

D-118

PRIRODNOMATEMATIČKI FAKULTET
UNIVERZITET U NOVOM SADU

DUŠAN SEKULIĆ

STUDIJA LINEARNOG KOEFICIJENTA TERMIČKOG
ŠIRENJA U DOMENU NISKIH TEMPERATURA PRI-
MENOM RENDGENOSTRUKTURNE ANALIZE

NOVI SAD

1975

SADRŽAJ

PREDGOVOR	1
TERMIČKO ŠIRENJE ČVRSTOG TELA	2
Teorijski pristup	2
Neki empirijski pokazatelji	5
METODOLOGIJA EKSPERIMENTALNOG ISTRAŽIVANJA I TEHNIKA IZVODJENJA EKSPERIMENTA	7
Eksperimentalna aparatura	8
RAZRADA METODE NA OBRTNOM MONOKRISTALU	12
Napomene o strukturi inja	14
ODREDJIVANJE LINEARNOG KOEFICIJENTA TERMIČKOG ŠIRENJA METALA SA KUBNOM STRUKTUROM	16
Linearni koeficijent termičkog širenja za Al....	16
Linearni koeficijent termičkog širenja za Cu....	22
Linearni koeficijent termičkog širenja za zolovo i molibden	28
Provera važenja Grüneisen-ove relacije	29
TAČNOST I IZVORI GREŠAKA KOD DOBIJENIH REZULTATA	30
O NEKIM KARAKTERISTIČNIM PROBLEMIMA VEZANIM ZA USVOJENU METODOLOGIJU EKSPERIMENTALNOG ISTRA- ŽIVANJA	32
ZAKLJUČNA RAZMATRANJA	34
SPISAK OZNAKA	38
PRILOZI	39
LITERATURA	43

PREDGOVOR

Predmet ovoga rada predstavlja pokušaj eksperimentalnog određivanja linearног koeficijenta termičkog širenja metala kubnih struktura putem korišćenja rendgeno - strukturne analize polikristala u kriogenoj oblasti temperaturne.U toku rada je razradjena metodologija istraživanja prema kojoj je izvršen eksperimentalni deo rada.

Eksperimentalna istraživanja ostvarena su u laboratorijskim za fiziku čvrstog stanja Prirodnomatematičkog fakulteta,odnosno Zavoda za fiziku i matematiku Univerziteta u Novom Sadu u toku jeseni 1975.

Metode razradjene u toku istraživanja prilagodjene su izvedenoj rekonstrukciji postojeće specijalizovane opreme radi ostvarenja mogućnosti rada u kriogenoj oblasti temperaturne.

O tehničkoj izvedbi i metodologiji rada,kao i o iskustvima do kojih se došlo u toku rada,biće govora u posebnim poglavljima.

Koristim priliku da izrazim zahvalnost prof.Dr.Beli Ribaru i prof.Dr.Slobodanu Cariću na korisnim sugestijama i podršci koju su mi pružali u toku rada.Posebnu zahvalnost dugujem asistentu Petrović Dragoslavu i stručnom saradniku Lazar Dušanu koji su sa interesovanjem pratili rezultate rada.Veliku pomoć pri ostvarivanju zamisli eksperimentalnih metoda pružili su mi drugovi Pajvančić Franja i Manojlović Milan.



TERMIČKO ŠIRENJE ČVRSTOG TELA

Teorijski pristup

Makroskopski gledano zapreminske koeficijent termičkog širenja β je definisan kao količnik relativne promene zapreme čvrstog tela pri jediničnoj promeni temperature (uz konstantan pritisak). Analitički izražen on bi glasio:

$$\beta = \frac{1}{V} \frac{\partial V}{\partial T}$$

1

Analogno ovome, linearni koeficijent termičkog širenja predstavlja veličinu koja izražava promenu linearne dimenzije na isti način:

$$\alpha = \frac{1}{L} \frac{\partial L}{\partial T}$$

2

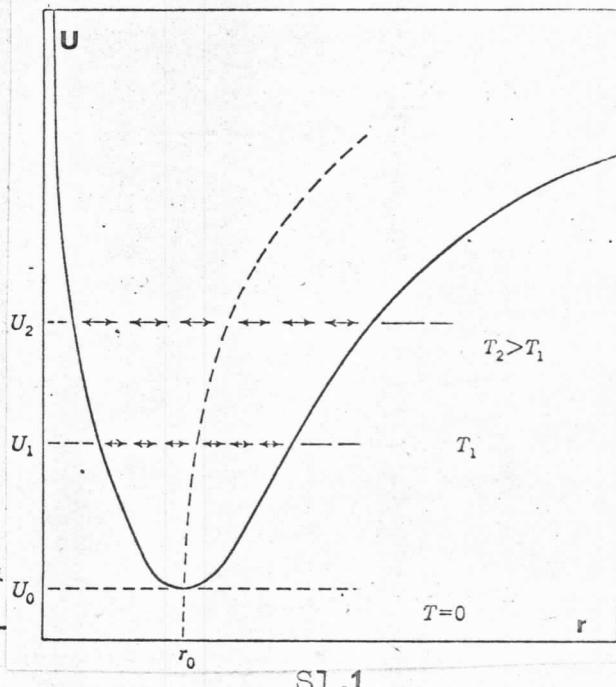
Za izotropne materijale (kubne kristalne strukture, ispitivani uzorci u ovom radu su kubne strukture) važi uz to relacija:

$$\beta = 3\alpha$$

3

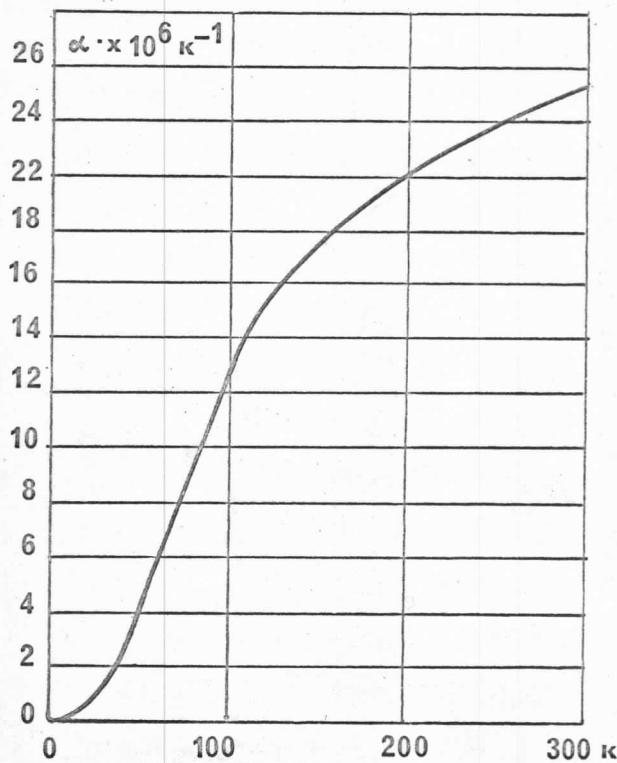
Pojava termičkog širenja uopšte pa samim tim i egzistencija linearne termičke koeficijenta vezana je za strukturu intermolekularnih (interatomskih) sila u kristalnoj materiji. Naime, intermolekularna potencijalna energija (Sl. 1) nije simetrična, tj. pri višim energijama (temperaturama) relativni položaj atoma u odnosu na susede postaje veći i ravnotežna rastojanja se povećavaju.

Egzaktnije rečeno, niz osobina materije u čvrstom stanju može se objasniti na osnovu



teorije vibracija rešetke u kojima razvoj potencijalne energije sadrži samo harmonijske članove (do članova koji su kvadratni po medjuatomskim pomerajima). Takva teorija ne može da objasni fenomen toplotnog širenja.[1] Uvodeći, međutim, anharmonijske članove, nastale interakcije svojim uticajem u potencijalnoj energiji na srednju vrednost razmaka između susednih atoma izazivaju nesimetriju koja se manifestuje u toplotnom širenju.

Dihedral



Sl.2

Pri rastu sa kojim srednje rastojanje atoma raste sa porastom temperature uslovjava da na isti način termički koeficijent linearog širenja raste sa porastom temperature. Na Sl. 2 je pokazana ova zavisnost za jednu leguru aluminijuma.[3]

Fizika čvrstog stanja ukazuje na neposrednu povezanost linearog termičkog koeficijenta širenja sa osnovnom toplotnom osobinom kristalne rešetke čvrstog tela - sa toplotnim kapacitetom. Naime, polazeći od Debye-eve jednačine stanja čvrstog tela u obliku [1] :

$$P = -\left(\frac{\partial E_0}{\partial V}\right) - \left(\frac{E_D}{\Theta}\right)\left(\frac{\partial \Theta}{\partial V}\right)$$

4

može se ustanoviti tražena zavisnost. Sve oznake naznačene su u spisku oznaka. Uvodjenjem Grüneisen-ove konstante:

$$\mathcal{G} = -\left(\frac{V}{\Theta}\right)\left(\frac{\partial \Theta}{\partial V}\right)$$

5

dobijamo:

$$P = -\left(\frac{\partial E_0}{\partial V}\right) + \mathcal{G} \frac{E_D}{V}$$

6

Diferenciranjem ove relacije po temperaturi dobijamo:

$$\left(\frac{\partial P}{\partial T}\right)_V = \mathcal{G} \frac{C_V}{V}$$

7

jer je topotni kapacitet oscilatora: $C_V = \left(\frac{\partial E}{\partial T}\right)_V$

Sa druge strane, po definiciji je:

$$\alpha = \frac{\beta}{3} = \frac{1}{3V} \left(\frac{\partial V}{\partial T}\right)_P = -\frac{1}{3V} \frac{(\partial P/\partial T)_V}{(\partial P/\partial V)_T}$$

8

Ukoliko uzmemo u obzir da je zapreminska modul elastičnosti definisan relacijom: $B = -V \left(\frac{\partial P}{\partial V}\right)_T$

dobijamo: $\alpha = \frac{1}{3B} \left(\frac{\partial P}{\partial T}\right)_V$ pa zajedno sa izrazom 7 je:

$$\alpha = \frac{\mathcal{G} C_V}{3BV}$$

9

odnosno:

$$\alpha = \frac{\mathcal{G} C_V}{3B}$$

10

Tako je dobijena jednostavna relacija koja pomoću Grüneisen-ove konstante \mathcal{G} i zapreinskog modula elastičnosti B povezuje linearni koeficijent termičkog širenja sa specifičnom topotom čvrstog tela na odgovarajućoj temperaturi.

U prvoj aproksimaciji Grüneisen-ova konstanta ne zavisi od temperature te se linearni koeficijent termičkog širenja za čvrsta tela menja na isti način sa temperaturom kao i specifična toplota.

Predhodne tvrdnje mogu se proveriti eksperimentalno pa će jedan od zadataka ovog rada biti i provera važenja relacije 10 pomoću eksperimentalno dobijenih vrednosti za α .

Neki empirijski pokazatelji

U literaturi postoji veliki broj podataka o eksperimentalnim istraživanjima linearnog koeficijenta termičkog širenja. Može se definisati empirijska relacija:[2]

$$\frac{L_{293} - L_T}{L_{293}} = a + \frac{T^4}{b + cT^2 + dT^3} \quad 11$$

koja važi za veliki broj različitih materijala. Izraz zadovoljava termodinamičko ograničenje vezano za činjenicu da prvi i drugi izvod funkcije $\Delta L/L$ teže nuli kada T teži nuli (videti Sl. 2). Konstanta a fizički označava ukupnu promenu dimenzije od 293 K do 0 K.

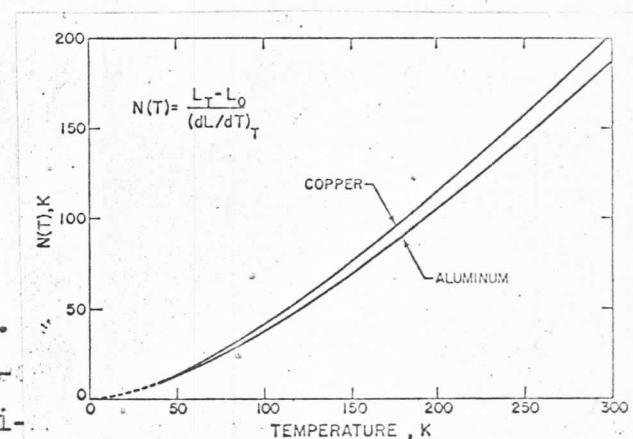
Sa druge strane uočeno je da za niz različitih materija funkacija:[2]

$$N(T) = \frac{L_T - L_0}{\left(\frac{dL}{dT}\right)_T} \quad 12$$

približno ostaje konstantna.

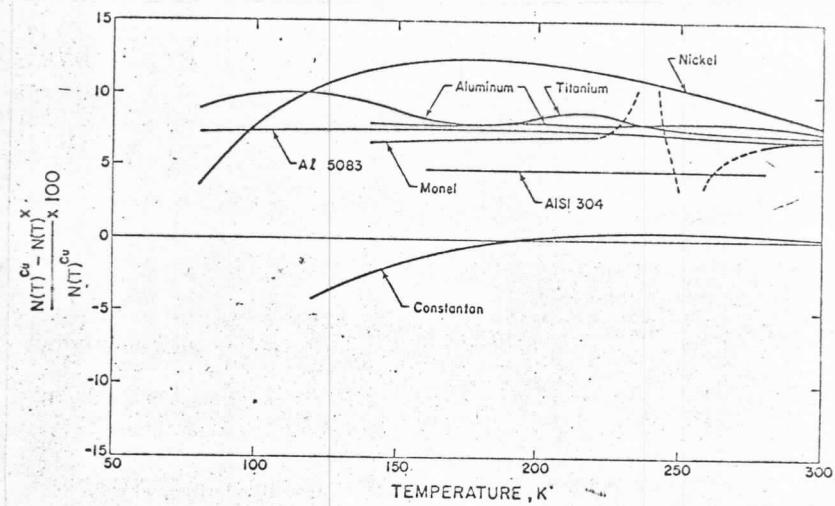
Na Sl. 3 je prikazana temperaturna zavisnost ove funkcije za aluminijum i bakar.

