

D-76

PRIRODNO-MATEMATIČKI FAKULTET
NOVI SAD



D I P L O M S K I R A D

TEMA: IDENTIFIKACIJA BUBREŽNIH KAMENACA
METODOM RENDGENSKE DIFRAKCIJE

U Novom Sadu, 14.09.1974. god.

Ivan Radić
Milutin Pejić
(Milan S. Kecić-Jović),
epsolvent Prirodno-matematič-
kog fakulteta u Novom Sadu
- grupa fizika -

Neka ovoj red bude i skrošen izraz zahvalnosti
onima koji su me nisučili kako treba da pridjen, proučim
i obredim postavljeni problem, a to su: Slobodanka Stanković,
asistent Medicinskog fakulteta u Novom Sadu i mr Vladimir
Divjaković, asistent Prirodnomatematičkog fakulteta u Novom
Sadu.

Odujem najdublju zahvalnost dr Beli Ribařu,
vanrednom profesoru Prirodnomatematičkog fakulteta u Novom
Sadu, koji mi je sa puno plemenite volje nesebično pružio
vroma dragocene savete, korisne sugestije i dao veoma umesne
primedbe koje sam bez ikakve lične recenzije prihvatio, jer
su apsolutno nisučne.



D I P L O N S K I R A D

IDENTIFIKACIJA BUBREŽNIH KAMENIĆA METODOM RENDGENSKE DIFRAKCIJE

1. Sadržaj

2. Uvod u rad

3. Teorijski deo

- a) Osnovi difrakcije rendgenskog zračenja na kristalima
- b) Difrakcija na kristalnom prahu
- c) Identifikovanje i indeksiranje rentgenograma praha

4. Eksperimentalni deo

- a) Tehnički uređaj
- b) Obrada i priprema uzorka
- c) Identifikacija nepoznatih kamenica

5. Zaključak

6. Literatura

Kandidat
Milan (Spasoja) Kecojević

S A D R Ž A J

	Strana
1. Uvod u rad	2
2. Teorijski deo	5
a) Osnovi difrakcije rendgenskog zračenja na kristalima	3
b) Difrakcija na kristalnom prahu	5
c) Identifikovanje i indeksiranje rendgeno- grama praha	8
3. Eksperimentalni deo	11
a) Tehnički uređaj	11
b) Obrada i priprema uzoraka	13
c) Identifikacija nepoznatih kamenača	18
4. Zaključak	34
5. Literatura	36



U V O D U R A D

Kristalografska, kao deo fizike, počinje naglo da se razvija Laue-ovim otkrićem difrakcije X-zraka na kristalima. To otkriće ne samo da je doprinelo razvoju kristalografske već je omogućilo čvršće povezivanje fizike sa ostalim prirodnim i tehničkim наукама.

Kroz ovaj rad videćemo u praksi, kako se kristalografska može povezati, odnosno njena dostignuća primeniti u medicini.

U medicini postoji više metoda za analizu bubrežnog kamenca i mogu se podeliti na hemijske (kvantitativna i kvalitativna analiza) i fazno analitička (metoda rendgenske difrakcije, infracrvena spektrofotometrija, makro i mikro termoanaliza, optičke metode). Od svih nabrojanih metoda zbog preciznosti, jednostavnosti, kao i malih količina potrebnog materijala najpogodnije su metode rendgenske difrakcije i infracrvene spektrofotometrije.

Nepominjeno da se bubrežni kamenac redje javlja homogen, češće je heterogen odnosno sastavljen od više slojeva. Kristalizacija nastaje uglavnom po nekom redosledu i zato u kamenцу jedinjenja kristaliziraju oko jesgra u slojevima.

Cilj ovog rada je ispitivanje hemijskog sastava bubrežnog kamenca metodom rendgenske difrakcije, a koja metoda kao što smo već naveli je pouzdanija od laboratorijsko-hemijske analize.

TEORIJSKI DEO

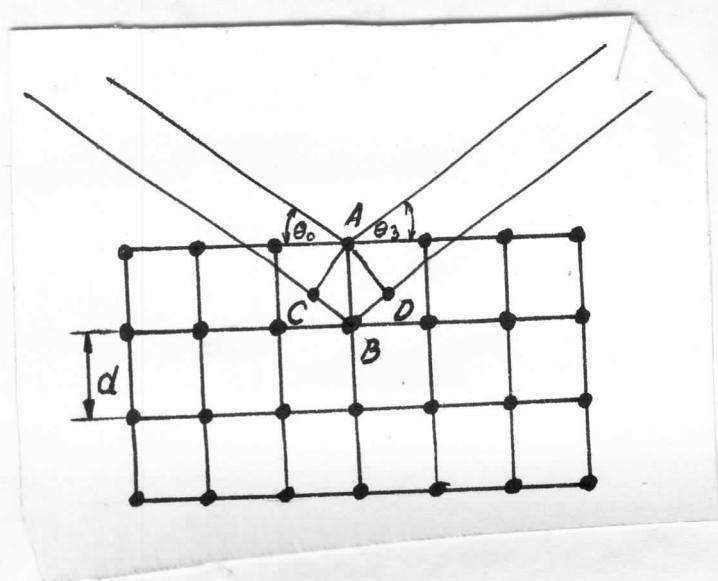
Osnovi difrakcije rendgenskog zračenja na kristalima

Ako se paralelni snop X-zraka propusti kroz neko telo, ono će jednim delom izići iz tela kao paralelni snop, ali se može konstatovati da se jedan deo X-zračenja resue u svim pravcima oko tela. Ova pojava pokazuje da kvanti X-zračenja stupaju u interakciju sa atomima supstance.

Usmerićemo na neko telo koherentni snop X-zraka, onda može nastupiti interferencija među rasutim zracima, koji su se rasuli usled interakcije od različitih atoma. Ova interferencija može nastati odnosno doći do makroskopskog izražaja ako su atomi pravilno rasporedjeni (kristalna tela). Ako su atomi nepravilno rasporedjeni onda ne dobijamo makroskopsku izražajnost interferencije, (amorfna tela).

Kad su otkriveni X-zraci njima se pokušalo izvršiti difrakcija na optičkoj rešetki što nije uspelo. Tu ne mogućnost difrakcije na optičkoj rešetki objasnio je teorijski M. LAUE. On zaključuje da bi X-zraci, s obzirom na njihovu malu talasnu dužinu (oko 10^{-8} cm), mogli da se difraktuju na kristalnoj rešetki, jer su atomi u njoj udaljeni za isti red veličine.

Ovo se može objasniti na sledeći način. Na slici 1,1 dat je šematski presek kroz neki kristal u kome su atomi pravilno rasporedjeni u ravнима koje se nalaze na podjednakim rastojanjima.



Sl. 1,1

Crne tačke predstavljaju položaj atoma u rešetki. Usled jednakih medjusobnih rastojanja među atomima i pravilnog raspreda u izvesnim pravcima postoji uslov za pojavu interferencije.

Od mnoštva X-zraka uočimo dva paralelna. Pretpostavimo da su ova dva zraka stupila u interakciju sa dva susedna atoma A i B koji se nalaze na medjusobnom rastojanju d.

Posle interakcije koja je dovela do "rasipanja" ova dva zraka, oni produžavaju, takođe, paralelno odbijajući se pod uglom θ_3 koji je jednak klizićem ulaznom uglu θ . Razlika puteva ova dva zraka je $CB + BD$, ako su AC i AD normale na pravac zraka. Na slići je lako uočiti da je $CB = dsin\theta$ i $BD = dsin\theta_3$. S obzirom da je $\theta_3 = \theta$, sledi da je $CB + BD = 2dsin\theta$. Prema uslovima interferencije javlja se maksimalno pojačanje ova dva zraka ako je razlika puteva jednaka celom broju n talasnih dužina λ , to jest za maksimalno pojačanje važiće uslov

$$2dsin\theta = n\lambda$$

Ova relacija se zove BRAGGOVA relacija.

Otkrivanje opisane pojave difrakcije X-zraka na kristalnoj rešetki predstavlja početak jedne oblasti fizike koja je od velikog značaja za atomsku fiziku, tehniku i ostale grane fizike. Braggova relacija predstavlja matematički odnos između mikroskopske veličine d i makroskopske veličine odnosno ugla skretanja θ . Rastojanje d je rastojanje između atoma u kristalu a ugao skretanja θ lako se meri različitim metodama. Znači merenjem ugla skretanja θ omogućuje precizno merenje atomskih veličina. Samim tim što merimo atomske veličine to je jeden od najvažnijih puteva za ispitivanje strukture supstance. Iz ovih mernih atomskih veličina posebnim putem se dolazi i do mnogih drugih veličina i osobina kako atoma tako i kristala.

Danas postoji više razrađjenih metoda za merenje atomske veličine, u zavisnosti šta želimo dobiti i od efikasnosti same metode. Metoda ima više ali, uglavnom, se za sada primenjuju, kod nas na fakultetu, četiri metode.

1. Ispitivanje kristala Lauovim dijagrameom
2. Metoda rotacije kristala
3. Metoda kristalnog praha
4. Metoda pomeranja kristala i kamere

Mi ćemo se u našem redu koristiti metodom kristalnog praha i zato ćemo navedenu metodu pokušati teoretski objasniti.

Difrakcija na kristalnom prahu

Da bi mogli opisati metodu preha, moramo prvo opisati koje sve osobine ima kristalni prah.

