

PRIRODNO-MATEMATICKI FAKULTET

NOVI SAD



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

Strukturna istraživanja 2(2,6 dimethyl-phenyleimino-
5(2-methylbenzoyl-thiasolidine $C_{19}H_{20}N_2OS$

NOVI SAD

april 1974.

APSOLVENT FIZIKE

MIRA LUKIĆ-MALEŠEVIĆ

Prijatna mi je dužnost da se zahvalim profesoru Dr. Beli Ribaru koji mi je ukazao poverenje i poveria mi izradu diplomskog rada. Takođe veliku zahvalnost dugujem asistentima Agneš Mahlevski i Vladimiru Divjakoviću na mesečinoj pomoci i kerisnim uputstvima pri radu.

Mira Lukić - Malešević



S A D R Ģ A J

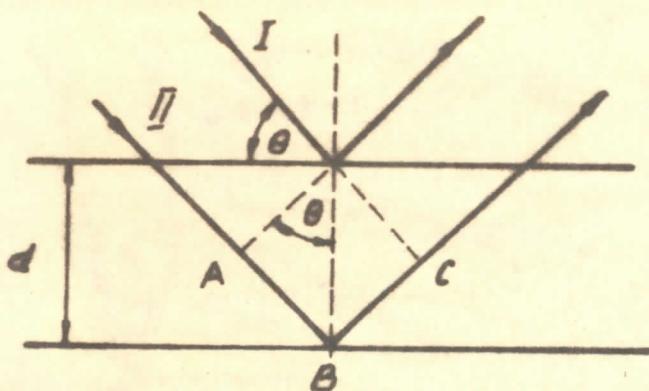
<u>Uvod</u>	
<u>Bragg-ova jednačina</u>	
<u>Obrazac za izračunavanje perioda</u>	
<u>Ballzarenje komere</u>	
<u>određivanje kristalografskog sistema</u>	
<u>određivanje preterne grupe</u>	
<u>određivanje gustine kristala</u>	
<u>određivanje broja molekula po elementarnoj celiji</u>	
DIFRAKCIJA X ZRAKA NA ATOMU	
<u>Elektronska gustina</u>	
<u>Rasjanje X zraka na atomu</u>	
<u>Atomska amplituda</u>	
<u>Difrakcija X zraka na grupi atoma (molekul)</u>	
<u>Obračun amplituda difrakcije molekula</u>	
<u>Molekulski strukturni faktor</u>	
<u>Neked međiuatomske funkcije</u>	
<u>Vektorski preter</u>	
<u>Međiuatomska funkcija</u>	
<u> osobine međiuatomskih funkcija</u>	
<u>određivanje položaja teškog atoma</u>	
<u>Zaključak</u>	

UVOD

Cilj našeg rada je određivanje kristalografskih podataka kristala 2(2,6 - dimethyl-phenyl) - imine 3(2-methylbenzoyl) - thiazolidine, čija je bruta formula $C_{19}H_{20}N_2S$. Određene periode i uglove elementarne celije, kristalografski sistem, prostornu grupu, gustoću kristala i broj molekula u elementarnoj celiji. Slededi korak je određivanje položaja teškog atoma amfера зашто će biti data teorijska osnova, odnosne približe opisana međuanteska funkcija i njene osobine kao i vekterski prostor a takođe i metoda za dobijanje položaja teškog atoma. Na kraju će biti data uporedna tablica rezultata dobijenih filaskom metodom i pomoći difraktenetra, kao i položaj teškog atoma.

B R A G G - OVA J E D N A C I H A

Pojav u difrakciji X zraka na kristalima, Bragg je sveo na pojavu refleksije rendgenskih zraka sa niza mrežnih ravnih koje su među sobom paralelne. Da bi došlo do pozitivne interferencije dva difrakcijska snaga zraka, treba da im je putna razlika jednaka elektrojonskim uzmožnim tešenjima duljina zraka. Na slici I predstavljeni su dve mrežne ravni na odjelu razmaka d , na koje padaju snaci I i II pod uglovima θ . Pozitivna int. erferencija reflektovanih zraka će se ostvariti ako je $\Delta S = n\lambda$ gde je:



SL. I

$\Delta S = AB + BC = 2d \sin \theta$. Ako nazovimo $n\lambda = 2d \sin \theta$ (I)