Ustanovljeno je da je za veliki broj materija na temperaturi $T = 293$ K: $N_{293} = 185,5$ K sa standardnom devijacijom od 15,6 K.



Sl.3,[2]

Na Sl. 4 su prikazane vrednosti $N(T)$ za neke metale i legure u odnosu na $N(T)^{Cu}$. Uočljivo je da odstupanja leže u okviru definisane standardne devijacije.



Sl.4, [2]

METODOLOGIJA EKSPERIMENTALNOG ISTRAŽIVANJA I TEHNIKA
IZVODJENJA EKSPERIMENTA

Činjenica da poreklo toplotnog širenja možemo razjasniti uticajem anharmoničkih članova u potencijalnoj energiji na srednju vrednost razmaka izmedju dva atoma pri temperaturi T [1], ukazuje na mogućnost da makroskopski uočenu veličinu linearног koeficijenta toplotnog širenja neposredno merimo preko određivanja medjuatomskih rastojanja u kristalnoj rešetci (za odgovarajući dijapazon temperature). Pri ovome treba imati u vidu da sa sniženjem temperature toplotne vibracije u kristalima, kao rezultat toplotno pobudjenih kvanata energije elastičnih talasa, (fonona) postaju manje.

Pomoću rendgenostrukturne analize relativno se lako može doći do podataka o relevantnim parametrima rešetke kristala, koji podvrgavamo analizi. Ukoliko se simultano sprovedu istraživanja na više različitih temperatura moguće je direktno definisati termičko širenje uzorka. Analiza difrakcione slike raspršenog X-zraka na čvorovima kristalne rešetke omogućuje određivanje medjuravanskog rastojanja a nakon toga, definisanjem Miller-ovih indeksa pojedinih ravnih i određivanje parametra rešetke.

Termičke dilatacije parametra rešetke biće osnov za definisanje linearног termičkog koeficijenta širenja uzorka:

$$\alpha = \frac{\Delta a}{a} \frac{1}{\Delta T}$$

13

Pri ovome treba imati u vidu da kod kubnih kristalnih struktura metala (kakve će biti u ovom radu predmet istraživanja), linearni termički koeficijent širenja ne zavisi od smera u rešetci, što nije slučaj sa metalima sa nižom simetrijom.

Osnovna ideja sastoji se u tome da se izvrši snimanje uzorka kristalnog materijala (mono kristala ili polikristala) metodom obrtnog monokristala ili metodom Debye-Scherrer-a, na dve ili više različitih temperatura. Nakon određivanja

parametra rešetke po predhodno spomenutom postupku, korišćenjem relacije (13) može se definisati traženi linearni koeficijent termičkog širenja.

Razradjena metodologija omogućavala je snimanja u dijapazonu temperatura 300 ± 90 K, dakle u oblasti niskih i kriogenih temperatura.

Eksperimentalna aparatura

Osnovni problem koji nastaje pri usvojenoj metodi nisko-temperaturnog rendgenostruktturnog snimanja sastoji se u tehnici hladjenja uzorka koji je podvrgnut analizi. Prilagodjavanjem postojećeg rendgena za kristalografska istraživanja firme PHILIPS omogućeno je snimanje simultano na sobnim temperaturama i u kriogenoj oblasti korišćenjem tečnog azota kao rashladnog medija.

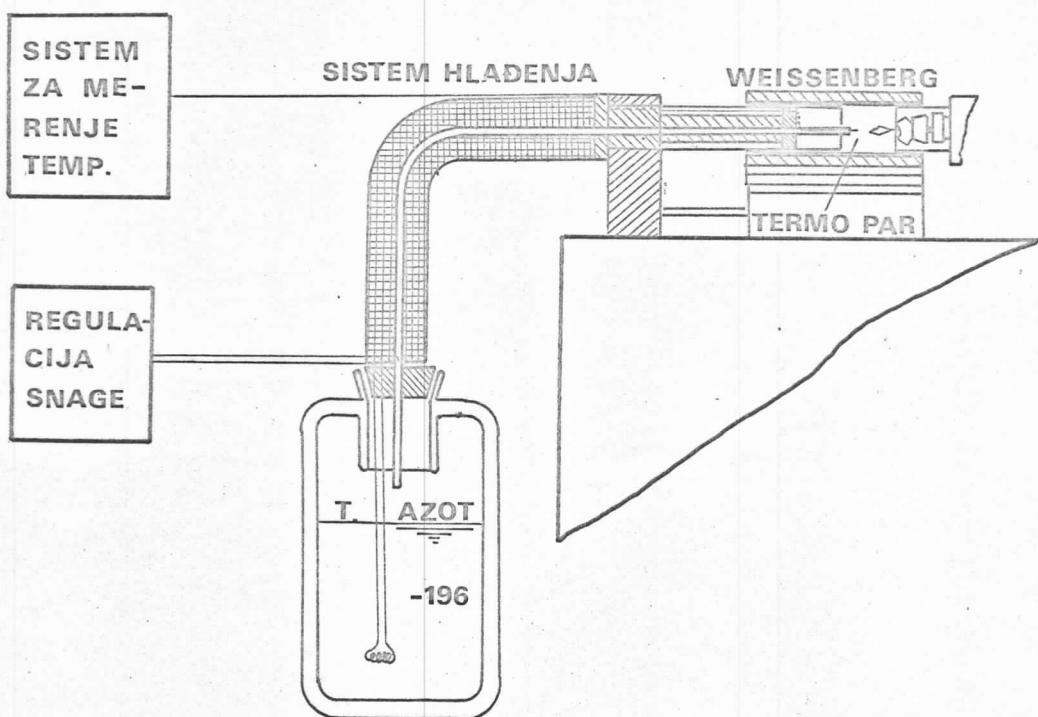
Zbog zahteva usvojene rekonstrukcije pokazalo se da je Weissenberg-ova kamera najpogodnija za prilagodjavanje.

Sistem za hladjenje se sastojao od vakuumskog kontejnera za tečan azot (Union Carbid, lol), grejača potopljenog u tečni azot sa mogućnošću kontinualne promene opterećenja, sistema za merenje i kontrolu temperaturne sa termoparima i pisačem i posebnog dovodnog cevnog sistema sa specijalno prilagođenim konstruktivnim elementom ugradjenim u oslonac Weissenberg-ove kamere. Ovakvo rešenje je omogućilo dovod hladnih azotnih para neposredno na uzorak sa udaljenja od 5 mm.

Shematski izgled aparature prikazan je na Sl. 5 a na Sl. 6 dat je izgled laboratorijskog postrojenja.

Pomoću termo-para Chromel-Alumel (Typ 2AB Ac 05, Thermocoax) sa košuljicom od nerdjajućeg čelika, koji se nalazio na udaljenju od 2,5 mm od uzorka u struji gasovitog azota, kontrolisana je kontinuirano u toku snimanja momentalna temperatura u neposrednoj blizini uzorka. Zbog mikroskopskih dimenzija uzorka i održavanja stacionarnog stanja temperatura gasovite struje azota praktično je jednaka temperaturi uzorka. Sva merenja su vršena u opsegu od 90 ± 300 min i to

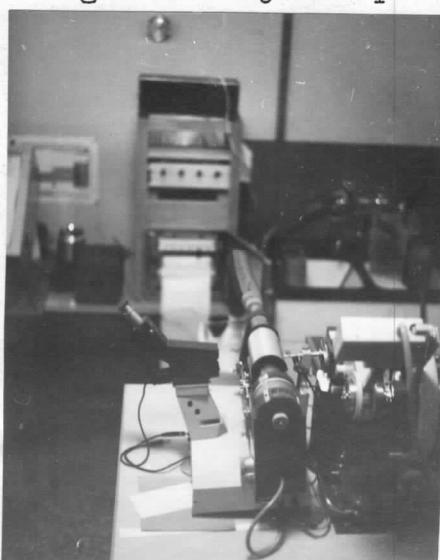
tek nakon stabilisanja temperature azotnog toka.



Sl.5

Za registrovanje temperatura korišćen je jednokanalni

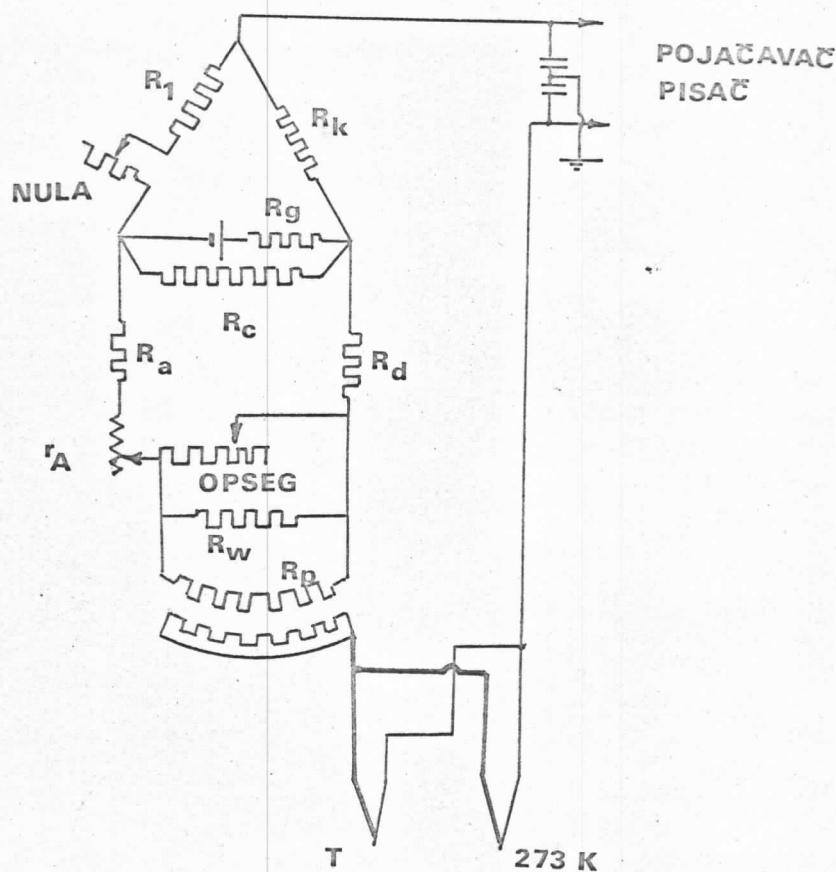
pisač sa papirnom trakom
(PS 1-ol). Očitavanje temperatu-
ra sa registracione trake
vršeno je uz pomoć originalnog
sertifikata proizvodjača termo-
para a neposredno baždarenje
merne skale i trake pisača
vršeno je na tri referentne
temperature: sobnoj temperaturi,
temperaturi topljenja leda i
temperaturi ključanja azota na
atmosferskom pritisku.



Sl.6

"Topla" strana termo-parnog spoja bila je pomoću identičnog Chromel-Alumel termo para držana na temperaturi od 273 K.

Shema električnog spoja termo para data je na Sl.7



Sl.7

Prilikom projektovanja rashladnog sistema posebna pažnja je posvećena dobrom izolovanju dovodne cevi gasovitog azota (videti Sl. 5). Štetni toploplotni tokovi smanjeni su korišćenjem visokoefektivne ARMAFLEX izolacije čime je ostvarena racionalna potrošnja azota i lakše dostizanje niskih temperatura ispod granice kriogene oblasti.

Na osnovu kompletног hidrodinamičког proračuna, koji ovde zbog ograničenog prostora neće biti izložen, definisan je maseni protok gasovitog azota za zadatu izlaznu temperaturu i brzinu hladnih azotnih para (koja je limitirana opasnošću mehaničkog pomeranja uzorka izloženog momentu količine kretanja izlaznog gasovitog toka). Na osnovu ovih predhodnih proračuna i proračuna bilansa toplotnih tokova u sistemu

rezervoar + grejač, uzimanjem u obzir količina toplota potrebnih za prevodjenje u gasovito stanje željenog masenog protoka i posebno količinu toplote potrebnu za isparavanje mase gasa za popunjavanje prostora u rezervoaru (računato je sa promenljivim nivoom azota u rezervoaru u funkciji vremena) definisana je snaga grejača. Promenom snage u dijapazonu od $0 \div 4$ W za izlaznu brzinu azota od $0,5$ m/sec ostvaruje se teorijski promena izlazne temperature od temperaturе zasićenja na atmosferskom pritisku na više. Moguć je garantovani kontinuirani rad od 10 časova sa radnom temperaturom od 140 K.