1. Kristalni prah mora biti jako sitan. Veličina njegovih zrna je od $1/100$ - $1/1000$ deo milimetra.

2. Svakog zrno praha predstavlja nonokristal ili ponekad i više monokristala.

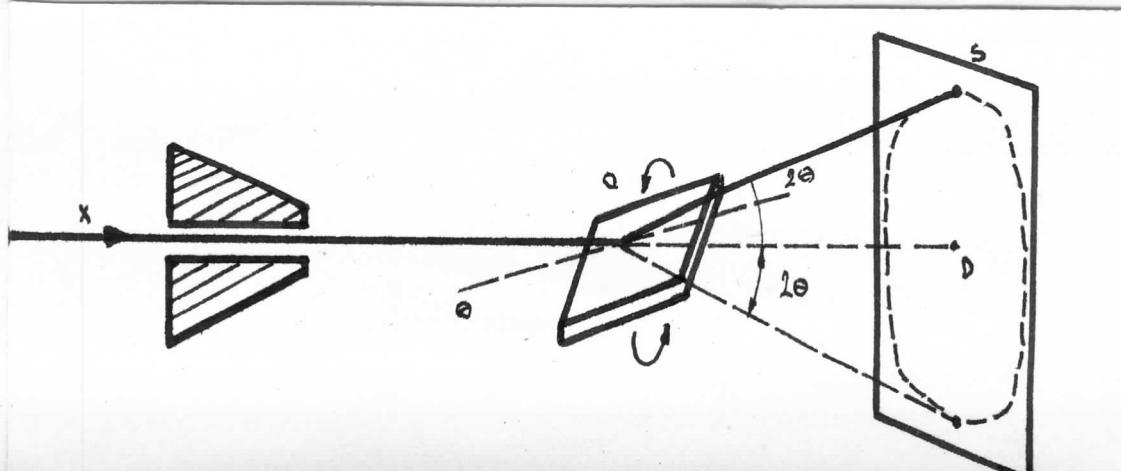
3. I veoma mala količina praha nam daje sve moguće odijentacije zrnja u odnosu na neki izabrani pravac i da su ista međusobno ravноправna.

4. U kristalnom prahu će se naći uvek dovoljan broj zrnja čija će ravan (hkl) zaklapati sa pravcem upadnog X-zraka pogodan ugao θ koji će dati refleks.

Kao pravilo kristalni prah se spremi za snimanje u obliku cilindričnog stuba visine 0,2-1 mm, dijametra od 0,1-0,5 mm.

Da bi ovu Debaj-Šererovu metodu uspešno objasnili moramo prvo pokazati šta će se desiti sa monohromatskim X-zrakom

koji padne na jedan monokristal. Uzećemo da monohromatski zrak pada na monokristal pod pogodnim uglom θ , X-zrak će se difraktovati podugom 2θ u odnosu na upadni zrak (sl. 1,2) i na filmu će formirati mrlju S koja odgovara nekoj kristalografskoj ravni (hkl).

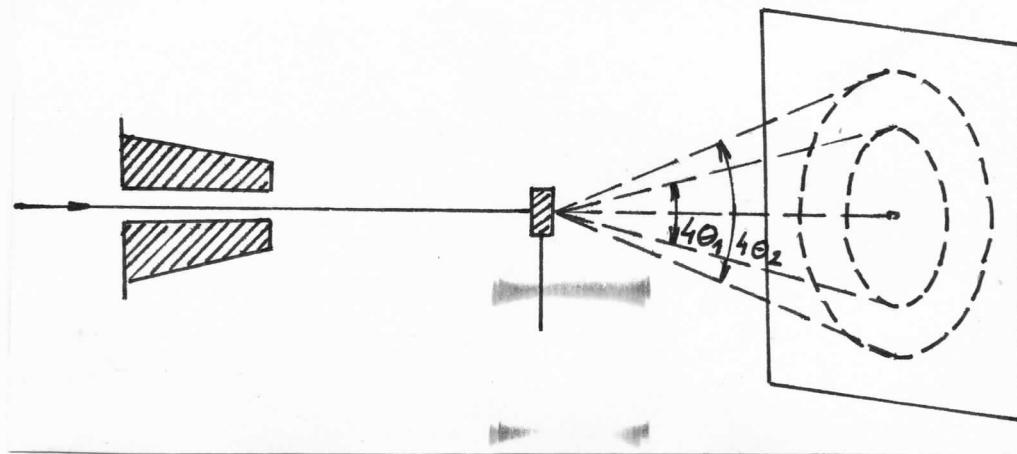


Sl. 1,2

Ako sada oko upadnog X-zraka obrćemo mali monokristal za 360° ne menjajući ugao između X-zraka i ravni kristala, uočićemo da mrlja D primarnog zraka ostaje na mestu, a mrlja S koja

potiče od difraktovanog zraka na ravni (hkl) opisće krug.

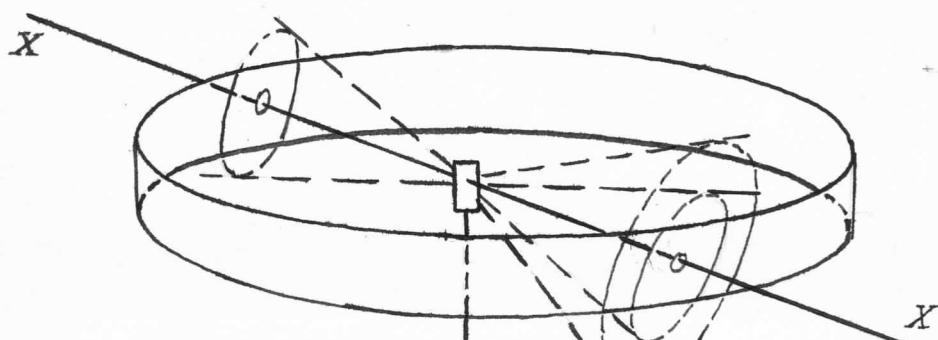
Nesto monokristala postavićemo tanki cilinder sa kristalnim prahom, onda će mo dobiti refleksе i od drugih ravni sa kristalita koji imaju drugu orijentaciju (sl. 1,3) tako da na filmu dobijamo koncentrične krugove.



Sl. 1,3

To znači da difrakcioni zraci stvaraju sistem koaksionalnih konusa od kojih svaki odgovara odrazu određenog reda iz neke serije ravni.

Tu osobinu kristalnog praha koristili su u svom eksperimentalnom radu Debaj i Šerer. Oni su uzorak praha, koji se nalazio u tankoj kapilari, postavili u centar metalnog cilindra unutar koga se nalazi film (sl. 1,4).

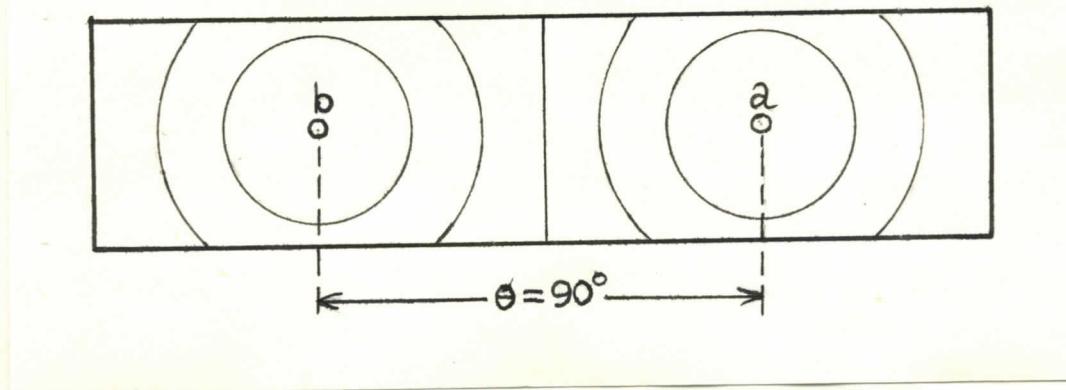


Film ima oblik uske trake koja seče koakcionalne konuse koji na filmu ostavljaju tragove u obliku koncentričnih kružnih lukova. Ako uzorak miruje tragovi nisu pune linije što predstavlja nepogodnost pri merenju rastojanja i oceni intenziteta isečaka difrakcionog prstena. Zato se u kameri predviđa mogućnost obrtanja uzorka oko sopstvene ose tj. ose cilindra, za vreme snimanja.

Takvo okretanje povećava broj kristalića koji padaju u položaj koji zadovoljava Bragov uslov, te samim tim linije rentgenograma postaju neprekidne i intenzivnije.

Mogućnost obrtanja uzorka u kameri je bitna i omogućava takodjer uspešno centriranje uzorka u kameri.

Kad film posle snimanja razvijemo dobijemo sliku (sl. 1,5). Takav snimak naziva se Debaj-Šererov dijagram. Konusi koji su ostavili trag oko izlaznog praveca primarnog zraka (a) grade tzv. male uglove sa primarnim zrakom $2\theta < \pi/2$. Za $2\theta = \frac{\pi}{2}$ imamo pravu liniju koja odgovara ravni normalnoj na X-zrak, a koja prolazi kroz uzorak. Uglovi za koje je $2\theta > \pi/2$ nazivamo velikim uglovima. Linije koje odgovaraju ovim konusima su skoncentrisane oko ulazne tačke (b) primarnog zraka.



Sl. 1,5

Identifikovanje i indeksiranje rendgenograma praha

Rastojanje L između linijskih jedinica istog prstena određuje ugao otvora konusa. Znači merenjem rastojanja L na rendgenogramu omogućuje da se nadaju svi uglovi refleksije $\theta_1, \theta_2, \theta_3, \dots, \theta_n$ za razne linije. Koristeći se Bragovom relacijom, a znajući da se pri radu koristi monohromatsko X-zračenje, za svaku linijsku možemo odrediti odnos međjuravanskog rastojanja d i reda refleksije n.

Spisak značenja d/n za sve linije je krajnji rezultat koji se dobija iz Debaj-Šererovog dijagrama.