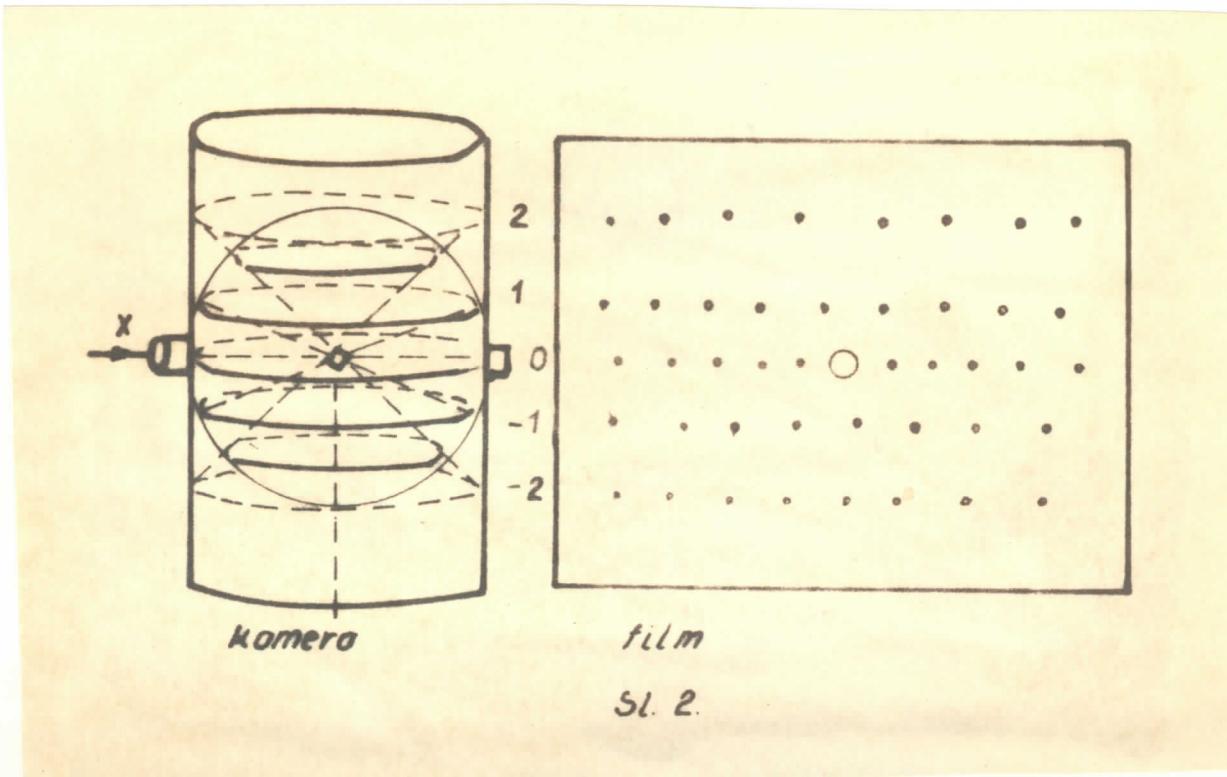
Jednadžina I nam predstavlja Bragg-ov uslov selektivne refleksije.

OBRAZ AC ZA IZRAČUNAVANJE PERIODA

Prilikom određivanja perioda kristalne mrežice, koristi se metoda oscilujućeg kristala. Postavi se kr. istak tako da su kr. iste i sagrađene osi kr. bude koaksijalna sa osom lasersa, a u iste vremenske je i osa rotacije, a lasersa se tako postavlja da joj je osa rotacije normalna na upadni snop X zraka, tako da reflektioni konusi imaju osu koja se poklapa sa osom rotacije. Osnovni presek konusa i lasersa je conj sa koji je $h=0$ (ako je nazivno oscilujuće skuplje osi a osa). Sledeći presek sa lasersom je presek konusa koji omekši refleksiju $2n\ell$, on je na raspoređenju ℓ_1 od prethodnog multog konusa. Za razliku od indeksa $2n\ell$, dobija se presek na raspoređenju ℓ_2 od multog preseka (62). Sada čemo nagnuti lasers na period kriptala:

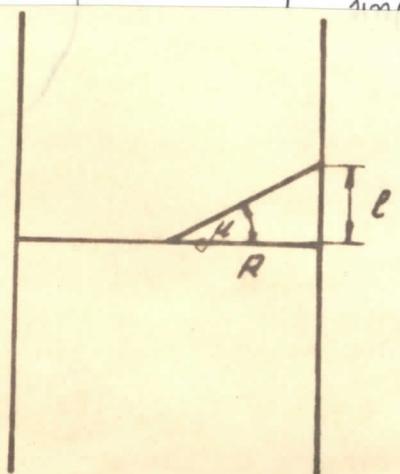
- 3 -

$$\alpha = \frac{\lambda}{\sin \mu} = \frac{\lambda}{\sin(\arctg \frac{2\ell}{2R})}$$



Koristeći ~~xx~~ ovaj izraz, našli smo sve tri periode kristala $C_{12}H_{20}N_2OS$, mereći rastojanje izmedju ~~xx~~ refleksa prvih slojnih linija, zatim sa drugih slojnih linija itd. Obrazac za sve periode je $P = \frac{n\lambda}{\sin(\arctg \frac{2\ell}{2R})}$ gde

je n redni broj slojne linije, λ talasna dužina upotrebljenog X zraka, 2ℓ rastojanje tačaka za određene slojne linije a $2R$ prečnik kamere. Pre nego što smo pristupili određivanju perioda, odredili smo prečnik kamere. (Sl. 3)



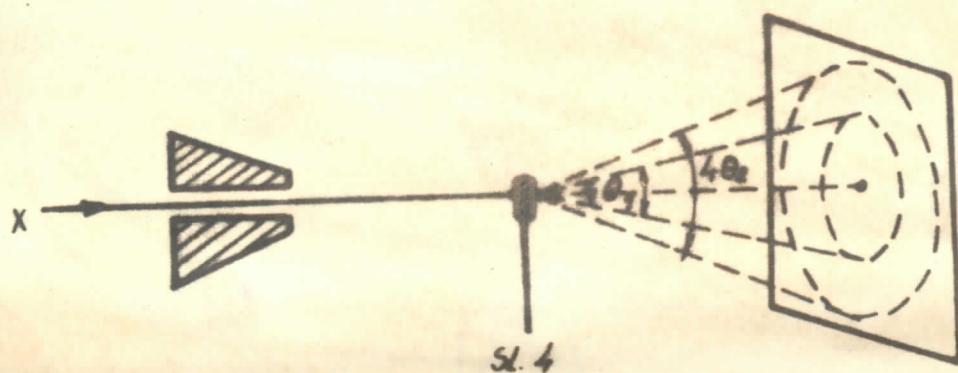
Sl. 3

BAŠ DARENJE KAMERE

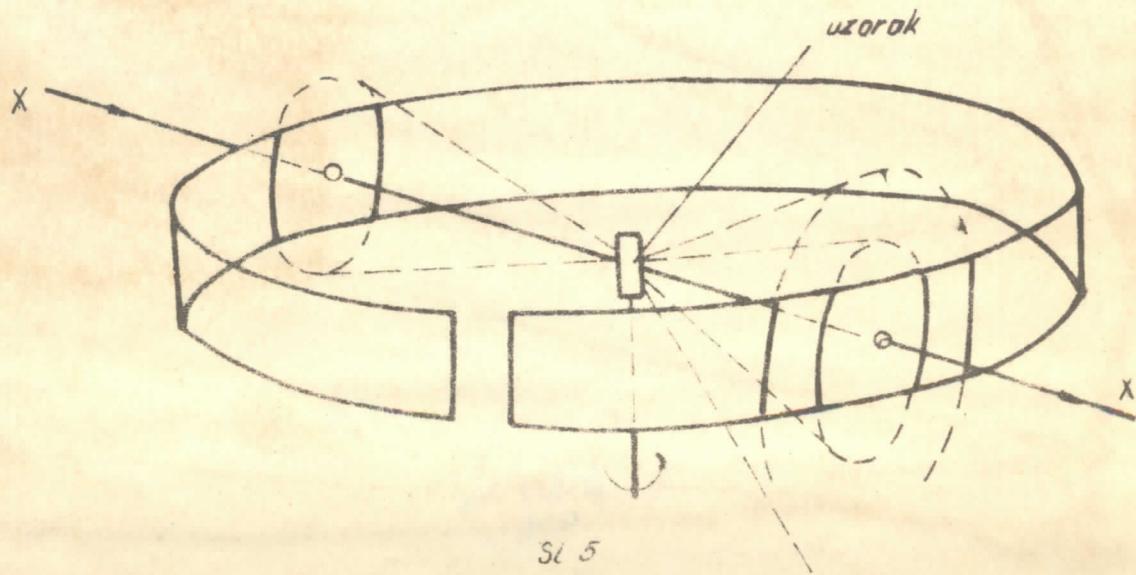
Za snimanje kristala u svom redu, koristili smo kameru cilindričnog oblika sa otvorom za kolimator. Kamera, u koju se stavlja film sa crnom zaštitnom kovertom, postavlja se tako da okružuje gonometarsku glavu sa kristalom. Za kameru je tačno fabrički određen prečnik, međutim efektivni prečnik kamere zavisi od