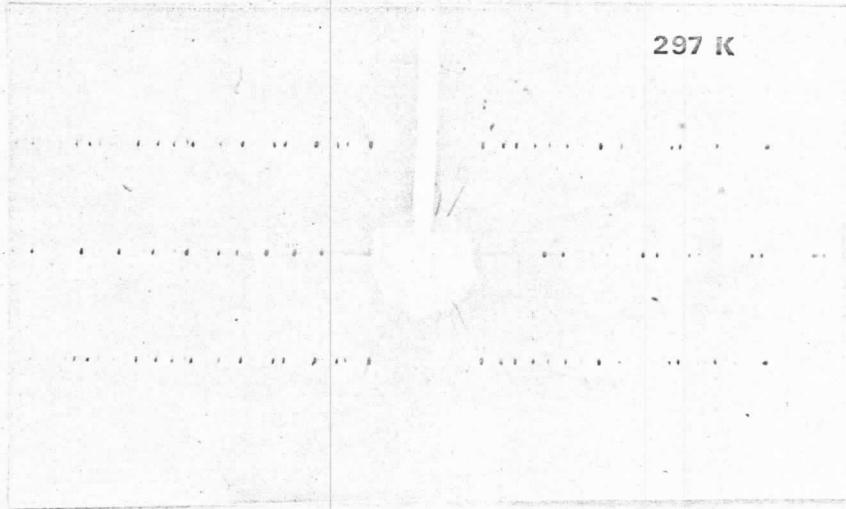
Predloženo konstruktivno rešenje zahtevalo je izradu posebnog antikolimatora.

RAZRADA METODE NA OBRTNOM MONOKRISTALU

Prije nego što se pristupilo izvodjenju eksperimentalnog istraživanja linearnog koeficijenta termičkog širenja za Al,Cu,Pb i Mo ,izvršen je niz eksperimenata u cilju fomenološke razrade eksperimentalne metode.Kao uzorak je korišćen monokristal 5,7 dibromo-8-hidroksilhinolin ($C_9H_8NOBr_4$).Izvršena su snimanja ovog kristala na temperaturama ≈ 240 K,190 K,150 K i 100 K.Korišćen je kobaltni target sa gvozdenim filtrom.Ekspozicija filma je iznosila 90 min.

Na Sl. 8 ,Sl.9 i Sl.10 prikazani su reprodukovani rendgenski

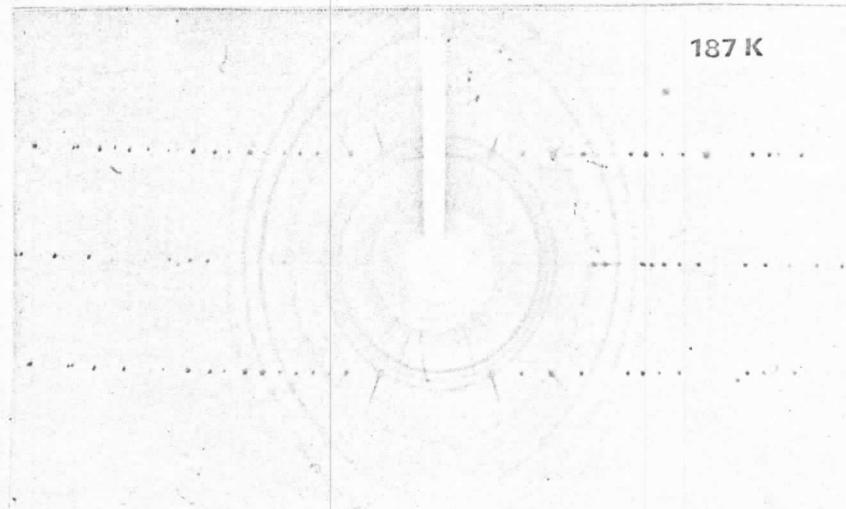
297 K



Sl.8

filmovi snimljeni na temperaturama ≈ 300 K,190 K i 150 K.

187 K



Sl.9

Na prvom snimku se lepo vide nulta i prve slojne linije
(snimak je dobijen u fazi centriranja uzorka x metodom)

151 K



Sl.10

Drugi i treći snimak su znatno interesantniji. Ovde su pre svega lako uočljivi registrovani difrakcioni prstenovi nastali prelamanjem X zraka na polikristalnom prahu inja, koje se stvorilo na uzorku. U našem slučaju ovaj štetan efekt se nužno pojavio zbog ne savršenosti primenjene aparature. Ipak, analiza ovog fenomena omogućila je da se pri kasnijim snimanjima on svede na minimum pomoću kontrolisanog "obaranja" temperature snopa hladnih azotnih para. O ovome će biti više reči u posebnom poglavljju.

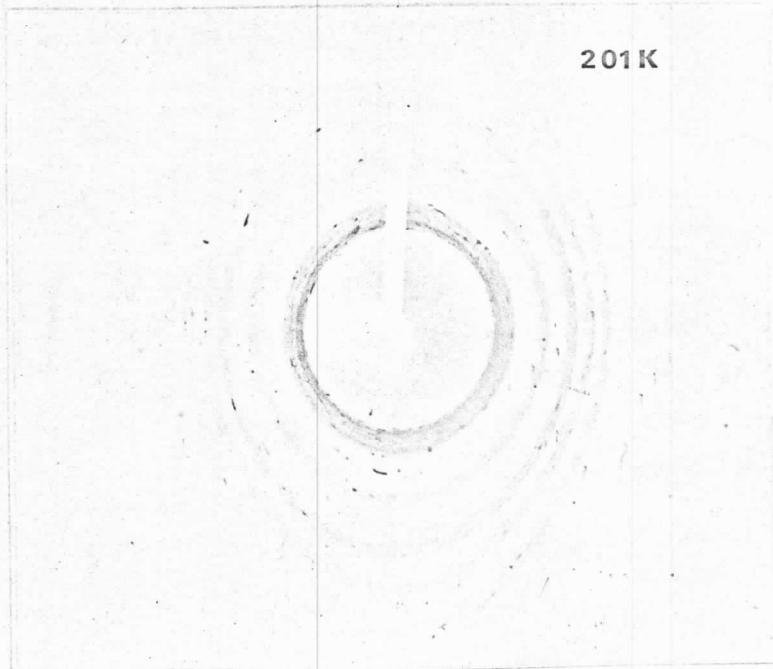
U svakom slučaju dobijeni snimci omogućuju i analizu strukture inja, kristala leda, na niskim i veoma niskim temperaturama.

Treba istaći da se preciznim merenjem lako može proveriti činjenica da je sa snižavanjem radne temperature snimanja rastojanje izmedju slojnih linija obrnuto proporcionalno ovom snižavanju, tj. da dolazi do termičkog skupljanja kristala.

Napomene o strukturi inja

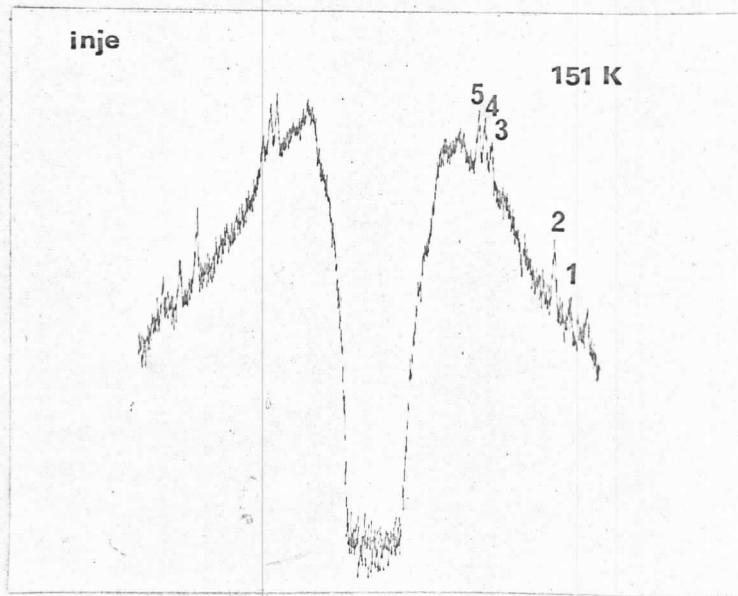
Na Sl.11 prikazan je prvi dobijeni snimak primenom hladjenja. Upotrebljen je ne orijentisani monokristal $C_9H_8NOBr_4$ na kome se prilikom hladjenja stvaralo inje koje je dalo na

201 K



Sl.11

snimku karakteristične difrakcione prstene. Usavršavanje tehnike snimanja omogućilo je da se dobiju znatno kvalitetniji snimci (Sl. 9 i Sl.10). Jasna kristalna struktura polikristalnog leda u obliku inja klasičnim postupkom obrade snimka Debye-Scherrer-a može se analizirati. Na Sl.12 je



Sl.12

prikazan dijagram dobijen fotometriranjem snimka ledenih kristala na temperaturi ≈ 150 K.

Proračun parametra rešetke za inje rezimiran je u tablici T 1.(odgovara snimku na temperaturi ≈ 190 K).

refleksi	1	2	3	4	5	T 1
1	51,4709	47,1605	30,3751	28,4766	26,8129	
l_k	51,4838	47,1723	30,3827	28,4838	26,8297	
\bullet	25,7419	23,5862	15,1914	14,2419	13,4099	
d	2,0618	2,2380	3,4174	3,6400	3,8610	
$d_t [5]$	2,065	2,26	3,44	3,67	3,92	
h k l	103	110	101	002	100	

$$a = 4,51 \text{ \AA} , c = 7,35 \text{ \AA}$$

Kao što se i predpostavljalio inje ima heksagonalnu strukturu. Proračun indeksa pojedinih refleksa vršen je metodom sukcesivnog približavanja tačnoj vrednosti korišćenjem relacije:

$$d_{hkl} = \frac{1}{\sqrt{\frac{4}{3} \frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}}} \quad 14$$

koja važi za heksagonalnu strukturu. Vrednosti za a i c su predhodno predpostavljene.

Potpuno analognu analizu za druge temperature moguće je na isti način izvesti pa osim strukture odrediti i linearni koeficijent termičkog širenja.

Na osnovu ovde izvedenih zaključaka i relativno dobrog slaganja dobijenih rezultata sa podacima iz literature [5] , sledi da je analizirano inje prva modifikacija leda koji egzistira na pritiscima od 10^3 bar na niže i ispod 273 K. Analiza je pokazala da je led kristalisao u obliku heksagonalne strukture .

Inje dobijeno na nižim temperaturama ima takođe heksagonalnu strukturu (radi se o ledu prve modifikacije) ali sa nešto manjim parametrima (prema [5] za 90 K ja $a=4,47 \text{ \AA}$ i $c=7,29 \text{ \AA}$, $c/a = 1,63$).



ODREDJIVANJE LINEARNOG KOEFICIJENTA TERMIČKOG ŠIRENJA METALA SA KUBNOM STRUKTUROM

Osnovni predmet izučavanja u radu je bilo odredjivanje koeficijenta linearног topotnog širenja za tri kubne površinski centrirane strukture:Al,Cu i Pb i jednu zaprinski centriranu kubnu strukturu:Mo.U toku rada su korišćeni i uzorci heksagonalnog Bi,kao i kubne dijamantske strukture Ge,no zbog znatno dužeg vremena potrebnog za ekspoziciju (>300 min) i teškoća koje su se tadajavljale u vezi kvaliteta snimka (pri hladjenju),pristupilo se kvantitativnoj analizi samo prva četiri uzorka.

Proračun linearног koeficijenta termičkog širenja za Cu, Pb i Mo uočljivih tekstura i za Al prah,vršen je pomoću relacije (13) pri čemu je za svaki snimak i svaku liniju vršen proračun medju ravanskog rastojanja.

Za kvantitativne analize korišćeni su optički komparator ("OMO",IZA-2),fotometar sa registracijom na foto emulziji (Mikrofotometar "OMO" MF-4) i fotometar sa registracijom preko jednokanalnog pisača ("CARL ZEISS",JENA)

Linearni koeficijent termičkog širenja aluminijuma

Kao uzorak je korišćen prah aluminijuma smešten u Lindemanovu kapilaru.Ovako pripremljen uzorak pokazao se kao veoma pogodan za niskotemperaturska snimanja.Stakleni zidovi kapilarne cevčice veoma uspešno sprečavaju infiltriranje vlage u uzorak putem difuzije vodene pare iz vazduha.

Neusaglašenost termičkog skupljanja zidova kapilare i uzorka nije takva da bi izazvala oštećenje uzorka.Uzorak je takođe zaštićen od erozije mehaničkog karaktera u struji gasovitog azota.

Uobičajenim postupkom centriranja Lindemanova kapilara je postavljena u snop x zraka,pomoću goniometarske glave.

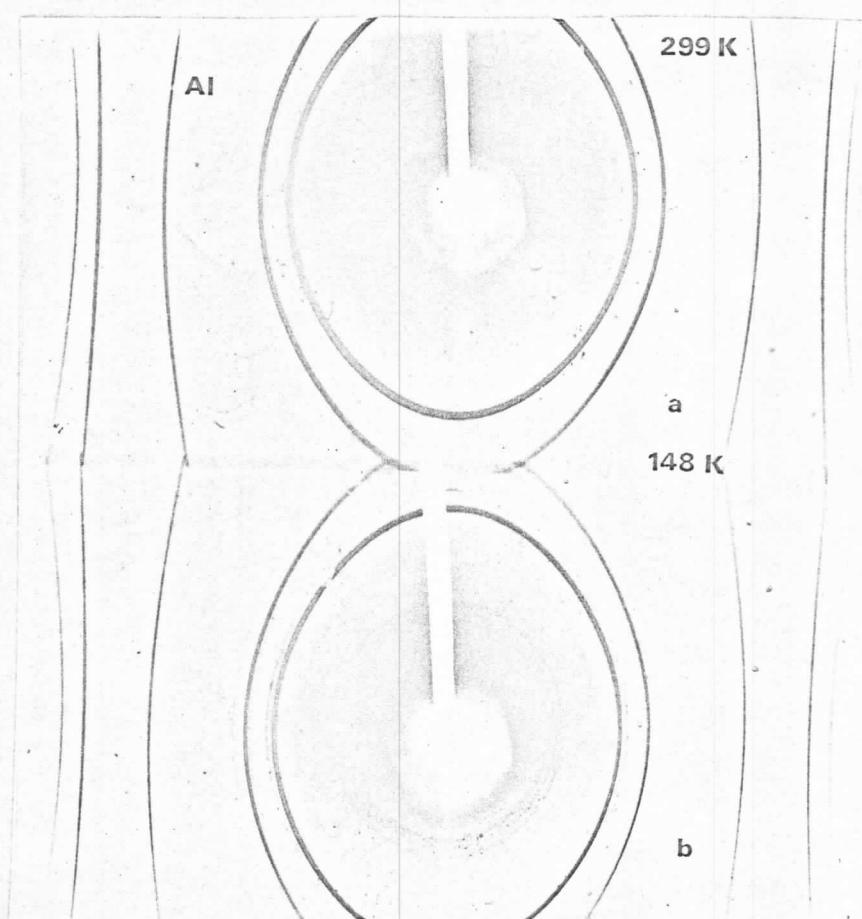
Nakon postavljanja specijalnog antikolimitora,koji ne ometa dovod rashladnog medijuma,kao i Weissenberg-ove kamere,vrši se ekspozicija polovine filma na sobnoj temperaturi,bez uključivanja rashladnog sistema.Nakon toga,maskira se

eksponirana polovina filma i uključuje sistem za hladjenje i registraciju temperature. Nakon uspostavljanja stacionarnog stanja (oko 15 min) dolazi do stabilizacije temperature. Sistem je podešen tako da se postizala izuzetna stabilnost temperature kristala (Sl.14).