Dalja analiza dijagrama je znatno složenija. Geometrija difrakcionih efekata u metodi praha ne daje nikakve pokazatelje o indeksima difrakcionih linijskih struktura. To znači da teško možemo dobiti podatke o konstantama rešetke a, b, c, i α, β, γ .

Sa druge strane neposedovanje tih podataka komplikuje dalje dešifrovanje difrakcionog efekta to jest utvrđivanje indeksa svih linijskih struktura dijagrama.

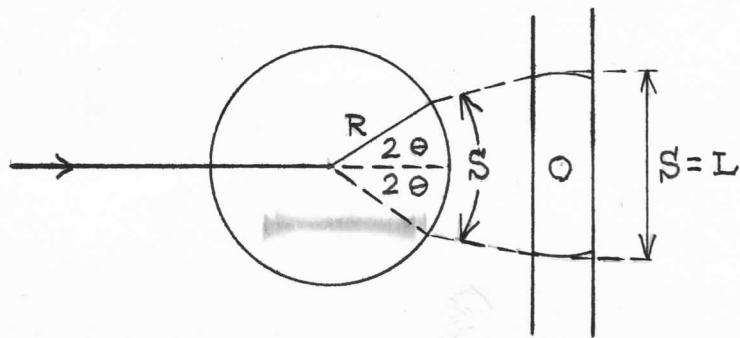
Takvo dešifrovanje je jednostavno samo za kristale visoke simetrije (Kubni, Tetragonalni, Trigonalni, Heksagonalni). Indeksiranje dijagrama kristala niske simetrije (Rombični, Monoklinični, Triklinični) zahteva precisan posao i veoma često nije uspešan.

Ovde ćemo ukratko opisati kako se određuju indeksi (hkl) za kubnu strukturu. Da bi smo to uradili treba da znamo vezu između L i θ . Iz same konstrukcije na sl. 1,6 se vidi da se Bragovi uglovi kojima odgovara maksimum interferencije mogu meriti kao dužina na ispravljenom filmu. Dužina L odgovara konusu otvora 49 pa je s toga

$$\theta = \frac{L}{4R}$$

gde je R poluprečnik kamere. Kamera se pravi tako da je njen obim lako smerljiv sa uglovnom merom.

Dakle, sa snimka praha preko rastojanja L nalazimo ugao θ koji zamenjujući u Bragovu relaciju omogućava izračunavanje međjuravanskog rastojanja d.



Sl. 1,6

Zatim koristimo obrazac koji povezuje veličine d , parametar(a) i Millerove indekse (hkl) na sledeći način.

$$d_{\text{hkl}} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

Načinimo tablicu mogućih kombinacija (hkl) koje daje rešenje navedene jednačine. Prva linija će imati najmanji broj vrednosti $\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$ jer je tada d najveće. Možemo da zaključimo da najmanjem uglu O odgovaraju najmanji indeksi.

Znajući da se za određene tipove Bravcovе rešetke ne mogu javiti svi refleksi već samo oni koji su dozvoljeni uslovima ekstincije. Dalje znamo da se za primitivnu (P) celiju mogu javiti svi refleksi. Za površinski centriranu (F) mogu se javiti samo oni kod kojih su svi indeksi (hkl) ili parni ili neparni, a za zaprinoski centriranu (I) mogu se javiti refleksi koji ispunjavaju uslove da je $h+k+l=2n$. Ovo možemo prikazati u tabeli 1,1

	N indeks	P	I	F
1	(100)	(100)	-	-
2	(110)	(110)	(110)	-
3	(111)	(111)	-	(111)
4	(200)	(200)	(200)	(200)
Tb. 1,1	5	(210)	(210)	-
	6	(211)	(211)	(211)
	7	-	-	-
	8	(220)	(220)	(220)
	9	(221)	-	-
	10	(310)	(310)	(310)

Ako želimo da dobijemo parametar rešetke (a) onda se kombinuje obrazac za d i Bragova relacija, a iz čega proizlazi sledeće:

$$\sin^2\theta = \frac{\lambda^2}{4a^2} (n^2 h^2 + n^2 k^2 + n^2 l^2) = \frac{\lambda^2 n^2}{4a^2} N$$

gde je $N=h^2+k^2+l^2$. Iz navedenog se vidi da je $\sin^2\theta$ linearna funkcija od N i omogućuje nam konstrukciju dijagrama i određivanje navedenog parametra rešetke a.

Treba napomenuti da pravilno određivanje indeksa bitno otežava padanje linija dijograma praha jedne neđirugu, a što predstavlja i jedan nedostatak ove metode. Ovo se dešava slučajno a isto tako usled zakonomernih podudarnosti značenja d/n raznih čvorova mreže kristala. Metoda kristalnog praha se veoma retko primenjuje pri izučavanju strukture kristala - uglavnom kada ne možemo dobiti monokristale dimenzija 1-1/20 deo mm.

Metoda praha se za to koristi u prikladnije zadatke. U takve zadatke mogu se ubrajati: Određivanje sastava supstance, istraživanje kvalitativno i kvantitativno supstance, izračunavanje dijagrama sistema, utvrđivanje izomorfizma, određivanje srazmera kristalića u uzorku, precizno određivanje konstanti rešetke, određivanje koeficijenta toplotnog širenja, određivanje pretežnih orijentacija, određivanje unutrašnjih napona i određivanje molekularnog sadržaja elementarne ćelije.

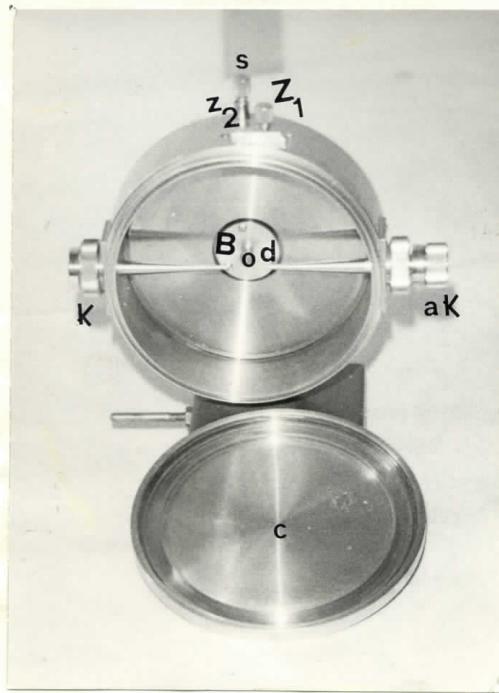
Na kraju će mo napomenuti da pri rešavanju svih navedenih zadataka metodom kristalnog praha koristimo različite vrste specijalno izradjenih Debaj-Šererovih kamora.

E K S P E R I M E N T A L N I D E O

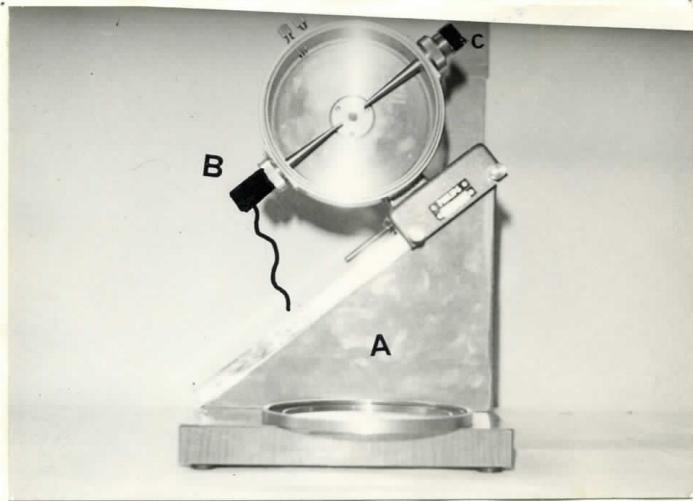
Da bi dobili snimak praha potrebno je obaviti niz operacija koje će nas dovesti do rezultata kao i da upoznamo tehničke uređaje sa kojima radimo. Zato će mo prvo opisati tehnički uređaj a onda objasniti eksperimentalni postupak,

Tehnički uređaj

Kamera (sl. 2,1) koja se upotrebljava za snimanje kristalnog praha po Debaj-Šereru je uistvari metalni cilinder sa precizno obradjenom unutrašnjom površinom. Kamera koju koristimo pri radu je obima 360 mm Philips-ove proizvodnje sa dijametrom od $2R=114,7\text{ mm}$. U kamери se direktno unosi film bez zaštitnog papiра i isti se zateže zatezačama (z_1 , z_2) koji se nalaze na kamери. Kamera na sebi ima dva otvora za kolimator (k) i antikolimator (aK) koji čine sastavni deo kamere. Kolimator je cev malog unutrašnjog prečnika do $0,5\text{ mm}$. Kroz kolimator ulazi X-zračenje i pada na antikolimator koji se nalazi na suprotnoj strani kamere, a po gradji je sličan kolimatoru samo mu je prečnik nešto veći. Dužina kolimatora i antikolimatora je takva da dostižu skoro do uzorka koji se postavlja na obrtnoj osovini (o) koja se poklapa sa osom cilindra kamere.



Sl. 2,1



Sl. 2,2

Na unutrašnjem delu obrtne osovine nalazi se kružna ploča (p) čijim pomerenjem možemo držač uzorka (d), a samim tim i uzorak, dovesti u centar kamere. Položaj ploče podešava se zavrtnjem (s) koji može translatorno pomjerati ploču. Po stavljanju uzorka i filma u kameru ista se zaklapa poklopcom (c).

