14,48 \pm 0,03$	$96^{\circ}30' \pm 20'$	4	$P\bar{2}_1/n$	1,88	Ribar et al 1971
$\text{Mn}(\text{HO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	$5,378$	$27,41$	$5,829$	$113^{\circ}30'$	4	$P\bar{2}_1/n$	2,12	Popov 1972
$\text{Zn}(\text{HO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	$5,321 \pm 0,003$	$27,36 \pm 0,02$	$5,730 \pm 0,03$	$113^{\circ}40' \pm 20'$	4	$P\bar{2}_1/n$	2,22	2,25 Ribar et al 1970
$\text{Ni}(\text{HO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	$5,305 \pm 0,01$	$27,24 \pm 0,03$	$5,705 \pm 0,05$	$114^{\circ} \pm 20'$	4	$P\bar{2}_1/n$	2,21	2,24 Gallozot et al 1967
$\text{Sr}(\text{HO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	$11,12 \pm 0,02$	$14,17 \pm 0,03$	$6,34 \pm 0,02$	$123^{\circ}45' \pm 10'$	4	$C_{2/c} - C_{2h}^6$	2,26	2,27 Ribar et al 1972
$\text{Cd}(\text{HO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	$5,828 \pm 0,005$	$25,86 \pm 0,03$	$11,002 \pm 0,005$		8	$Fdd2 - C_{2v}^{19}$	2,46	2,47 Matković et al 1966

LITERATURA

- 1) Bokij-Paraj-Košić, Rentgenostrukturnij analiz
Moskva (1965.)
- 2) Dr. S. Carić, Uvod u fiziku čvrstog stanja
Novi Sad (1969.)
- 3) E. Girt, Rendgen istraživanja cink-nitrata-tetrahidrata
Sarajevo (1966.)
- 4) B. J. Pines, Lekcii po strukturnom analizu
Harkov (1957.)
- 5) Č. Uert-R. Tomson, Fizika tverdogo tela
Moskva (1969.)
- 6) Č. Kitel, Uvod u fiziku čvrstog stanja
Beograd (1970.)
- 7) Šubnikov-Flint-Bokij, Osnovi kristalografije
Beograd (1952.)
- 8) L. I. Mirkin, Spravočnik po rentgenostruktornom analizu
polikristalov
Moskva (1961.)
- 9) International Tables for X-ray Crystallography
(Volume L)
- 10) P. Gallezot, D. Weigel et H. Prettre (1967.), Structure du
nitrate de nichel tetrahydrate
Acta crystallog. 22, 699-705
- 11) B. Matković, B. Ribar, B. Zelenko and S. W. Peterson (1966.)
Refinement of the structure of $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
Acta crystallog. 21, 719-725

S A D R Ž A J

	strana
PRIPREMA KRISTALA ZA SNIMANJE.....	1
ODREDIVANJE PARAMETARA ELEMENTARNE ĆELIJE.....	2
Difrakcija na kristalnoj rešetki.....	2
Detinjanje obrasca za izračunavanje periode.....	3
Baziranje kamere.....	4
Orijentacija kristala.....	6
Izračunavanje periode.....	11
ODREDIVANJE KRISTALOGRAFSKOG SISTEMA.....	19
ODREDIVANJE GUSTINE.....	23
ODREDIVANJE BROJA MOLEKULA U ELEMENTARNOJ ĆELIJI.....	26
INDICIRANJE VAJSENBERGOVIH SNIMAKA.....	28
ZAKONI POGAŠENJA.....	30
ZAKLJUČAK.....	37
LITERATURA.....	39