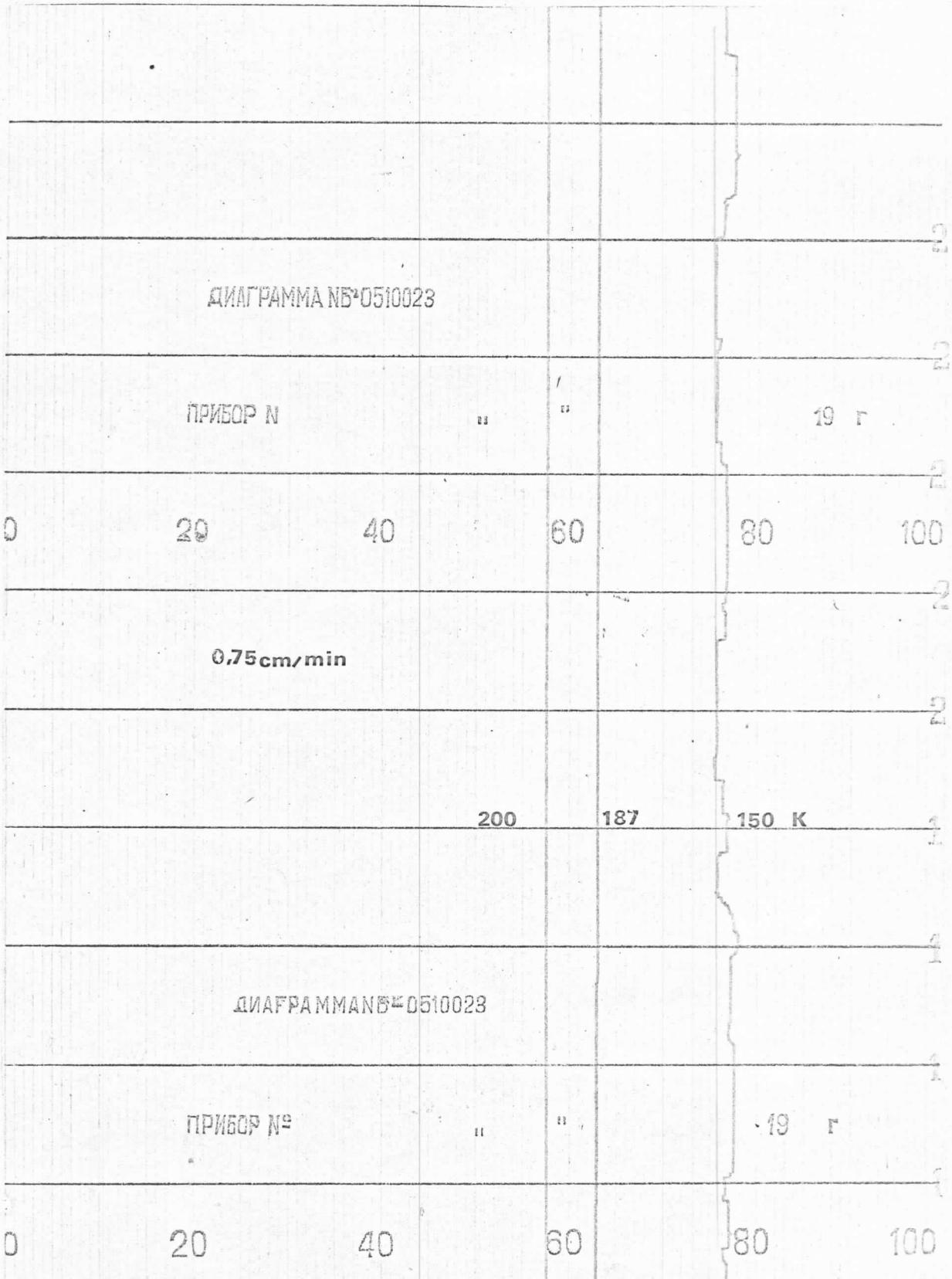
Termo-par se nalazio na 2,5 mm od uzorka, van snopa X zraka. Korišćen je kobaltni target. Eksponiranje filma je vršeno 120 min.

Analogan postupak predhodnom korišćen je i za ostale uzorke. Nakon razvijanja filma dobijene su difrakcione slike istog uzorka na dve različite temperature, koje su se mogle podvрci kvantitativnoj analizi.

Na Sl.13 prikazana je reprodukcija kontakt-kopije rendgenskog filma dobijene za uzorak aluminijuma bez hladjenja(a) i sa hladjenjem(b).

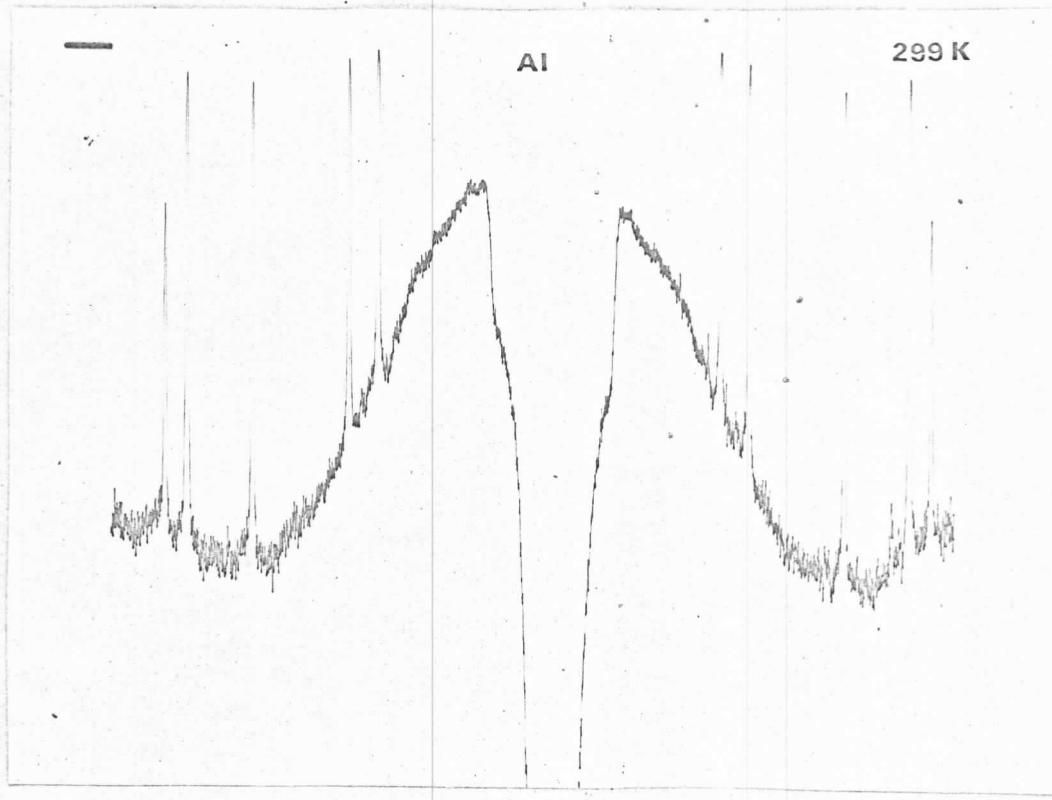


Sl.13



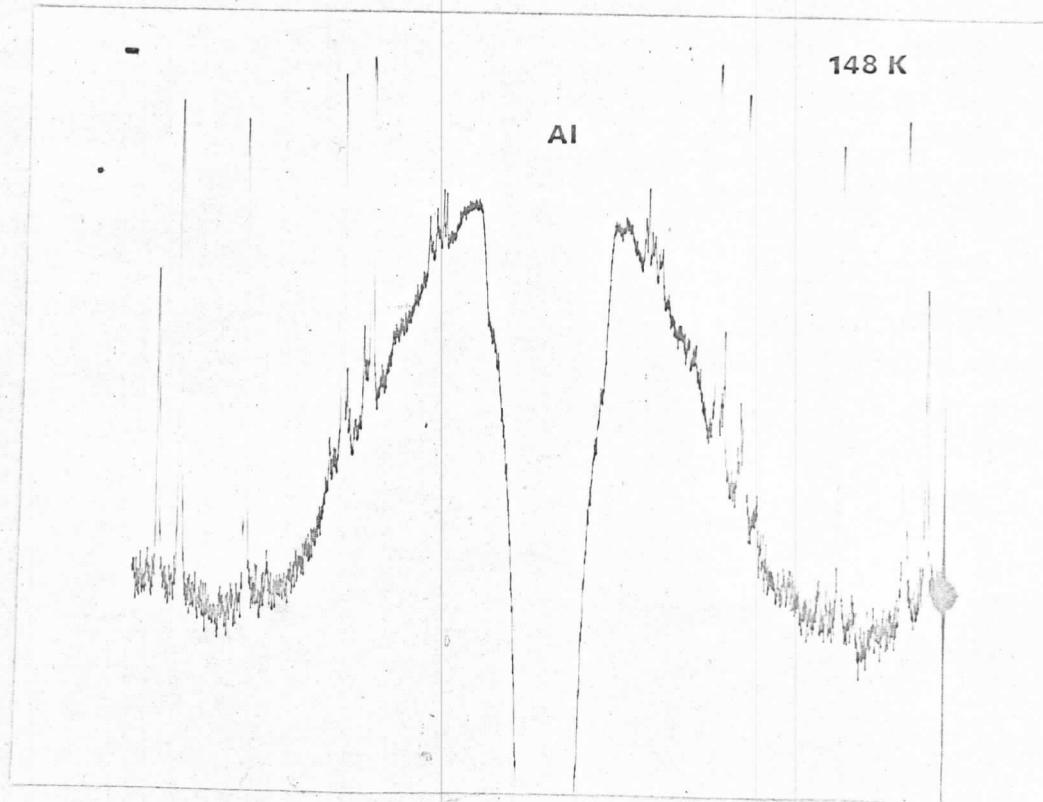
S1.14

Svaki dobijeni snimak je fotometriran. Na Sl. 15 i Sl. 16 prikazani su fotometrirani intenziteti difrakcionih tra-



Sl. 15

gova za Al na temperaturi ≈ 300 K i na temperaturi ≈ 150 K.



Sl. 16

Na dijagramu sa poslednje slike, kao i neposredno na Sl.13 b lako je uočiti difrakcione prstenove nastale od inja, što međutim ne otežava analizu uzorka.

Problem određivanja korekcionih faktora za Kvantitativne analize snimka je suštinskog značaja. Naime proračuni koji su vršeni bez korekcije koja bi uzela u obzir dilatacije filma u toku ekspozicije i kasnije pri obradi, doveli su do znatno većih vrednosti linearnih koeficijenata topotognog širenja, mada je red veličine bio isti. Ovo je logično jer pri snimanju na "hladno" dolazi do izraženijeg skupljanja filma nego što je to slučaj sa snimanjem na sobnim temperaturama.

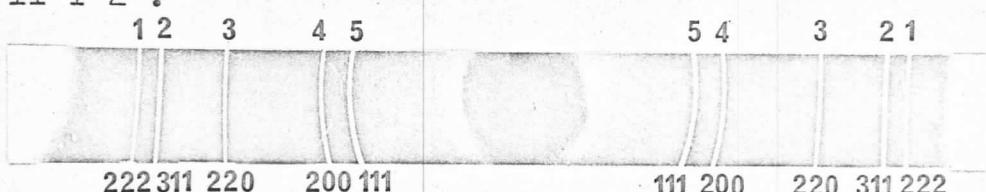
Pokušaji određivanja korekcionog faktora putem ekspozicije filma na odgovarajućim temperaturama, ispod specijalno kalibriseane maske, nisu doveli do uspešnog rezultata zbog dilatacija maske. Zbog toga je korekcija računata korišćenjem etalonskih uzoraka Al i Cu za koje se unapred znala vrednost linearног koeficijenta termičkog širenja. Tako su dobijeni korekcioni koeficijenti za sve uzorke (Pb, Mo, Al i Cu). Korišćen je identičan rendgenski film (SANIX S 210-420).

Korekcionni faktori su :

za "topao" snimak $k=1,000251061$

za "hladan" snimak $k'=1,000109184$

Proračun relevantnih parametara rešetke je rezimiran u tabeli T 2 .