Važno je napomenuti da na spoljni deo obrtne osovine stavljamo mali motor (n) koji ima brzinu obrtanja od 1-2 obrta u minuti. (sl. 2,3)

Pored gore navedenog mogli bi još navesti kao dodatne uredjaje uredjaj za centriranje uzorka. Navedena oprema sastojeći se iz postolja (a) na kome se pričvršćuje kamera pri centriranju uzorka, kao i sijalica (b) za osvetljavanje uzorka koja se postavlja na mesto antikolimitora. Na kolimator sa druge strane postavlja se lupa (c) odredjene žične daljine pomoću koje vidimo uzorak, a samim tim ga i uspešno možemo centrirati (sl. 2,2).

Kamera se postavlja na šinu rendgen aparata do prozora istog kada kontaktnim putem otvarablendu. Rendgen aparat je proizvodnja Philips. Radi na naponu od 35 kv pri jačini anodne struje od 30 mA. Anti katoda mu je od Cu sa filtrom od Ni dobija se karakteristično zračenje K_{α} talasne dužine $\lambda = 1,524 \text{ \AA}^{\circ}$. Hladjenje rendgen aparata vrši se vodom (sl. 2,3).



Sl. 2,3

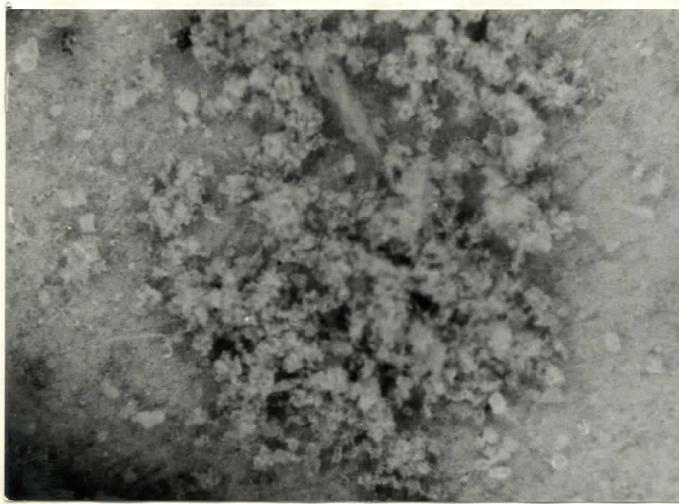
Obrada i priprema uzorka

Obrada i priprema uzorka vrši se na taj način što se dobijeni bubrežni kamenac skalpelom preseče napola i pod mikroskopom posmatra. Potreba za posmatranjem uzorka javlja se iz više razloga, prvo uočavamo da li se isti sastoji iz više slojeva (sl. 2,4 ; $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$). Ako ima više slojeva onda treba skalpelom sastrugati u ahatnom avanu od svakog sloja kemenca ili pak

moženo snimiti svaki sloj zasebno. Supstancu koju smo odvojili u ahatnom avanu tukom drobima sve dotle dok tučak ne počne da klizi po prehu bez krekanja. Sa tako dobijenim finim prahom (sl. 2,5 ; $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ i $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), punimo Lindemann-ovu kapilaru dijametra 0,3 mm.



Sl. 2,4

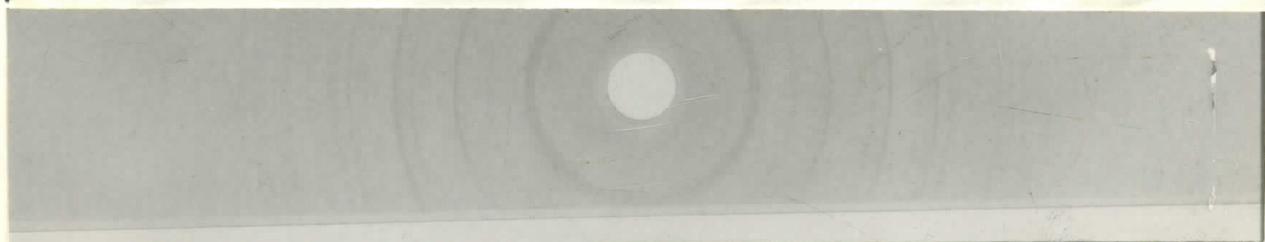


Sl. 2,5

Nepunjena kamera stavlja se na rendgen aparat i eksponaža traje od 48-72 časa.

Na filmu po razvijanju uočavamo difrakcione linije samo oko otvora na filmu kroz koji prolazi antikolimator. Tako dobijeni film (sl. 2,6)(koji ima hemijski sastav $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) stavljamo na

osvetljenu staklenu ploču za koju se može pričvrstiti. Merenje se vrši preciznim nonijusom koji meri i stote delove milimetra. Dobijene rezultate tj. rastojanje $\Delta x-x_2-x_1$ između istih difrakcionih linija (sl. 2,7), odnosno linija koje daje isti difrakcioni konus beležimo u tabeli u kojoj odmah unosimo, na osnovu naše procene, intenzitet (relativan) date difrakcione linije. Tako dobijeni podaci se uporedjuju sa rezultatima za rastojanja difrakcionih linija dobijenih sa snimka standarda.



Sl. 2,6

Vršimo poređenje dobijenih rezultata i tražimo podudarnost linijsa sa najvećim relativnim intenzitetom (100), a onda i ostalih rastojanja difrakcionih linija sa slabijim intenzitetom. Ovde treba biti jako obazriv pri radu, jer često se desi da dva različita jedinjenja imaju istu, ili skoro istu, difrakcionu linijsku najačeg intenziteta, a i još neke slabijeg intenziteta. Teškoća pri identifikaciji nastaju takođe zbog javljanja više komponenata u jednom istom bubrežnom kamencu, koje na snimku daju različite intenzitete linijsa u zavisnosti od njihovog procentualnog sastava. Nije redak slučaj da je kamenac sastavljen od dve tri pa i više komponenata.

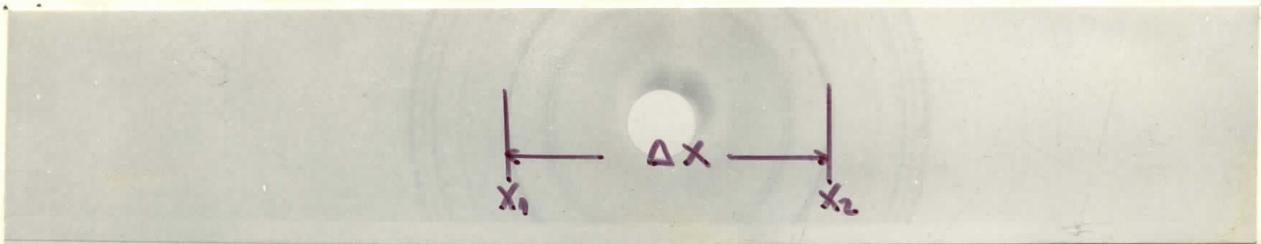
U toku reda izvršili smo mizmanje oko tridesetak bubrežnih kamenaca i standarda.

Bubrežni kamenici su različitog oblika i hemijskog sastava. (sl. 2,8), a)

 $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot 2,25\text{H}_2\text{O}$, b) $\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$,
c) $\text{Ca}_8\text{H}_2(\text{PO}_4)_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ i $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ i d) $\text{C}_5\text{H}_4\text{N}_4\text{O}_3$.

Bubrežni kamenici javljaju se u jedinjenjima koja se grupišu kao OKSALATI, FOSFATI, URATI, i MOLEKULARNE SUPSTANTE. Njihova najčešća jedinjenja data su u tabeli 2,1*.

* - DER HAINSTEIN, Herausgegeben von E. Kienzsch und R.-J. Schneider.



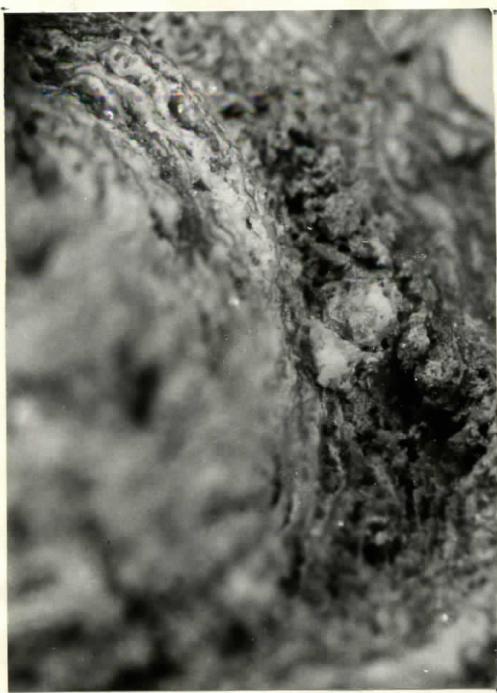
Sl. 2,7



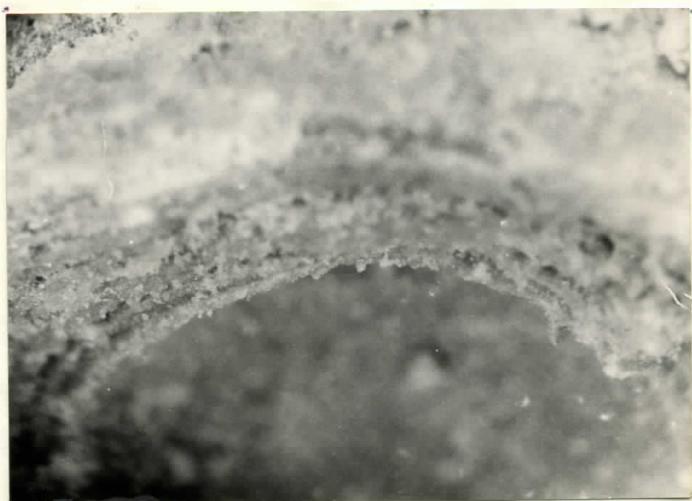
a)



b)



c)



d)

Sl. 2,8



T A B E L A 1, 2

GRUPA	SUPSTANCA	NINER. NAZIV	FORMULA
OKSALATI	KALCIJUM-OKSALAT MONOHIDRAT	VAVELIT	$\text{Ca}(\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$
	KALCIJUM-OKSALAT- DIHIDRAT	VEDELIT	$\text{Ca}(\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
KALCIJUM-HIDROGENFOSFAT			
FOSFATI	-DIHIDRAT	BRUŠIT	$\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
	TRIKALCIJUM-FOSFAT	VIMLOKIT	$\beta \cdot \text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$
	PENTAKALCIJUM-HIDRO- KSID-FOSFAT	HIDROKSILAPATIT	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$
	PENTAKALCIJUMHIDROKSID KARBONAT- KARBONAT-FOSFAT	KARBONAT- APATIT	$\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{K}$ $(\text{OH})_{1-y+z}(\text{CO}_3)_{x+y}$
	OKTAKALCIJUM-FOSFAT		$\text{Ca}_8(\text{HPO}_4)_2(\text{PO}_4)_4 \cdot$ • $5\text{H}_2\text{O}$
	-PENTAHIDRAT		
	MAGNEZIJUM-ANIONUM- FOSPAT-HEKSAHIDRAT	STRUVIT	$\text{MgNH}_4(\text{PO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
	MAGNEZIJUM-HIDROGENFOSFAT = TRIHIDRAT	INJUBERIT	$\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$
	AMONIJUMURAT		$\text{NH}_4(\text{C}_5\text{H}_3\text{N}_4\text{O}_3)$
URATI	NATRIJUMURAT-MONOHIDRAT		$\text{Na}(\text{C}_5\text{H}_3\text{N}_4\text{O}_3) \cdot \text{H}_2\text{O}$
MOLEKULA. SUPSTANCA	MOKRAĆNA KISELINA		$\text{C}_5\text{H}_4\text{N}_4\text{O}_3$
	MOKRAĆNA KISELINA- DIHIDRAT		$\text{C}_5\text{H}_4\text{N}_4\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
	CISTIN		$(-\text{SC}\text{H}_2\text{CHNH}_2\text{COOH})_2$
	KSANTIN		$\text{C}_5\text{H}_4\text{N}_4\text{O}_2$

U teorijskom delu smo napomenuli na kakve sve teškoće nailazimo pri identifikaciji snimka praha, kao i to da metodom praha možemo dobiti podatke o konstantama kristalne rešetke samo za kristale visoke simetrije. Ovo napominjemo zato što u našem radu i nije cilj traženja konstanti kristalne rešetke metodom praha već samo identifikacija snimaka kanenca na osnovu poznatih podataka za standarde.

Iz tog razloga mi čemo navesti kristalografske podatke za neka jedinjenja koja se najčešće javljaju u bubrežnom kamenu (tabela 2, 2):

T A B E L A 2,2

1. Kalcijumoksalat-Monohidret	$\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$
Kristalni sistem:	Monoklin $a_0=6,30$ $b_0=7,29$ $c_0=9,96$ $=106^{\circ}59'$
2. Apatit	$\text{Ca}_5(\text{F},\text{Cl})/(\text{PO}_4)_3$
Kristalni sistem:	heksagonalni $a_0=9,38$ $c_0=6,86$
3. Kalcijumoksalat-dihidrat (Vedelit)	$\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
Kristalni sistem:	tetragonalni $a_0=12,42$ $c_0=7,38$
4. Natrijumurat-Monohidret	$\text{Na}_2\text{C}_5\text{H}_2\text{O}_3\text{N}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$
Kristalni sistem:	nepoznat
5. MOKRAĆNA KISELINA	$\text{C}_5\text{H}_4\text{N}_4\text{O}_3$
Kristalni sistem:	Ortorombični
6. Magnezijum-Amonijumfosfat-heksahidrat (Struvit)	$\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
Kristalni sistem:	ortorombični $a_0=6,95$ $b_0=11,21$ $c_0=6,14$
7. Kalcijum-Hidrogenfosfat-dihidrat (Brušit)	$\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
Kristalni sistem:	monoklinični $a_0=5,89$ $b_0=15,18$ $c_0=6,38$ $=117,^{\circ}28'$
8. Kalcijumfosfat (Hidroksil Apatit)	$\text{Ca}(\text{OH})_2 \cdot 3\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$
Kristalni sistem:	heksagonalni $a_0=9,418$ $c_0=6,884$
9. β -Kalcijum-fosfat (Vitlokit)	$\beta\text{-Ca}_3(\text{PO}_4)_2$
Kristalni sistem:	heksagonalni $a_0=10,423$ $b_0=57,38$
10. Kalcijum-fosfat-dihidrat (Gips)	$\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
Kristalni sistem:	monoklinični $a_0=5,68$ $b_0=15,18$ $c_0=6,51$ $=118^{\circ}25'$
11. Magnezijum-hidrogenfosfat-trihidrat (Hjuberit)	$\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$
Kristalni sistem:	ortorombični
12. Karbonat-apatit (Ca, Mg, Na, H3) $_5(\text{P},\text{C})_3\text{O}_{12}(\text{OH}, \text{Cl}, \text{F})$	
Kristalni sistem:	heksagonalan $a_0=9,45$ $c_0=6,89$

Identifikacija nepoznatih kamensaca

Identifikacije naših snimaka može se vršiti na dva načina. Prvi način je upoređivanje dobijenog snimka sa snimkom standarda (kontaktni način). Drugi način je na osnovu merenja razdaljine između difrekcionih linijsa, odnosno merenje rastojanja između linijsa na snimku koje pripadaju istom difrekcionom konusu i upoređivanje dobijenih rezultata sa tabličnim podacima standarda. Drugi način identifikacije za naš rad je pogodniji i mi smo ga koristili u radu.

Naše dobijene rezultate pri identifikaciji snimka praha bubrežnog kamence i standarda pokušaćemo dati istim hronološkim redom kao na tabeli 2,1 ukoliko nam to bude moguće.

U dole navedenim tabelama daćemo naše rezultate merenja i identifikacije.

N	Dobijeni rezultati $\Delta x = x_2 - x_1$ (mm)	J/J_0	$\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$		$\text{CaC}_2\text{O}_4 \text{H}_2\text{O}$	
			Δx	J/J_0	Δx	J/J_0
1	19,96	5	20,15	10	-	-
2	28,70	95	28,55	100	29,80	100
3	40,23	50	40,10	30	39,20	5
4	45,57	30	45,45	10	-	-
5	48,55	30	48,30	7	48,75	80
6	57,73	30	57,60	15	-	-
7	60,40	15	-	-	60,15	35
8	64,46	100	64,30	100	-	-
9	72,20	1	-	-	71,80	10
10	74,48	30	74,30	20	-	-
11	76,61	20	76,50	7	76,40	35
12	80,55	40	80,30	2	79,60	7
13	81,53	1	81,60	2	81,60	3
14	85,40	30	85,05	20	84,70	1
15	92,25	40	92,50	20	92,90	6
16	95,83	40	95,60	20	96,20	4
17	99,14	40	99,00	15	-	-
18	102,45	5	101,80	2	101,80	4
19	105,12	20	104,75	7	105,15	4
20	107,98	1	107,95	3	108,25	1

N	<u>Dobijeni rezultati</u>		Standard	<u>$\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$</u>	
	$\Delta x = x_2 - x_1$ (mm)	J/J ₀		$\bar{\Delta}x$	J/J ₀
1	29,90	100	29,80	29,80	100
2	48,80	90	48,75	48,75	80
3	60,40	50	60,15	60,15	35
4	61,50	1	61,55	61,55	5
5	63,10	1	62,85	62,85	5
6	72,20	25	71,80	71,80	10
7	76,74	50	76,40	76,40	35
8	80,00	10	79,60	79,60	7
9	81,50	1	81,60	81,60	3
10	87,50	10	87,15	87,15	7
11					
46	<u>Dobijeni rezultati</u>			<u>$\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$</u>	
N	$\Delta x = x_2 - x_1$ (mm)	J/J ₀	$\bar{\Delta}x$	J/J ₀	
1	29,67	100	29,80	29,80	100
2	47,30	2	46,95	46,95	3
3	48,87	95	48,75	48,75	80
4	60,30	60	60,15	60,15	35
5	63,18	2	62,85	62,85	5
6	72,17	20	71,80	71,80	10
7	76,50	50	76,40	76,40	35
8	79,62	15	79,60	79,60	7
9	87,20	5	87,15	87,15	7
10	91,88	2	91,55	91,55	6
11	93,15	2	92,90	92,90	6
12	94,40	2	94,05	94,05	6
37	<u>Dobijeni rezultati</u>			<u>$\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot 2,25\text{H}_2\text{O}$</u>	
N	$\Delta x = x_2 - x_1$ (mm)	J/J ₀	$\bar{\Delta}x$	J/J ₀	
1	28,83	20	28,55	28,55	100
2	48,70	10	48,30	48,30	7
3	46,60	100	64,30	64,30	100
4	76,63	10	76,50	76,50	7
5	80,48	1	80,30	80,30	2

Očigledno snimak kamence 37 nije uspeo jer dosta linija nismo mogli dešifrovati. Zato smo ponovo pažljivije pripremili uzorak, i izvršili snimanje i dobili sledeći rezultat.