Sl.17

Snimanje je, kako je napomenuto, vršeno sa kobaltnim targetom i Fe filtrom $\lambda = 1,791 \text{ \AA}$ na temperaturi $\approx 300 \text{ K}$.

Na osnovu podataka koji su dobijeni proračunom i prezentirani u tabeli T 2 sračunata je srednja vrednost parametra rešetke (kubna površinski centrirana rešetka).

refleksi	1	2	3	4	5
l	100,2465	94,6410	77,5906	52,6333	45,0687
l_k	100,2716	94,6647	77,6100	52,6465	45,0801
Θ	50,1358	47,332	38,805	26,323	22,540
d	1,1667	1,2179	1,4290	2,0195	2,3361
d_t	1,168	1,219	1,430	2,02	2,33
hkl	222	311	220	200	111
N	12	11	8	4	3
a	4,0416	4,0393	4,0418	4,0390	4,0462

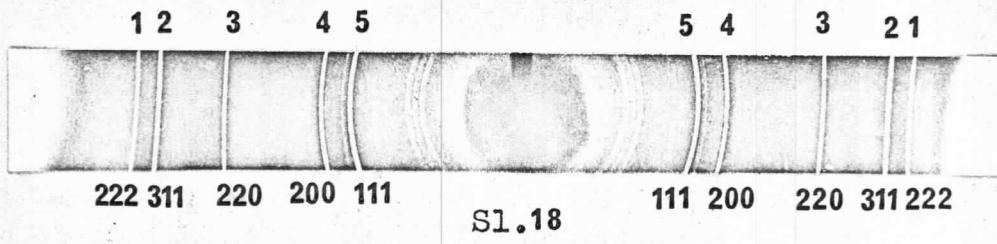
Srednja vrednost parametra rešetke je:

$$a_{sr} = 4,04159 \text{ \AA}$$

a tablična [8]

$$a_t = 4,0496 \text{ \AA}$$

Analogan postupak izvršen je i za hladjeni uzorak (T 3)



refleksi	1	2	3	4	5
l	100,6256	94,90035	77,9355	52,8542	45,4048
l_k	100,6366	94,9107	77,9401	52,8599	45,4098
Θ	50,3183	47,4554	38,9720	26,4299	22,7049
d	1,1636	1,2155	1,4238	2,0119	2,3200
hkl	222	311	220	200	111
N	12	11	8	4	3
a	4,0308	4,0314	4,0271	4,0238	4,0184

Snimanje je vršeno na temperaturi ≈ 150 K. Srednja vrednost parametra rešetke je:

$$a'_{sr} = 4,02629 \text{ \AA}$$

Sada se koeficijent linearног termičkog širenja lako nalaže:

$$\alpha = \frac{\Delta a}{a} \frac{1}{\Delta T} = \frac{4,04159 - 4,02629}{4,04159} \frac{1}{151} = 25,07 \cdot 10^{-6} \text{ grd}^{-1}$$

prema [6] i [7] je:

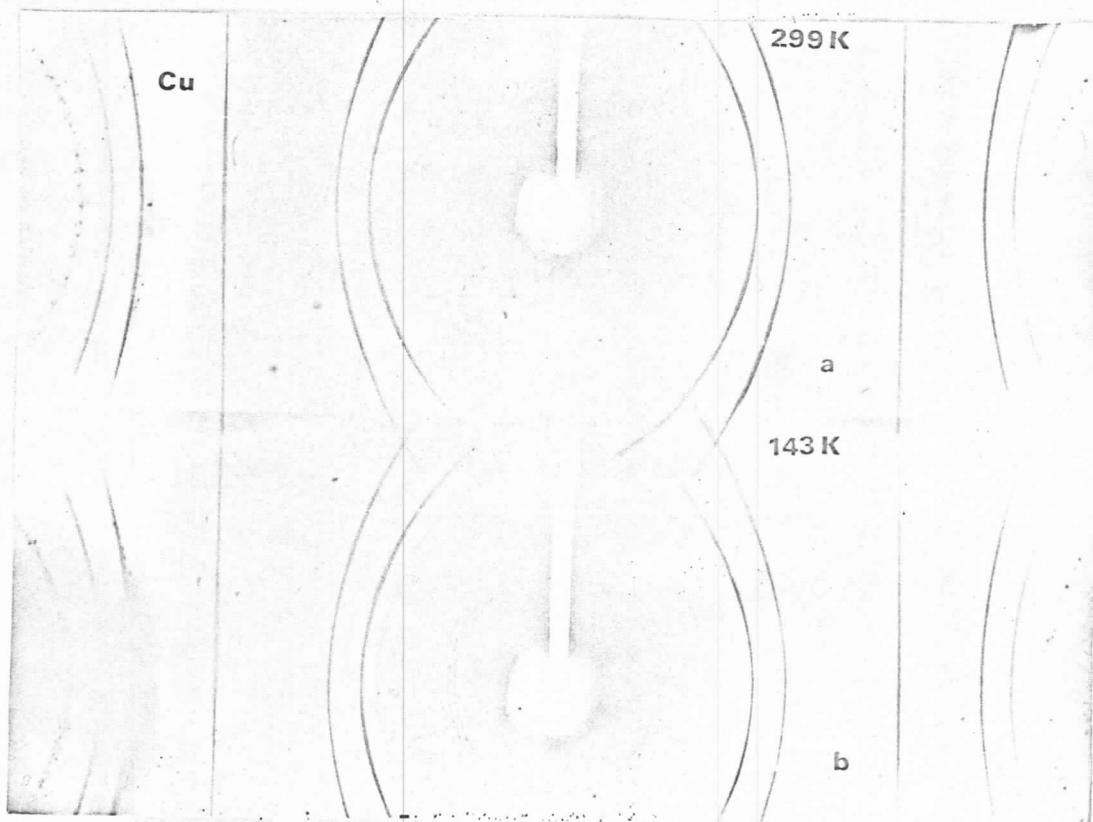
$$\alpha = 18,35 \cdot 10^{-6} \text{ grd}^{-1},$$

za dijapazon temperatura 80 K do 290 K.

Kako se vidi dobijena je veća vrednost što se može tumačiti nastalom greškom u toku snimanja. O uzrocima grešaka i tačnosti biće govora u posebnom poglavljju.

Linearni koeficijent termičkog širenja bakra

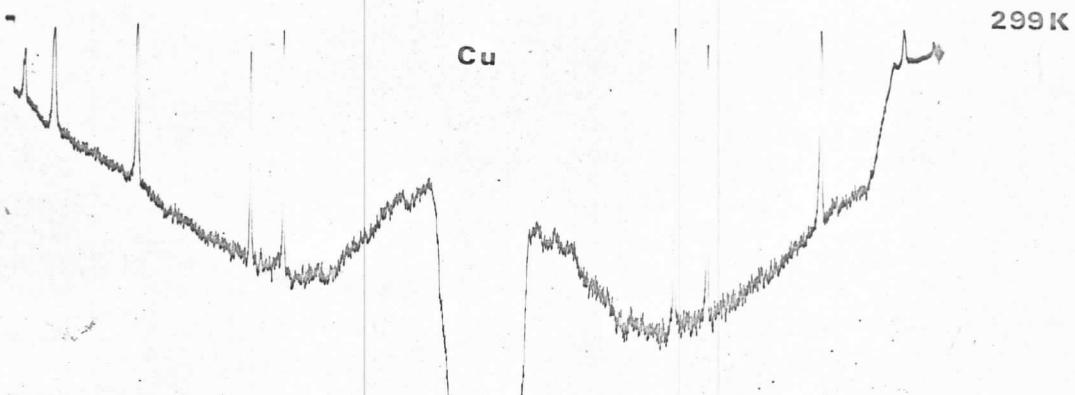
Primenjujući postupak identičan opisanome kod predhodnog uzorka za aluminijum, snimljen je difrakcioni snimak po Debye-Scherrer metodi za bakar. Kao uzorak korišćena je Cu žica (na snimku uzorka uočljiva je tekstura). Na Sl. 19 je



Sl. 19

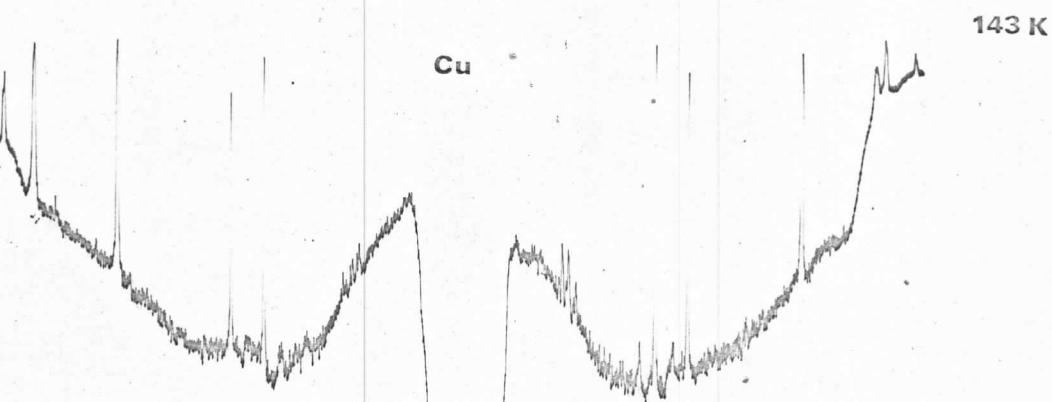
je data reprodukcija snimaka na temperaturama ≈ 300 K (a) i ≈ 150 K (b). Target je i ovoga puta bio od Co a ekspozicija je iznosila 2 časa.

Na Sl. 20 i Sl. 21 su prikazani dijagrami fotometriranog



Sl. 20

intenziteta difrakcionih linijsa sa predhodne fotografije.

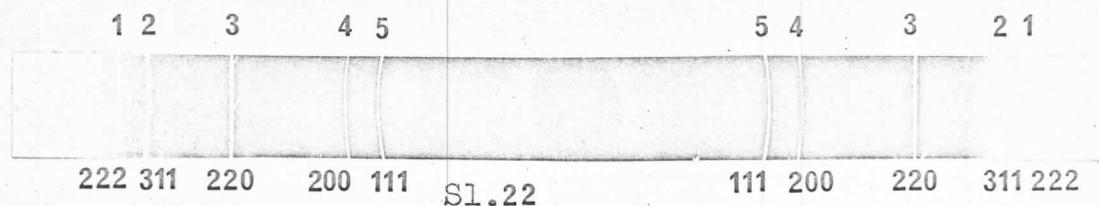


Sl. 21

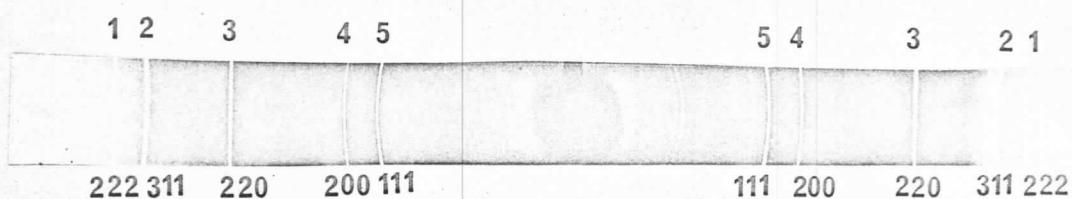
I ovoga puta se veoma dobro mogu uočiti pikovi koji odgovaraju difrakciji na polikristalnom inju koje je nastalo u procesu hladjenja uzorka.

Proračun potrebnih veličina za određivanje linearne koeficijenta termičkog širenja i ovoga puta je rezimiran u tabelama. U tabeli T 4 se nalaze podaci za ne hladjeni uzorak a u tabeli T 5 za hladjeni uzorak.