N	Dobijeni rez. Δ x (mm)	J/jo	MgNH ₄ PO ₄ ·6H ₂ O	CaC ₂ O ₄ ·2,25H ₂ O	J/jo	Ca ₃ (PO ₄) ₂	
			Δ x	J/jo		Δ x	J/jo
1	28,68	10	28,70	1	28,55	100	-
2	29,88	8	29,95	30	-	-	-
3	31,57	10	31,55	50	-	-	-
4	32,84	1	32,95	20	-	-	-
5	40,24	1	-	-	40,10	30	-
6	41,68	50	41,65	100	-	-	-
7	42,83	5	42,95	25	-	-	-
8	51,50	15	51,25	4	-	-	51,80
9	54,65	5	54,15	25	-	-	-
10	61,22	40	61,25	45	-	-	-
11	64,08	100	63,70	30	64,30	100	63,55
12	66,76	45	66,60	50	-	-	65,90
13	80,16	8	80,10	1	-	-	79,50
14	85,24	5	84,90	3	85,05	20	-
15	91,36	8	-	-	92,50	20	-
16	96,00	5	-	-	95,60	20	95,90
17	101,68	5	101,40	8	101,80	2	-

N	Dobijeni rezultati Δ x (mm)	J/jo	Standard	CaSO ₄ ·2H ₂ O (Gips)	
			Δ x	J/jo	
1	25,30	80		25,25	40
2	41,40	100		41,40	100
3	46,80	5		46,60	5
4	58,30	90		58,15	50
5	62,20	60		62,15	45
6	64,30	5		64,05	3
7	66,86	50		66,60	35
8	71,90	5		71,80	4
9	81,30	15		81,20	6
10	87,00	30		86,80	20
11	95,54	5		95,45	5
12	113,42	10		113,35	5

36 Dobijeni rezultati

N	Δx (mm)	J/J ₀	$\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	
			Δx	J/J ₀
1	29,90	100	29,80	100
2	49,00	95	48,75	80
3	63,28	1	62,85	5
4	59,97	40	60,15	35
5	72,00	20	71,80	10
6	76,60	60	76,40	35
7	79,73	5	79,60	7
8	87,30	5	87,15	7
9	96,48	1	96,20	4
10	105,58	5	105,15	4

N Dobijeni rezultati

N	Δx (mm)	J/J ₀	$\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$		Standard
			Δx	J/J ₀	
1	29,67	100	29,80	100	
2	47,30	2	46,95	3	
3	48,83	90	48,75	80	
4	60,30	60	60,15	35	
5	63,18	2	62,85	5	
6	72,17	20	71,80	10	
7	76,50	50	76,40	35	
8	80,00	15	79,60	7	
9	87,20	5	87,15	7	
10	91,88	2	91,55	6	
11	93,15	2	92,90	6	
12	94,40	2	94,05	6	

35 Dobijeni rezultati

N	Δx (mm)	J/jo	Jezgro $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	
			Δx	J/jo
1	29,91	100	29,80	100
2	48,89	90	48,75	80
3	60,08	50	60,15	35
4	72,03	15	71,80	10
5	79,71	40	76,40	35
6	79,71	10	79,60	7
7	105,23	5	105,15	4

Snimanje spoljnog sloja kamence 35 dobili smo iste rezultate kao za jezgro, iako imaju različitu boju. Dakle, i spoljašnji sloj kamence 35 je $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

42	<u>Dobijeni rezultati</u>		$\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	
	Δx (mm)	J/J ₀	Δx	J/J ₀
1	29,70	100	29,80	100
2	39,26	2	39,20	3
3	47,28	4	46,95	3
4	49,07	95	48,75	80
5	60,40	60	60,15	35
6	61,35	10	61,55	5
7	62,96	10	62,85	5
8	72,24	40	71,80	10
9	76,74	50	76,40	35
10	79,94	45	79,60	7
11	81,65	10	81,60	3
12	86,23	5	87,15	7
13	91,80	30	91,55	6
14	93,27	20	92,90	6
15	94,32	20	94,05	6
16	96,37	20	96,20	4
17	98,37	20	98,25	4
18	100,00	10	100,05	4

II	<u>Dobijeni rezultati</u>		Standard	CaCO_3
	Δx (mm)	J/J ₀	Δx	J/J ₀
1	46,70	10	46,15	10
2	58,30	100	58,85	100
3	72,10	15	72,00	20
4	80,00	15	78,90	30
5	86,00	15	86,30	25
6	94,80	15	94,95	25
7	97,00	15	97,15	20

N	<u>Dobijeni rezultati</u>		<u>$\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot 2,25\text{H}_2\text{O}$</u>		i	<u>$\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$</u>	
	Δx (mm)	J/J ₀	Δx	J/J ₀		Δx	J/J ₀
1	28,60	100	28,55	100		-	-
2	29,98	95	-	-		29,80	100
3	40,35	20	40,10	30		39,20	3
4	45,46	1	45,46	10		-	-
5	47,43	1	48,30	7		-	-
6	48,66	90	-	-		48,75	80
7	57,62	5	57,60	15		-	-
8	60,28	20	-	-		60,15	35
9	63,38	1	-	-		62,85	5
10	64,46	90	64,30	100		-	-
11	72,17	15	-	-		71,80	10
12	74,30	5	74,30	20		-	-
13	76,42	50	76,50	7		76,40	35
14	80,14	10	80,30	2		79,60	7
15	81,97	1	81,60	2		81,60	3
16	85,48	5	85,05	20		84,70	1
17	87,21	2	-	-		87,15	7
18	92,70	5	92,50	20		92,90	6
19	94,15	1	-	-		87,15	7
20	95,83	10	95,60	20		96,20	4
21	99,04	5	99,00	15		-	-
22	101,72	2	101,80	2		101,80	4
23	105,09	10	104,75	7		105,15	4

N	<u>Dobijeni rezultati</u>		Jezgro	<u>$\text{Ca}_8\text{H}_2(\text{PO}_4)_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$</u>	
	Δx (mm)	J/J ₀		Δx	J/J ₀
1	52,28	50		51,90	35
2	63,55	100		63,40	100
3	67,55	1		68,10	15
4	79,51	5		79,15	5
5	93,60	10		93,05	20
6	98,84	10		98,75	20
7	106,40	10		106,90	10

N	<u>Dobijeni rez.</u>	<u>$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot \beta$</u>		<u>$\text{Ca}_8\text{H}_2(\text{PO}_4)_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$</u>		<u>$\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$</u>		
		Δx (nm)	J/J ₀	Δx	J/J ₀	Δx	J/J ₀	
1	29,88	90	-	-	-	29,80	100	
2	48,88	50	-	-	48,40	1	48,75	80
3	51,90	90	51,80	20	51,90	35	-	-
4	56,20	1	56,20	2	-	-	-	-
5	60,22	10	60,63	3	-	-	60,15	35
6	63,74	100	63,40	100	63,55	100	-	-
7	65,94	1	65,90	30	65,65	10	-	-
8	67,76	1	68,15	10	68,10	15	-	-
9	71,83	5	-	-	-	-	71,80	10
10	76,64	10	76,40	35	80,10	-	76,40	35
11	80,10	5	79,50	10	79,15	5	79,60	7
12	87,38	2	87,75	1	-	-	87,15	7
13	93,30	5	92,95	20	93,05	20	92,90	6
14	95,90	1	95,90	5	-	-	96,20	4
15	98,92	1	98,60	20	98,75	20	98,25	4

N	<u>Dobijeni rezultati</u>		Standard	<u>$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$</u>	
	Δx (nm)	J/J ₀		Δx	J/J ₀
1	27,41	8		27,25	8
2	34,20	10		33,85	15
3	44,08	6		43,70	5
4	51,73	10		51,45	20
5	53,20	1		53,20	2
6	55,84	70		55,40	50
7	59,60	5		59,10	10
8	62,34	100		61,90	100
9	65,14	1		64,85	5
10	68,95	80		68,55	55
11	80,00	5		79,50	10
12	94,14	8		93,70	15
13	106,22	10		105,75	20
14	119,20	8		118,85	15

39	Dobijeni rezultati		$\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$		$\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	
	Δx (mm)	J/J ₀	Δx	J/J ₀	Δx	J/J ₀
1	28,32	100	-	-	28,55	100
2	30,04	100	29,80	100	-	-
3	39,93	50	-	-	40,10	30
4	45,30	10	-	-	45,45	10
5	48,50	90	48,75	80	48,30	7
6	57,44	20	-	-	57,60	15
7	59,70	45	60,15	35	-	-
8	64,20	95	-	-	64,30	100
9	71,32	20	71,80	10	-	-
10	73,56	20	-	-	74,30	20
11	75,82	80	76,40	35	76,50	7
12	79,32	40	79,60	7	79,65	1
13	84,08	20	84,70	1	-	-
14	86,10	20	87,15	7	-	-
15	91,88	35	91,55	6	92,50	20
16	94,43	30	94,05	6	-	-
17	97,70	30	98,25	4	-	-
18	100,86	10	100,05	4	99,00	15
19	103,70	25	-	-	104,75	7
20	106,56	10	107,95	3	107,95	3

44	Dobijeni rezultati		$\text{Ca}_8(\text{H}_2\text{O})_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$		$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot \beta$	
	Δx (mm)	J/J ₀	Δx	J/J ₀	Δx	J/J ₀
1	52,12	50	51,90	35	51,80	20
2	55,94	1	56,10	-	56,20	2
3	63,92	100	63,40	100	63,55	100
4	66,10	15	-	-	65,90	30
5	68,10	1	68,10	10	68,15	10
6	79,18	5	79,15	5	79,50	10
7	93,62	20	93,05	20	92,95	20
8	99,17	25	98,75	20	98,60	20
9	111,48	30	-	-	111,35	2
10	128,36	1	-	-	127,25	5

40	<u>Dobijeni rezultati</u>		<u>$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$</u>	
	Δx (mm)	J/J ₀	Δx	J/J ₀
1	51,86	50	51,90	35
2	64,12	100	64,30	100
3	79,35	1	79,15	5
4	93,70	2	93,05	20
5	98,75	20	98,75	20
6	106,65	1	106,90	10

43	<u>Dobijeni rezultati</u>		<u>$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot \beta$</u>	<u>$\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$</u>		
	Δx (mm)	J/J ₀	Δx	J/J ₀	Δx	J/J ₀
1	29,90	40	-	-	29,95	30
2	31,60	20	-	-	31,55	50
3	33,08	1	-	-	32,95	20
4	41,78	70	-	-	41,65	100
5	43,04	1	42,95	-	42,95	25
6	49,00	15	-	-	50,00	1
7	51,60	50	51,80	20	51,25	4
8	54,18	5	-	-	54,15	25
9	60,90	5	60,60	3	61,25	45
10	63,80	100	63,55	100	63,70	30
11	66,60	30	65,90	30	66,60	50
12	72,00	1	-	-	71,70	2
13	76,10	10	-	-	76,70	3
14	79,90	1	79,50	10	80,10	1
15	87,60	1	87,75	1	87,90	4
16	92,52	1	92,95	20	92,68	7
17	98,38	1	98,60	20	98,60	1
18	100,70	1	100,25	2	101,40	8
19	105,80	1	105,85	10	105,15	5

Bubrežni kamenec 43 inao je vidljiv srednji sloj koji smo posebno snimili kao i jezgro sa spoljašnjim slojem i dobili različite hemijske sastave za slojeve navedenog kamence, a što se vidi iz sledećih rezultata.