Na osnovu ovih proračuna vrlo je jednostavno definisati i traženi koeficijent.



refleksi	1	2	3	4	5
l	118,1377	110,4972	88,9741	59,4727	50,9239
l_k	118,1674	110,5249	88,9964	59,4876	50,9366
Θ	59,0837	55,2625	44,4982	29,7438	25,4683
d	1,0438	1,0897	1,2777	1,8050	2,0825
d_t [8]	1,043	1,089	1,277	1,81	2,08
hkl	222	311	220	200	111
N	12	11	8	4	3
a	3,6158	3,6141	3,6139	3,6100	3,6070



refleksi	1	2	3	4	5
l	118,5492	110,9682	89,3541	59,5995	51,0989
l_k	118,5621	110,9803	89,3639	59,6060	51,1045
Θ	59,2811	55,4902	44,6819	29,8030	25,5522
d	1,0417	1,0867	1,2735	1,8017	2,0761
hkl	222	311	220	200	111
N	12	11	8	4	3
a	3,6086	3,6042	3,6030	3,6034	3,5959

Srednje vrednosti parametara rešetke u oba slučaja je:

$$a_{sr} = 3,6122 \text{ \AA} \quad a_t = 3,6150 \text{ \AA} [8]$$

$$a'_{sr} = 3,6028 \text{ \AA}$$

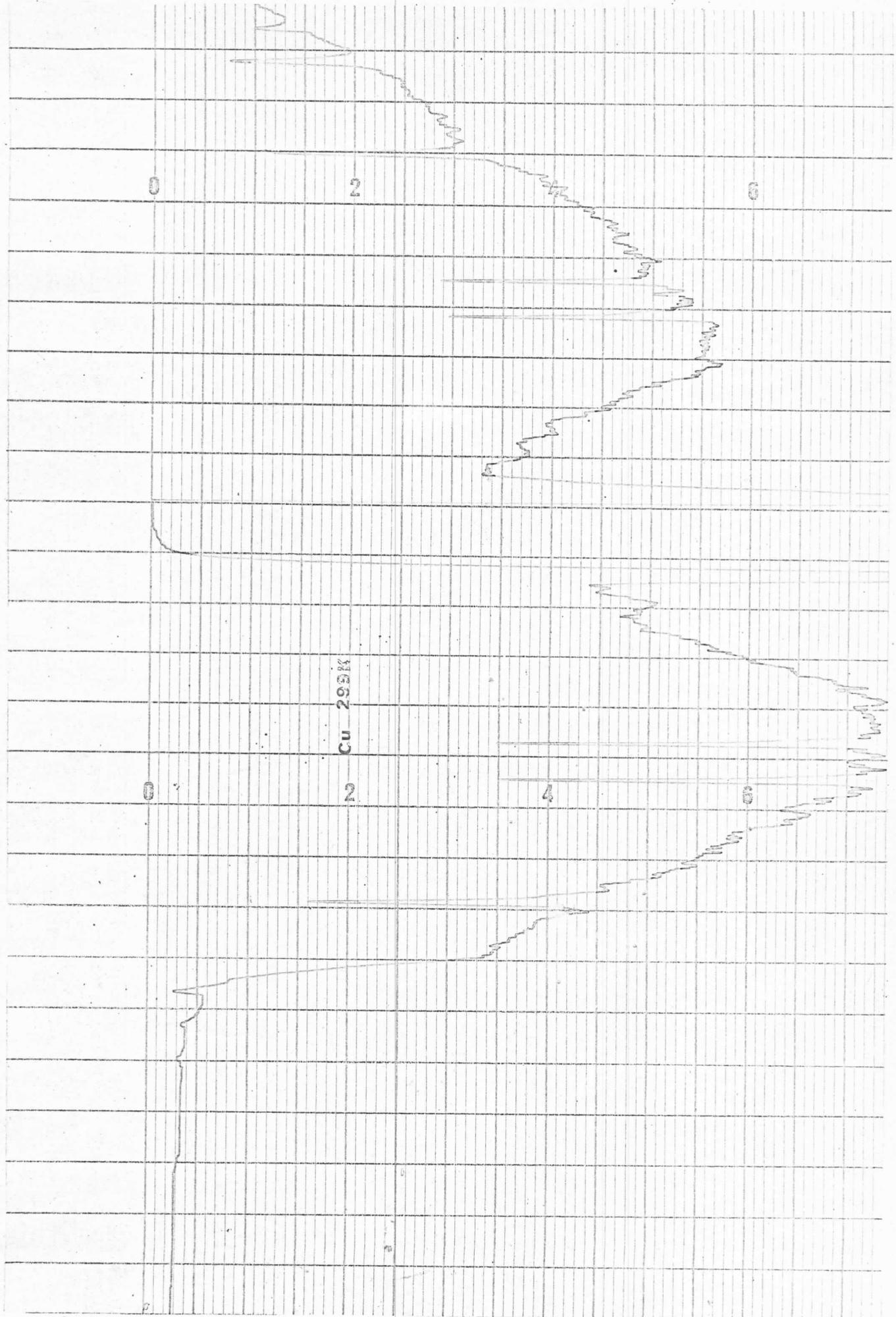
Linearni koeficijent termičkog širenja za bakar je:

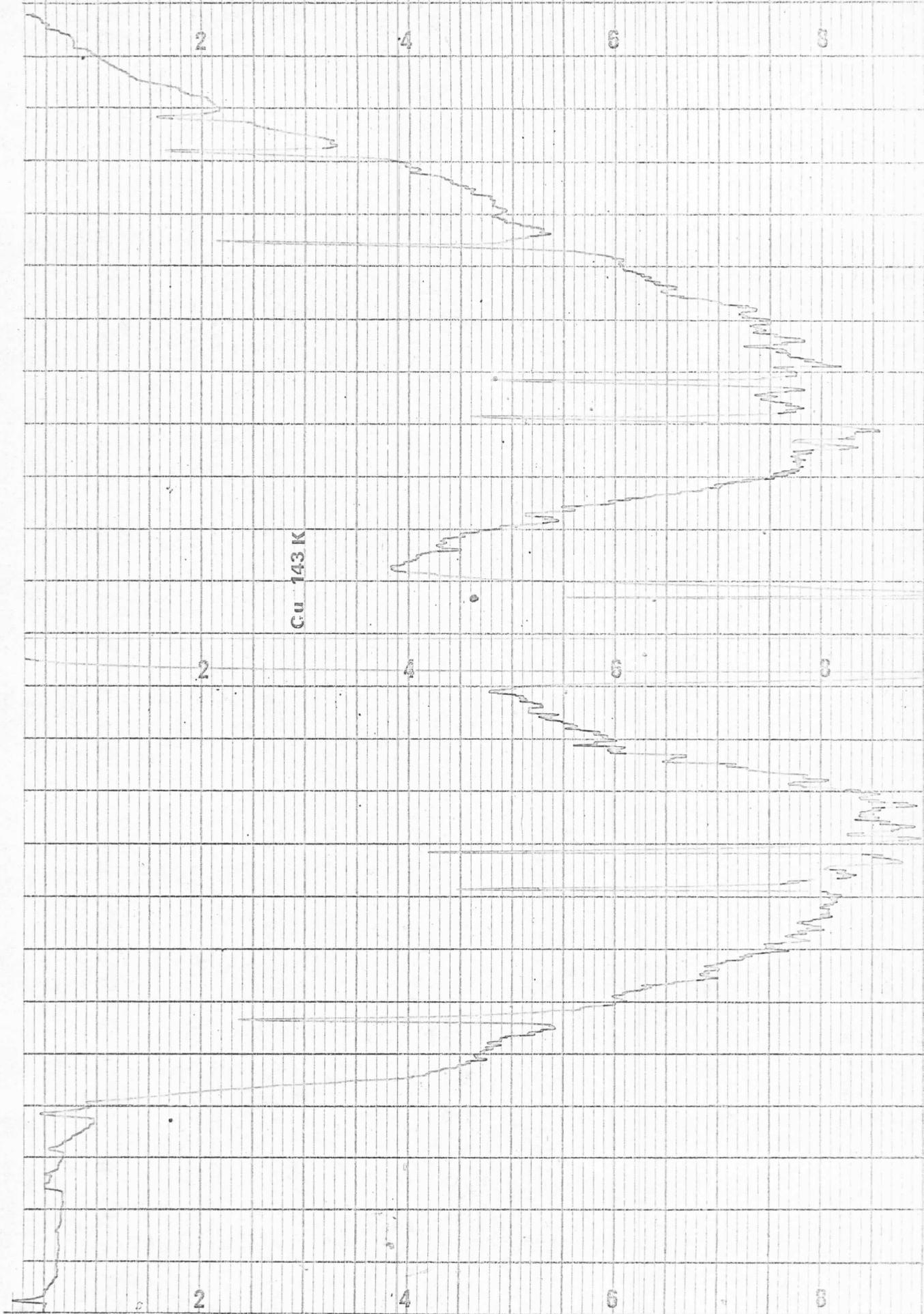
$$\alpha = \frac{\Delta a}{a} \frac{1}{\Delta T} = \frac{3,6122 - 3,6028}{3,6122} \frac{1}{156} = 16,61 \text{ } 10^{-6} \text{ } \text{grd}^{-1}$$

I ovoga puta dobijena je nešto veća vrednost od vrednosti koja je data u literaturi. Prema [6] za opseg temperaturna od 80 K do 290 K je $\alpha = 14,09 \text{ } 10^{-6} \text{ } \text{grd}^{-1}$, a prema [7] za opseg od 80 K do 300 K je $\alpha = 14,28 \text{ } 10^{-6} \text{ } \text{grd}^{-1}$.

Predhodne analize izvršene su na bazi merenja preko optičkog komparatora "OMO" IZA-2, koji daje mogućnost očitavanja sa tačnošću do četvrte decimalne. Prednost ovih merenja je u tome što se ona vrše direktno preko rendgenskog filma, te su isključene greške koje mogu nastati na putu transponovanja rastojanja medju refleksima nekim posrednim putem. Pkazalo se medjutim, veoma povoljnim korišćenje mikrofotometra sa pisacem (CARL ZEISS). Pomoću njega se tačnost povećava jer omogućuje znatno povećanje relevantnih rastojanja, koja se sa trake vrlo lako i udobno mogu meriti klasičnim putem.

Predhodni proračuni su kvalitativno provereni poslednjim snimanjem u petnaest puta većoj razmeri i potpuno su potvrđeni. Zbog zametnosti proračuna u fazi korekcije rezultata ovde neće biti data i kvantitativna analiza. Na Sl. 24 i Sl. 25 na narednim stranama prikazani su fotometrirani intenziteti za snimke bakra samo u dva puta većoj razmeri kao ilustracija.





Linearni koeficijent termičkog širenja olova i molibdena

Identičnim postupkom kao i kod predhodna dva uzorka određeni su traženi koeficijenti i za olovu i za molibden. Zbog ograničenog prostora ovde će biti izloženi samo rezultati istraživanja. Za olovu su analizirani difrakcioni tragovi kristalografskih ravnih sa indeksima: (311), (220), (200) i (111), jer je i olovu površinski centrirana kubna struktura. Za traženi koeficijent je dobijena vrednost:

$$\alpha = \frac{\Delta a}{a} \frac{1}{\Delta T} = 8,96 \text{ } 10^{-6} \text{ } \text{grd}^{-1}.$$

Prema [6] za opseg 90 K do 290 K je $\alpha = 27,08 \text{ } 10^{-6} \text{ } \text{grd}^{-1}$, a prema [7] $\alpha = 22,57 \text{ } 10^{-6} \text{ } \text{grd}^{-1}$.

Uzorak je dobijen od teksturirane, valjane olovne ploče ne proverenog hemijskog sastava. Snimanje je vršeno u istom temperaturnom dijapazonu kao i za aluminijum i bakar. Veća greška može se objasniti znatno slabijim kvalitetom snimka dobijenog nakon ekspozicije od 120 min, uz znatno veću apsorpciju X zraka kroz uzorak.

Kod molibdena je dobijeno najveće odstupanje od vrednosti koje se mogu pronaći u literaturi. Uzorak je napravljen od molibdena u obliku ploče a proračun je izведен na bazi refleksa samo sa tri ravnih: (211), (200) i (110) (zapreminski centrirana kubna rešetka). Kao target je korišćen bakar a ekspozicija je vršena punih 240 min. Dobijeno je :

$$\alpha = \frac{\Delta a}{a} \frac{1}{\Delta T} = 41,03 \text{ } 10^{-6} \text{ } \text{grd}^{-1} (!),$$

dok je prema [7] $\alpha = 4,16 \text{ } 10^{-6} \text{ } \text{grd}^{-1}$ u dijapazonu temperatura od 80 K do 300 K .

Provera važenja Grüneisen-ove relacije

Kao još jedna provera teorijskih i eksperimentalnih postavki proverićemo relaciju (10), pomoću ovde eksperimentalno dobijenih vrednosti za α . Može se pisati :

$$\alpha = \frac{G c_v S}{3B} \quad c_v = \frac{3B\alpha}{GS}$$

a kako je $B = \frac{1}{3}(c_{11} - 2c_{12})$ za kubne strukture (ovde su c_{11} i c_{12} konstante elastičnosti), znajući relevantne vrednosti pojedinih veličina, direktno se izračunava c_v . Ovako dobijenu vrednost možemo poređiti sa vrednošću izračunatom pomoću Debye-eve aproksimacije (za monoatomska kristalna čvrsta stanja):

$$c_v = 3NRD\left(\frac{\Theta}{T}\right) \quad ; \quad D\left(\frac{\Theta}{T}\right) = 3\left(\frac{T}{\Theta}\right)^3 \int_0^{\frac{\Theta}{T}} \frac{x^4 e^x}{(e^x - 1)^2} dx$$

Za poređenje će se ovde koristiti eksperimentalni podaci.

Proračun je rezimiran u tabeli T 6 . Proračun je vršen za domen temperatura 150 - 300 K)

materijal	$\alpha_e^{10^{-6}}$ grd $^{-1}$	T6					
		$C_{11}[1]$ 10^{12} Nm^{-2}	$C_{12}[1]$ 10^{12} Nm^{-2}	$G[1]$ kgm^{-3}	$S[7]$ kgm^{-3}	$c_v[7]$ $10^2 \frac{\text{J}}{\text{kg grd}}$	c_v $10^2 \frac{\text{J}}{\text{kg grd}}$
Al	25,07	0,1085	0,061	2,17	2700	7,319	9,863
Cu	16,61	0,1705	0,122	1,96	8900	3,303	3,947

Dobijeno je sasvim zadovoljavajuće slaganje rezultata.

Još tačnije teoretsko razmatranje, prema [9] dovodi do sledeće relacije analogne Grüneisen-ovoj:

$$\alpha = \frac{c_v(T)}{3Q_0 \left[1 - \frac{m+n+3}{6} \frac{E(T)}{Q_0} \right]^2}$$

gde su:

$$E(T) = \int_0^T c_v(T) dT \quad Q_0 = \frac{V B}{S}$$

Ovde su m i n eksponenti koji figurišu u potencijalnoj energiji dva susedna atoma rešetke:

$$U = -\frac{a}{r^m} + \frac{b}{r^n}$$

TAČNOST I IZVORI GREŠAKA KOD DOBIJENIH REZULTATA

Problem odredjivanja greške i definisanja najznačajnijih uzroka koji tu grešku izazivaju od suštinskog je značaja za svako eksperimentalno istraživanje. Činjenica da se u ovom radu osnovno istraživanje izvodi pri ekstremno niskim temperaturama posebno usložnjava ovu problematiku.