43 N	Dobijeni rezultati		$\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$		Srednji sloj
	Δx (mm)	J/J ₀	Δx	J/J ₀	
1	29,50	100	29,80	100	
2	48,60	95	48,75	80	
3	59,90	30	60,15	35	
4	71,90	10	71,80	10	
5	76,30	30	76,40	35	
6	79,70	10	79,60	7	
7	87,50	5	87,15	7	
8	94,40	1	94,05	6	

43 N	Dobijeni rezultati		$\text{C}_5\text{H}_4\text{N}_4\text{O}_3$		Spoljašnji sloj i jezgre
	Δx (mm)	J/J ₀	Δx	J/J ₀	
1	26,80	50	26,95	25	
2	31,37	20	31,35	10	
3	36,00	40	35,95	30	
4	46,10	50	46,00	45	
5	56,00	5	55,95	35	
6	57,78	100	57,50	100	
7	62,40	20	62,20	15	
8	69,81	20	69,70	10	
9	80,30	10	80,15	7	
10	119,40	10	119,15	3	

15	Dobijeni rezultati		$\text{C}_5\text{H}_4\text{N}_4\text{O}_3$		
	Δx (mm)	J/J ₀	Δx	J/J ₀	
1	27,00	50	26,95	25	
2	31,60	15	31,35	10	
3	35,90	70	35,95	30	
4	46,02	80	46,00	45	
5	55,80	10	55,95	35	
6	57,60	100	57,50	100	
7	52,20	25	62,20	15	
8	69,90	20	69,70	10	
9	80,40	10	80,15	7	
10	101,30	5	101,25	5	

22 N	Dobijeni rezultati		Spoljšnji sloj	$\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$
	Δx (mm)	J/Jo		
1	29,82	95	29,80	100
2	48,75	100	48,75	100
3	60,40	10	60,15	35
4	71,82	7	71,80	10
5	76,40	10	76,40	35
6	79,58	1	79,60	7
7	86,80	1	87,15	7

41 N	Dobijeni rezultati		$\text{Ca}_5\text{H}_4\text{N}_4\text{O}_3$	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	MgCO_3	FeC_2O_4	Δx (mm)	J/Jo	Δx	J/Jo	Δx	J/Jo
	Δx (mm)	J/Jo										
1	27,04	90	26,95	25	-	-	27,70	10	-	-	-	-
2	31,52	40	31,35	10	-	-	30,60	100	-	-	-	-
3	35,98	80	35,95	30	-	-	-	-	-	-	-	-
4	36,14	10	-	-	-	-	-	-	36,80	100	-	-
5	45,78	90	45,00	45	-	-	-	-	46,20	10	-	-
6	55,58	80	55,95	35	55,40	50	-	-	-	-	-	-
7	57,58	100	57,50	100	-	-	58,80	30	57,30	30	-	-
8	59,64	1	59,25	1	59,10	10	-	-	-	-	-	-
9	62,04	55	62,20	15	61,90	100	61,75	25	-	-	-	-
10	69,38	40	68,55	55	68,55	20	-	-	68,55	20	-	-
11	69,92	30	69,70	10	69,95	2	-	-	-	-	-	-
12	82,10	10	82,30	4	-	-	-	-	-	-	-	-

47 N	Dobijeni rezultati		$\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	$\text{Ca}_8\text{H}_2(\text{PO}_4)_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	Δx (mm)	J/Jo	Δx	J/Jo
	Δx (mm)	J/Jo						
1	29,99	80	29,80	100	-	-	-	-
2	48,66	50	48,75	80	-	-	-	-
3	51,66	20	-	-	51,90	35	-	-
4	60,16	10	60,15	30	6	-	-	-
5	63,72	100	-	-	63,40	100	-	-
6	72,05	10	71,80	10	-	-	-	-
7	76,35	20	76,35	35	-	-	-	-
8	79,72	5	79,60	7	-	-	-	-
9	87,32	5	87,15	7	-	-	-	-
10	93,82	2	93,05	6	92,90	20	-	-
11.	98,74	2	98,25	4	98,75	20	-	-
12	106,28	1	-	-	106,90	10	-	-

N	Dobijeni rezultati		$\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$		$\text{Ca}_8\text{H}_2(\text{PO}_4)_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	
	Δx (mm)	J/J ₀	Δx	J/J ₀	Δx	J/J ₀
1	30,20	100	29,80	100	-	-
2	39,20	3	39,20	3	-	-
3	48,86	90	48,75	80	-	-
4	51,55	-	-	-	51,90	35
5	60,51	60	60,15	35	-	-
6	64,14	95	-	-	64,30	100
7	71,94	40	71,80	10	-	-
8	76,72	20	76,40	35	-	-
9	79,93	20	79,60	7	79,15	5
10	87,19	25	87,15	7	-	-
11	93,05	20	92,90	6	93,05	20
12	96,14	25	96,20	4	-	-
13	98,61	5	98,25	4	98,75	20
14	101,82	10	101,80	4	-	-

N	Dobijeni rezultati		$\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$		Spoljni sloj jeisti kao i unutrašnji deo.
	Δx (mm)	J/J ₀	Δx	J/J ₀	
1	30,00	20	29,95	30	
2	31,42	40	31,55	50	
3	32,80	10	32,95	20	
4	41,50	100	41,65	100	
5	42,90	20	42,95	25	
6	53,98	30	54,15	25	
7	61,20	70	61,25	45	
8	63,90	50	63,70	30	
9	66,72	90	66,60	50	
10	76,30	1	76,70	3	
11	87,62	1	87,90	4	
12	92,10	1	92,60	7	
13	101,30	1	101,40	8	
14	103,64	1	103,65	2	
15	104,92	1	105,15	5	
16	115,88	1	115,45	3	

45 II	Dobijeni rezultati		$\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot 2,25\text{H}_2\text{O}$		$\text{Ca}_3\text{H}_2(\text{PO}_4)_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	
	Δx (mm)	J/J ₀	Δx	J/J ₀	Δx	J/J ₀
1	20,33	5	20,15	5	-	-
2	29,05	100	28,55	100	-	-
3	39,80	80	40,10	30	-	-
4	47,90	15	48,37	7	48,40	1
5	51,85	1	52,52	2	51,90	35
6	55,80	1	56,50	1	56,10	-
7	57,00	15	57,60	15	-	-
8	64,00	100	64,30	100	63,40	100
9	73,23	30	74,30	20	-	-
10	78,96	20	78,65	1	79,15	5
11	89,34	1	89,25	7	-	-
12	90,95	10	90,80	1	90,75	-
13	93,00	30	92,50	20	93,05	20
14	97,10	30	95,60	20	98,75	20
15	100,10	5	99,00	15	-	-
16	102,40	15	101,80	2	-	-
17	106,20	5	-	-	106,90	10
18	131,70	15	131,05	2	-	-

38	Dobijeni rezultati		$\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot 2,25\text{H}_2\text{O}$		$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot \beta_0$	
	Δx (mm)	J/J ₀	Δx	J/J ₀	Δx	J/J ₀
1	28,69	50	28,55	100	-	-
2	40,33	20	40,10	30	-	-
3	45,20	1	45,45	10	-	-
4	51,60	5	-	-	51,80	20
5	57,30	2	57,60	15	58,05	5
6	64,28	100	64,30	100	63,55	100
7	73,90	5	74,30	20	65,90	30
8	75,81	10	78,65	1	79,50	10
9	84,50	5	-	-	83,95	2
10	91,95	10	92,50	20	92,95	20
11	94,97	5	94,97	20	-	-
12	97,95	10	-	-	98,60	20

49	Dobijeni rezultati H	x (mm)	J/J ₀	/-SCH ₂ CH(NH ₂)COOH/₂	
				x	J/J ₀
1	37,90	100	37,75	100	
2	42,18	1	42,10	3	
3	44,02	1	43,70	5	
4	56,86	70	56,85	30	
5	66,26	50	66,10	20	
6	68,96	25	68,75	7	
7	76,90	10	76,50	5	
8	83,28	5	83,95	3	
9	92,84	1	92,50	2	
10	103,22	2	102,60	5	
11	117,50	1	117,20	2	

Važno je napomenuti da smo u toku ovoga rada koristili i druge metode snimanja sen metode preha. Cilj nam je bio ne rezreda primenjenih metoda već smo želeli sa istim da potvrdimo ispravnost našeg rada pri identifikaciji kamenca i rezultate dobijene ovim metodama uporedili smo sa kristalografskim podacima u gore navedenim tablicama. (Tablica 2,2).