Studija dobijenih rezultata i iskustva stečena pri radu, omogućila su da se sistematizuju eventualni uzroci odstupanja u nekoliko grupa, po važnosti:

1. Problem korekcije rastojanja na difrakcionom snimku radi kompenzacije temperaturskih dilatacija,
2. Problem tačnosti merenja temperatura uzorka i
3. Greške uslovljene drugim faktorima u toku obrade eksperimentalnih rezultata.

Imajući u vidu relaciju kojom je definisan koeficijent linearног termičkog širenja, relacija koja daje standardno odstupanje :

$$\delta\alpha = \sqrt{\sum_i \left(\frac{\partial\alpha}{\partial x_i}\right)^2 \delta x_i^2}$$

glasí:

$$\delta\alpha = \sqrt{\left(\frac{\partial\alpha}{\partial a}\right)^2 \delta a^2 - \left(\frac{\partial\alpha}{\partial \Delta a}\right)^2 \delta \Delta a^2 - \left(\frac{\partial\alpha}{\partial \Delta T}\right)^2 \delta \Delta T^2} \quad 15$$

Prva grupa problema tiče se prva dva člana gornjeg izraza, druga utiče na treći član a treća grupa tiče se svakog posebno.

Problem odredjivanja greške zbog pogrešno definisanog parametra rešetke tesno je vezan sa korekcijom medjuravanskih rastojanja (na ovom mestu neće se analizirati problemi vezani za greške koje nastaju korišćenjem metode Debye-Scherrer-a u Weissenbergovoj kamери a priori, niti korekcije vezane neposredno za metodu). Zbog primene Weissenberg-ove kamere korekcija medjuravanskih rastojanja vršena je pomoću poznatih podataka za etalon-uzorak. Očigledno ovaj put nije najbolji jer postoje razlike u temperaturnim dilatacijama za svaki eksperiment posebno.

Tačnije definisanje temperature uzorka moglo bi se izvršiti jedino putem neposrednog kontakta mikro termo-para sa uzorkom i posebnim baždarenjem merne aparature korišćenjem kriostata u celom opsegu temperatura. Tako bi se greška ove veličine uzimajući u obzir korekcije usled parazitskih topotnih tokova, približila grešci primjenjenog registracionog pisača od oko 0,5 % (+/-) oblasti merenja. Greška usled netačnog zapisa iznosi manje od $\pm 1\%$.

Najmanji po redu veličine su uticaji na grešku konačnog rezultata, greške analitičkog karaktera i uz to se mogu sa svim egzaktno definisati.

Imajući u vidu vrlo teške uslove pod kojima je eksperimentalno ispitivanje izvodjeno, sa aspekta greške dobijeni rezultati potpuno zadovoljavaju. Ovome treba dodati objektivne teškoće oko pripremanja adekvatnog uzorka i razlike koje usled toga mogu nastupiti u odnosu na literaturne podatke.

O mogućnosti poboljšanja tačnosti rezultata biće reči u sledećem poglavlju.

O NEKIM KARAKTERISTIČNIM PROBLEMIMA VEZANIM ZA USVOJENU METODOLOGIJU EKSPERIMENTALNOG ISTRAŽIVANJA

U toku rada prema usvojenoj metodologiji uočen je niz problema čije rešavanje omogućava povećanje pouzdanosti merenja i olakšava interpretaciju rezultata. Ovde će biti diskutovani samo: problem hvatanja inja na uzorku i održavanje adijabatnosti kamere.

Uočeno je da pri naglom "obaranju" temperature uzorka, ukoliko se on nalazi u turbulentnom mlazu hladnih azotnih para, dolazi do progresivnog nastajanja kristala leda. Prisutna vлага u uzorku biva fiksirana i pretvorena u led a sa druge strane turbulentni tok azota dovodi na uzorak vlagu iz okолног vazduha koji ima povišen sadržaj pare zbog snižavanja temperature. Svodjenje ovog štetnog efekta na minimum vršeno je smeštanjem uzorka u laminarni deo azotnog toka uz postepeno "obaranje" temperature. Ovo znači da je neophodno programirano opterećenje grejača u početnom periodu vremena predvidjenog za uspostavljanje stacionarnog stanja. Bilo bi najpovoljnije da u celom periodu "inertiranja" atmosfere komore temperatura azota ne dostigne tačku rose vodene pare iz vazduha. Efikasno izvodjenje ovog zahteva moguće je korišćenjem još jedne struje azota, koja bi koaksijalno proticala duž zidova kamere i potom preko uzorka. Za ovo bi bilo znatno povoljnije koristiti gasoviti komprimirani azot. Sa druge strane, ugradnjom još jednog grejača u dovodnu cev iz kontejnera sa tečnim azotom omogućilo bi se proizvoljno dugo predhodno zagrevanje azotnih para u procesu inertiranja atmosfere u kojoj je smešten uzorak.

Opisani postupak ne bi iziskivao velike rekonstrukcije na postojećoj opremi. Sa druge strane omogućeno je dobijenje reproduktivnih rezultata bez potrebe za upotrebu vakumske zaštite uzorka.

Nemogućnost održavanja adijabatskih uslova za eksponirani film i otuda nužne termičke dilatacije kao uzrok sistematske greške, predhodnim rešenjem bile bi ublažene.

Primenom klasične kamere Debye-Scherrer-a (dovod azota preko bočnog poklopca a izlaz kroz antikolimator) i posred neminovnog skupljanja filma mogla bi se olakšati korekcija dobijenih rezultata.

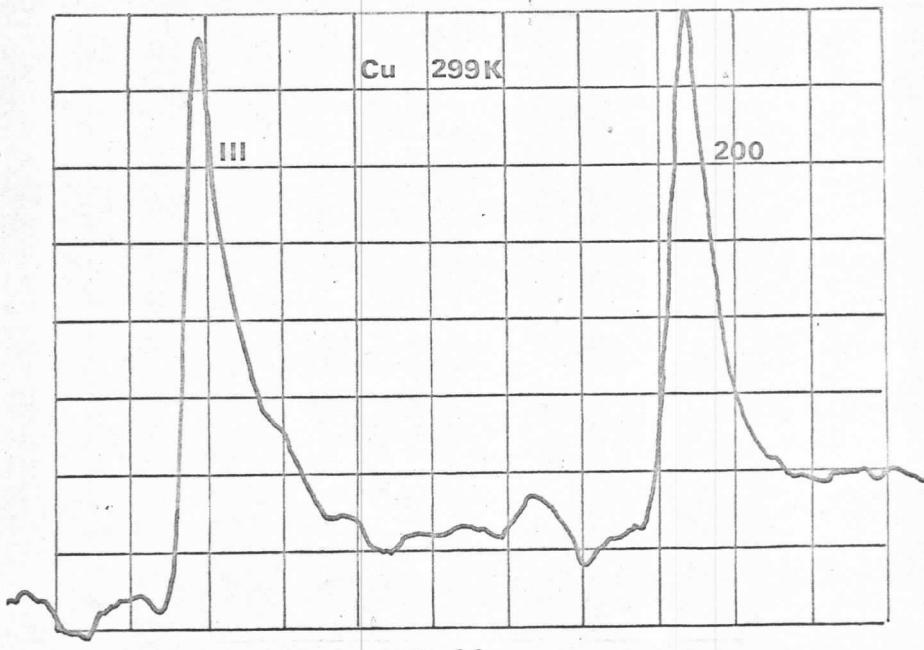
U poslednjem slučaju kondenzacija vlage u obliku rose i leda na spoljnoj strani kamere ne bi se mogla izbegći. Pri dužoj ekspoziciji mehaničkim ili termičkim putem bi morala biti odstranjivana.

ZAKLJUČNA RAZMATRANJA

Problematika tretirana u ovom radu i veliki broj eksperimentalnih rezultata pokazali su se kao veoma zahvalna tema za analizu. Ipak, u tekstu su istaknuti i obradjeni samo neki najkarakterističniji fenomeni. Niz vrlo interesantnih zapožanja nije za sada, u ovom radu, realizovan.

Treba istaći da razradjena metodologija, pre svega, omogućava jednostavno snimanje uzorka na nizu temperatura, što omogućuje nalaženje temperaturske funkcije linearog koeficijenta termičkog širenja.

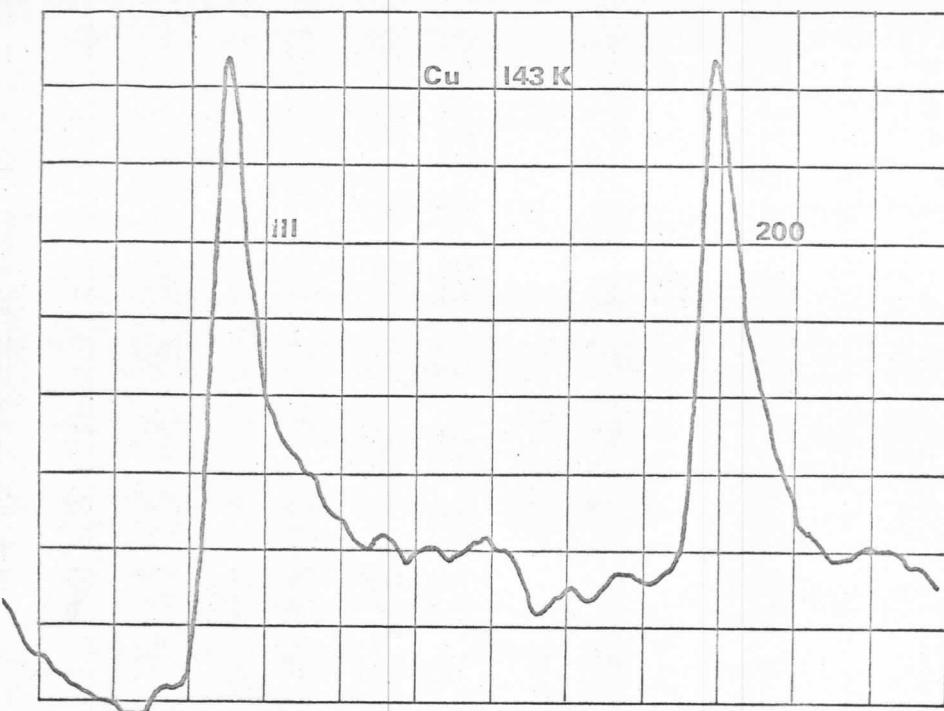
Sa druge strane dobijeni fotometrirani intenziteti linija u znatno većoj razmeri omogućuju doslednu analizu intenziteta svake linije uobičajenim metodama. Time se ostvaruje mogućnost neposredne analize temperaturne zavisnosti atomskog faktora (faktora rasejanja) u strukturnom faktoru [4] preko temperaturskog koeficijenta. Kao ilustracija osnova za moguće analize na Sl. 26 i Sl. 27 prikazani su profili intenziteta difrakcionih linija sa ravni (111) i (200) za bakar na $\approx 300\text{K}$



Sl. 26

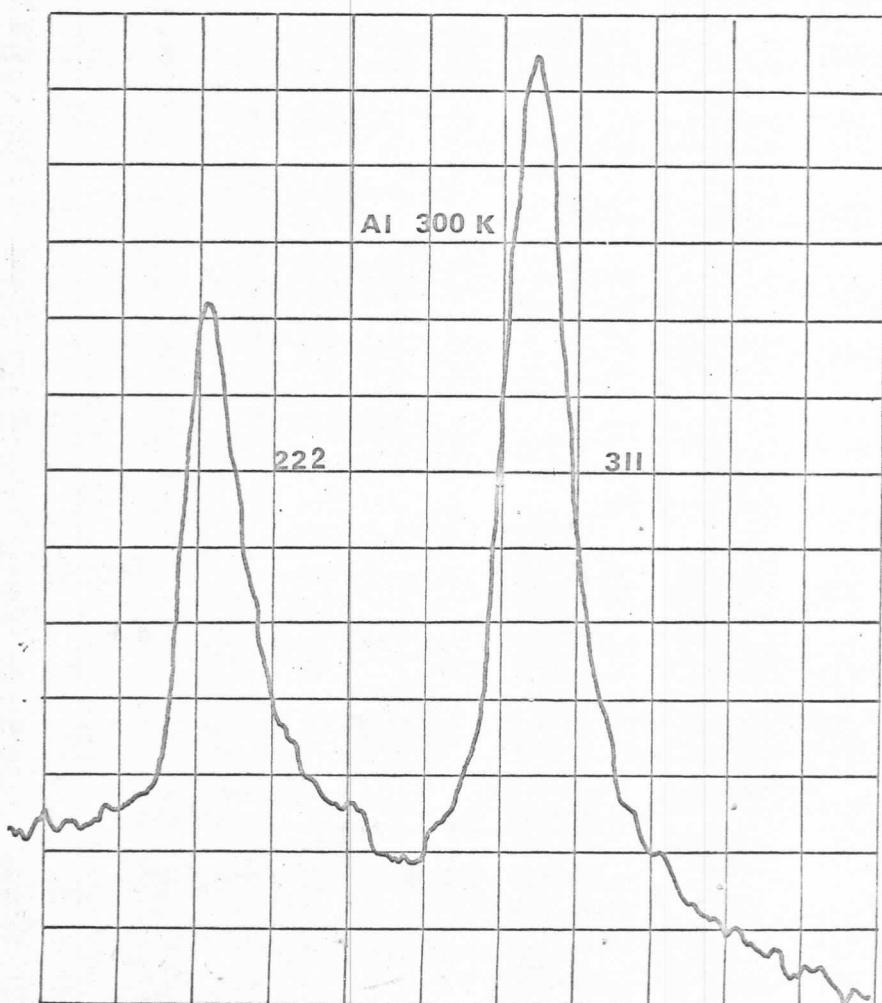
i na $\approx 150\text{ K}$.