Uzeli smo jeden kamenac sl. 29 ($\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ i $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) koji se sastoji od dve komponente čiji su kristalografski podaci u tabeli 2,2 pod rednim brojem 1 i 7. Stavljujući isti pod mikroskop iz njega smo izdvojili jeden monokristal

koji smo snimili obrtnom metodom. Na dijagramu snimka slika br. 2,10 izmerili smo rastojanje izmedju nultog i bilo kod nivoa L_n , a dobijeno je rezultat unosili u obrazac koji nam daje

$$P_{(hkl)} = \frac{n\lambda}{\sin \arctg \sqrt{\frac{L_n}{R}}}$$

P - period identičnosti

L_n - rastojanje entog-nivosa

n - radni broj nivosa

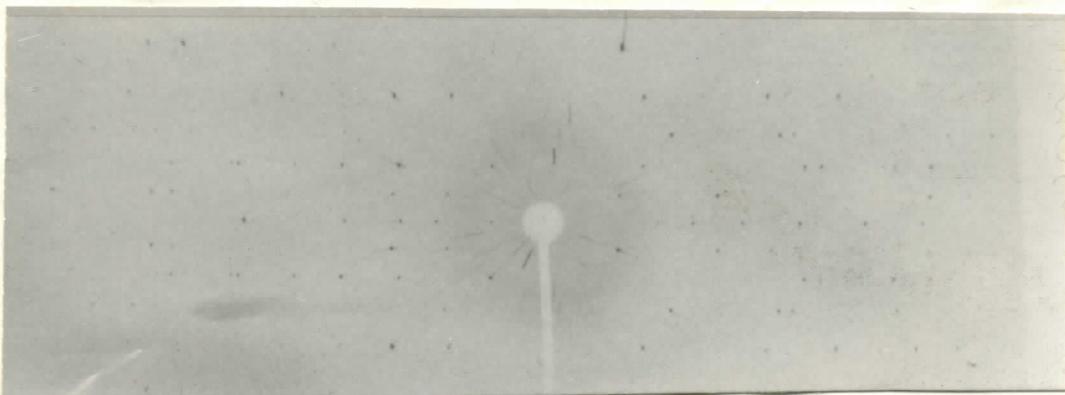
- talasna dužina monohromatskog zračenja od Cu

R - poluprečnik kamere



Slika 2,9

Mi smo dobili da za naš snimak period identičnosti iznosi $d=12,32 \text{ \AA}^{\circ}$.



Sl. 2,10

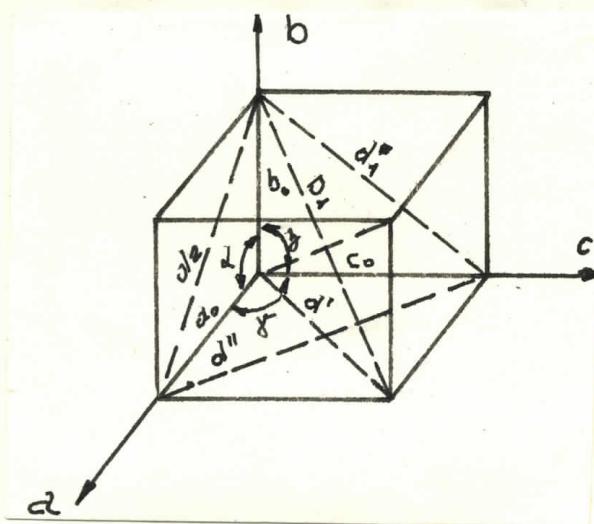
Isti monokristal koji je već centriran (ne njemu smo dobili obrtni dijagram) snimamo metodom pomeranja i kamere i monokristala tj. Vajsenbergovom metodom. Dobijeni snimak prikazan je na sl. 2,11.

Dobijeni rezultati za d nija se poklapao sa kristalografskim poznatim ni jednog navedenog jedinjenja. Vajsenbergov dijagram nam je pokazao da se radi o kristalu sa niskom simetrijom tj. odbacio je mogućnost da dati monokristal pripada jedinjenju $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ koji pripada tetragonalnom kristalnom sistemu.

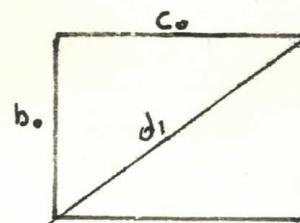


Sl. 2,11

Do nesleganja sa podacima kristalografskim za $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ nastalo je kod orijentacije monokristala pri snimanju obrtnom metodom, tj. primerni u-arak nije ilas da je kristalografska sroda, jer smo ga orijentisali duž neke dijagonale datog kristalnog sistema. Zato smo prošli na izračunavanje svih mogućih površinskih i prostornih dijagonala datog kristala/Sl.2,12/.



Sl. 2,12



Sl. 2,13

Izračunavši sve moguće dijagonale datog kristala, došli smo do zaključka da je to dijagonala koja leži u ravni bcc , a obrazuju je stranica b i c kao što se vidi na slici 2,13. Dobijena vrednost za dijagonalu je $d_1=12,34 \text{ \AA}^\circ$ što se u potpunosti slaže sa našim rezultatom koji smo dobili sa snimka.

Kao što se iz navedenog vidi zaista se radi o kristalu $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, a samim tim potvrdili smo da je naša identifikacija bila ispravna.

Zaključek

U toku rada napravili smo 31 snimak bubrežnog kamencea i standarde, a po dobijenim rezultatima mogli bi smje sve rezultate grupisati na dva načina.

Prvi način bio bi prikaz dobijenih rezultata sa snimka po komponentama koje se javljaju na snimku, a rezultati su prikazani u sledećoj tabeli:

Broj snimaka	12	11	2	1	5
Broj komponenti	1	2	3	4	Standardi

Drugi način prikaza dobijenih rezultata može biti učestalost javljanja pojedinih jedinjenja bilo samih ili kao komponente. Ovaj prikaz dejano na sledećoj tabeli:

Jedinjenje	sam	kao prinesek	ukupno
$\text{Ca}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	6	7	13
$\text{Ca}_3\text{H}_2(\text{PO}_4)_6 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$	2	6	8
$\text{Ca}_2\text{O}_4 \cdot 2,5\text{H}_2\text{O}$	1	6	7
$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot \gamma$	0	4	4
$\text{MgNH}_4\text{PO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	1	2	3
$\text{Ca}_5\text{H}_4\text{N}_4\text{O}_3$	2	1	3
$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	0	2	2
CaCO_3	1	0	1
$-\text{SCH}_2\text{CH}(\text{NH}_2)\text{COOH}_2$	1	0	1
MgCO_3	0	1	1
FeC_2O_4	0	1	1
Ukupno:	14	30	44

Iz dobijenih rezultata možemo konstatovati da su neki bubrežni kamenci javljaju kao minerali koji se inače nalaze u zemljinoj kori i nastali su tokom formiranja zemljine kore.

Minerali koji se stvaraju u bubrežnom kamencu, a koji se najviše javljaju u našem slučaju su: Vavelit, Vitlokit, i Struvit.

U toku reda ispitali smo nekoliko bubrežnih kamenaca po slojevima i konstatovali da kod pojedinih slojeva boja nije ista, ali su slojevi istog hemijskog sastava, dok kod nekih smo dobili različite komponente u različitim slojevima.

Na kraju nepomenimo da prednost metode rentgenske difrakcije za analizu bubrežnog kamenca je u tome da je snimanje potrebno veoma mala količina materijala, što nam omogućuje snimanje pojedinih slojeva kamenca, a na taj način dobijamo uvid u razvoj kamenca. No i pored toga što daje jasne difrektograve za većinu jedinjenja, ne daje dovoljnoj jasne linije kad su u pitanju jedinjenja kalcium-fosfate. Isto tako veoma je teško utvrditi prisustvo jedinjenja u sastavu kamenca čiji je procenat manji od 5%.



L I T E R A T U R A:

1. S. Stanković, J. Margitai, B. Ribar, K. Janča: ISPITIVANJA KAMENACA IZ POKRAĆNIH ORGANA METODOM RENDGENSKE DIFRAKCIJE, Medicinski fakultet i Zavod za fiziku i matematiku Univerziteta u Novom Sadu 1974.
2. E. Heinzsch, H. - J. Schneider: DER HAINSTEIN, Jena 1973.
3. G. B. Bokij i N. A. Boraj - Košic: RENDGENOSKALIČUJUĆI ANALIZ TOM I, izdanje Moskovskog univerziteta 1964. godine.
4. M. Radonić, Š. Mesarić, B. Matković, Z. Radošević: ISPITIVANJE SASTAVA BUBREŽNIH KAMENACA METODOM RENDGENSKE DIFRAKCIJE I INFRACRVENE SPEKTROFOTOMETRIJE. KORELACIJA SA KLINIČNIM PODACIMA, Lij. Vjes. 92:757, 1970.
5. Dr Slobodan Čarić: UVOD U FIZIKU ČVRSTOG STANJA, Zavod za fiziku i matematiku, N. Sad, skripta 1969.
6. Dr Slobodan Čarić: EKSPERIMENTALNE VEŽBE IZ FIZIKE ČVRSTOG STANJA, D-2 deo II-1 do II-9, Zavod za fiziku i matematiku, Novi Sad, skripta 1969.
7. Charles Kiter: UVOD U FIZIKU ČVRSTOG STANJA, Savremena administracija Beograd 1970.
8. Dr inž Dragiša N. Ivanović i inž Vladimir N. Vučić: ATOMSKA I NUKLEARNA FIZIKA, Zavod za izdavanje udžbenika, Beograd 1963. godine.