Na Sl. 28 i Sl. 29 slično predhodnim dijagramima dati su



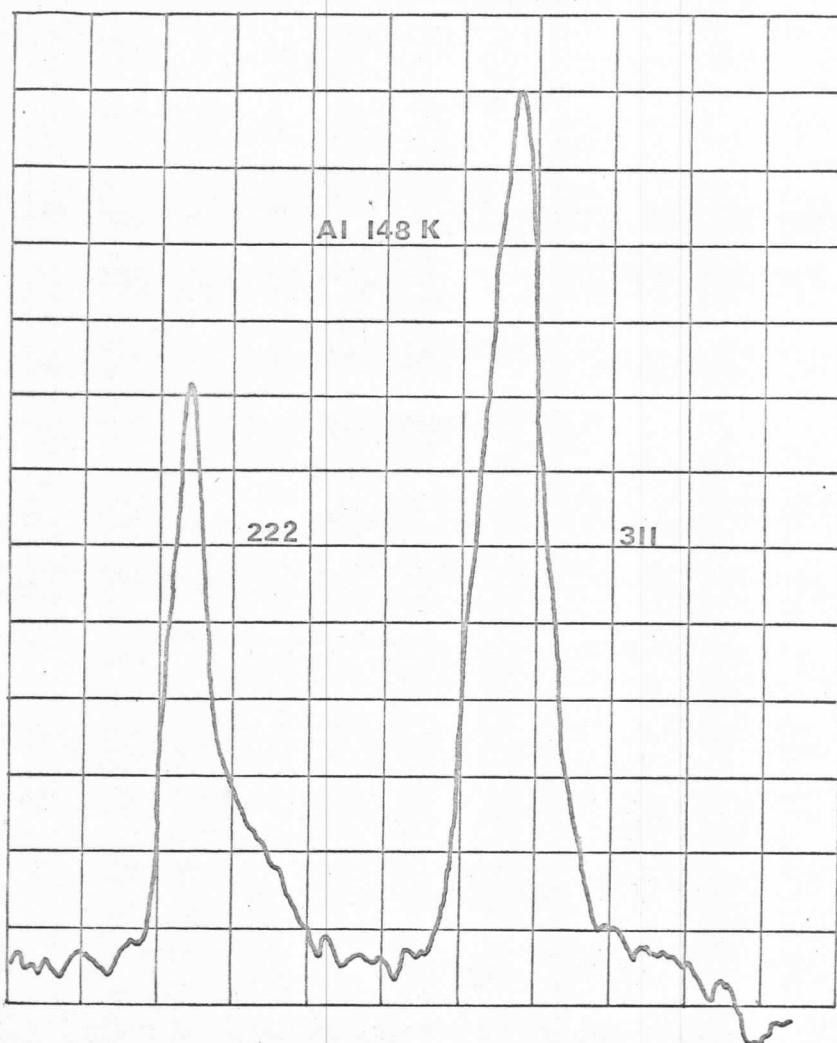
Sl.27

izgledi profila intenziteta linija sa ravni:(222) i (311) za Al.



Sl.28

Prvi dijagram se odnosi na snimanje Al uzorka na ≈ 300 K,



Sl.29

a drugi je za temperaturu ≈ 150 K.

Na žalost, zbog obimnosti ova problematika je ostavljena za drugu priliku.

Ukoliko se zadržimo samo na rezultatima koji su neposredno izloženi u ovom radu možemo formulisati sledeće zaključke:

1. Metod niskotemperaturnog rendgenostruktturnog određivanja i analize linearног koeficijenta termičkог širenja pokazuje se kao veoma pogodan postupak za definisanje ove fizičke veličine,
2. Respektujući nedostatke tehničke prirode usvojena metodologija je dala reproduktivne rezultate.

3. Definisani su linearni koeficijenti termičkog širenja za Al i Cu za temperaturni dijapazon 150 - 300 K u iznosima : $25,07 \text{ } 10^{-6} \text{ } \text{grd}^{-1}$ i $16,61 \text{ } 10^{-6} \text{ } \text{grd}^{-1}$, što se vrlo dobro slaže sa rezultatima iz literature.
4. Odredjeni su linearni koeficijenti termičkog širenja za Pb i Mo sa tačnošću do reda veličine.
5. Ustanovljeno je da je na temperaturama 180 K do 150 K inje nastalo u uslovima pravilne konvekcije mehanizmima prenosa mase i toplote iz atmosferskog vazduha, na hladnu površinu, sastavljeno od kristala leda prve modifikacije.
6. Analizom refleksa : (103), (110), (101), (002) i (100) ustanovljeno je da ova modifikacija ima heksagonalnu strukturu.
7. Na osnovu svestrane analize dobijenih rezultata predloženi su putevi za poboljšanje metode sa aspekta veće tačnosti.

SPISAK VAŽNIJIH OZNAKA

B	zapreminske modul elastičnosti	a	parametar rešetke,
C _v	specifična toplota		konstanta
E _o	Unutrašnja energija na 0° K	b	konstanta
E _D	Udeo vibracija u unutrašnjoj energiji u Debye-ovoj aproksimaciji	c	parametar rešetke, konstanta
I	Intenzitet	d	medjuravansko rastojanje, konstanta
L	dužina	h,k,l,	indeksi kri-
N	empirijska funkcija		stalografskih ravni
R	električni otpor	l	rastojanje na filmu
T	temperatura	l _k	korigovano - " -
U	potencijal		
V	zapremina	p	pritisak

α	linearni koeficijent termičkog širenja
β	zapreminske koeficijen termičkog širenja
ρ	gustina
Θ	Debye-eva temperatura
G	Grüneisen-ova konstanta

P R I L O Z I

PRILOG I

Linearni koeficijenti termičkog širenja

metal	struktura	temperaturni opseg K	10^6 grd^{-1}	izvor
Al	$F_{m\bar{3}m}$	82 ± 289	18,35	[6]
		83 ± 293	18,35	[7]
Cu	$F_{m\bar{3}m}$	82 ± 289	14,09	[6]
		83 ± 293	14,28	[7]
Pb	$F_{m\bar{3}m}$	90 ± 287	27,08	[6]
		83 ± 293	22,57	[7]
Mo	$I_{m\bar{3}m}$	83 ± 293	4,16	[7]

PRILOG II

Kristalografski podaci

Medjuravanska rastojanja i relativni intenziteti [5]

Al	d 2,330	2,020	1,430	1,219	1,168	1,011	0,928	0,905	0,826
	I 100	40	30	30	7	2	4	4	1
Cu	d 2,080	1,810	1,277	1,043	0,905				
	I 100	53	33	9	3				
Pb	d 2,850	2,470	1,740	1,490	1,428	1,134	1,105		
	I 100	50	50	50	17	17	17		
Mo	d 2,220	1,570	1,281	1,114	0,995	0,908	0,841	0,787	0,704
	I 100	56	37	17	23	7	23	3	14

Parametri rešetke [8]

metal	a Å	temperatura K
Al	4,04960	298
Cu	3,6150	298
Pb	4,9505	298
Mo	3,1468	293

PRILOG III

Kristalografski podaci za prvu modifikaciju leda

Medjuravanska rastojanja i relativni intenziteti[5]

led	d	3,92	3,67	3,44	2,68	2,26	2,065	1,92	1,516	1,368	1,30
	I	lo	loo	2o	15	lo	5o	lo	15	2	2,5

Parametri rešetke[5]

	a Å	c Å	temperatura K
led	4,51	7,35	273
led	4,47	7,29	90

$$c/a = 1,63$$

Led ima heksagonalnu strukturu.

.....
 Proračuni koji su rezimirani u tablicama T 1 do T 5 vršeni su na bazi Bragg-ovog zakona:

$$2d \sin\theta = n\lambda$$

Ugao θ određuje se preko relacije: $\theta = l_k / 2$, jer je obim kamere 180 mm. U toku snimanja korišćena su kobaltna i bakarna zračenja sa gvozdenim i niklenim filtrom:

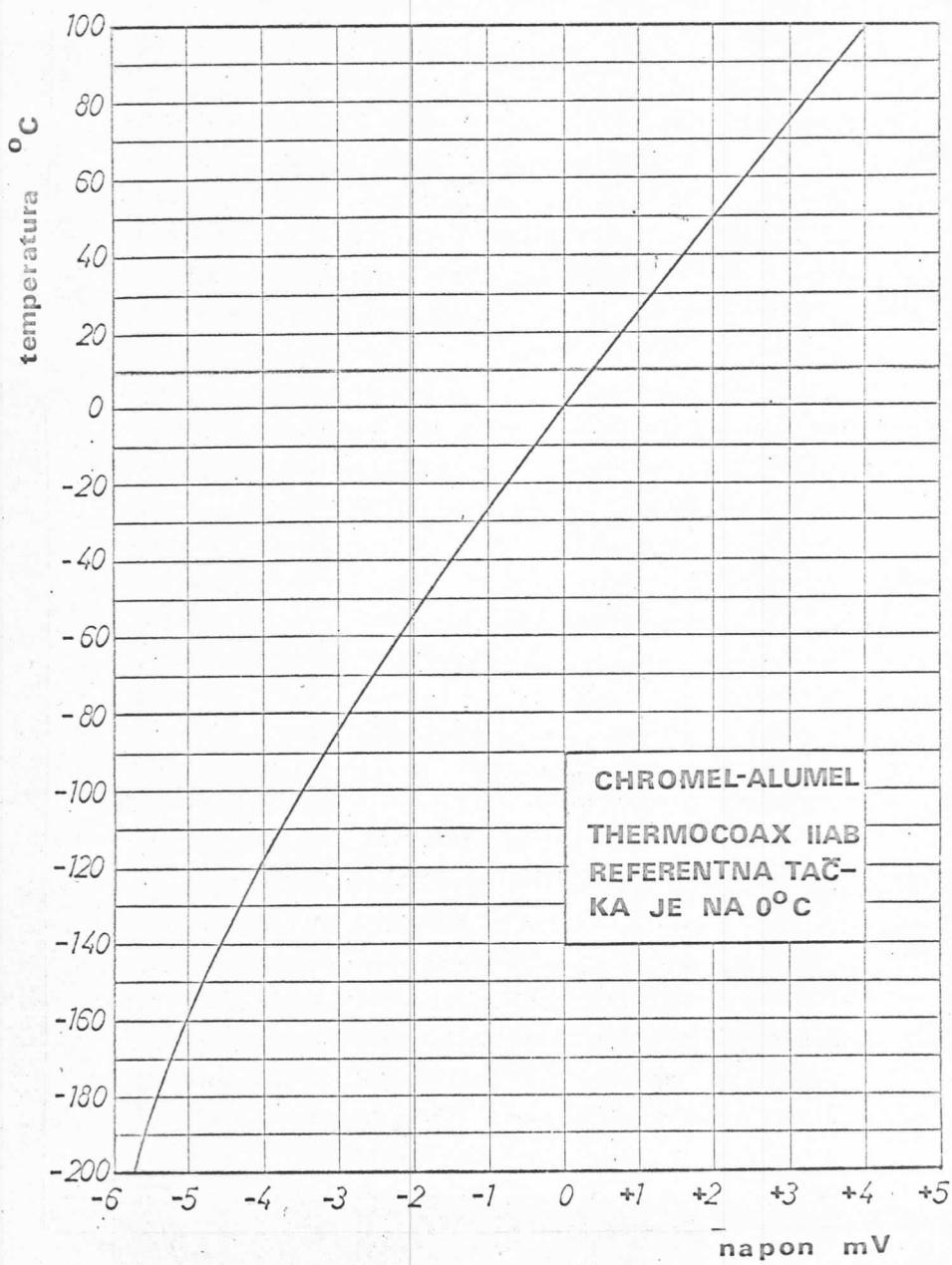
$$\lambda_{K\alpha_{Co}} = 1,791 \text{ Å}$$

$$\lambda_{K\alpha_{Cu}} = 1,542 \text{ Å}$$

Analiza kubnih struktura vršena je pomoću indeksiranja kristalografskih ravnih preko relacije:

$$\frac{\sin^2 \Theta_i}{\sin^2 \Theta_j} = \frac{N_i}{N_j} \quad N = h^2 + k^2 + l^2$$

PRILOG IV



LITERATURA

- [1] Kittel, Ch., Uvod u fiziku čvrstog stanja, S.A., Beograd 1970.
- [2] Clark, A.F., Kropschot, R.H., Low temperature specific heat and thermal expansion of alloys, Annexe 1970 - 2 au Bull. de IIF, Tokyo 1970, S.249/254.
- [3] Barron, R., Cryogenic Systems, McGraw - Hill , New York, 1966, S.35/37.
- [4] Cullity, B.D., X-Ray diffraction, Addison-Wesley, Massachusetts 1967.
- [5] Mirkin, L.I., Spravočnik po rendgenostrukturnom analizu polikristalov, Fiz. Mat. Lit., Moskva 1961.
- [6] Hodgman, C.H., et al., Handbook of Chemistry and Phisics, Chem. Ruber Publ. Co., Cleveland 1958.
- [7] Malkov, M.P. i dr., Spravočnik po fiziko tehničeskim osnovam kriogeniki, Energija Moskva 1973.
- [8] Taylor, A., Kagle, B.J., Crystallographic Data on Metal and Alloy Structures, Dover Publ. New York, 1963.
- [9] Koval'čenko, M.S., Očkas, L.F., Ogorodnikov, V.V., Raschetnye značenija temperaturnoj zavisimosti koeficientov termičeskogo rasširenija polikristalličeskikh tugoplavkih soedinenij, Teplofizičeskie svojstva tverdih veščestv, Nauka Moskva 1971, S.17/21.