osnijine filma i crnog novarta, a i od slijepljenja filma u razvijaju i filmatu, te ga ga je potrebno teško odrediti.

Da bi smo odredili efektivni prečnik kružnica, potrebno je preko osnjuća monokristala napraviti snimak praha nekog čistog elementa, koji daje jasne linije. U našem slučaju koristili smo prah germanijusa. Prah se stavlja u kapilare i uputi se na njega



sноп X zraka (sl. 4). Kad na takav prah palimo snop X zraka, veliki broj monokristala iz praha će zadovoljiti Braggov ulov refleksije, te će se javiti pozitivna interferencija po celom kružnicu. Ako je zaklon ravan, dobijemo koncentrične kružnice, koji predstavljaju preseke difrakcijskih kružica sa ravni zaklopa.



Redjutin, oko je sekcion cilindričan, koliko je kod nas, (sl. 5) preseci sa sekciona će imati drugi oblik. Uzno izvedju upadnog i difrakovanog zraka je 2θ , što znadi da će uzno izvedju elipsalno suprotnih izvednica imati 4θ . Od tega nasa je proporcija

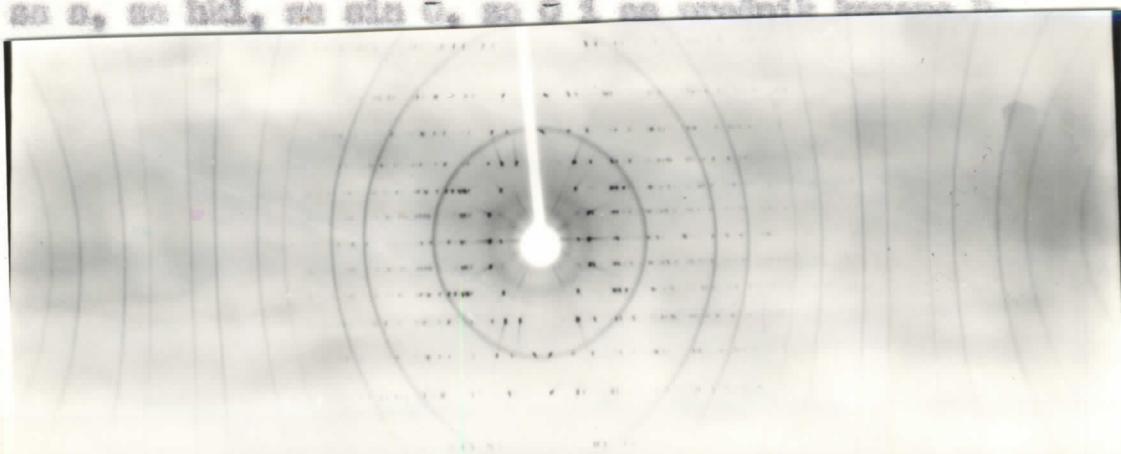
$$360:22\pi = 40:10 \quad \text{sl. 6.}$$

$$2\theta = \frac{720}{11\pi}$$

$$\theta = \frac{360}{11\pi}$$

U ovoj proporciji je u rečenjanju

dve simetrične linije, a D poluprečnik izmene. Za sljedeći gornjičko, koristiću su poznati podaci sa uveo θ i izračivati nekoliko vrednosti sa a , dobili one poluprečnik izmene D . Na slici 7. dat je film na kojem je analiziran oscilacioni snimak oko boga sa momentanjim prehodom gornjičkom. U tabeli ispod snimka filma date su vrednosti sa a , sa b , sa sin θ , pa θ i sa nečijih različica.



sl. 7

a (cm)	b (cm)	$\sin\theta$	θ ($^{\circ}$)	D (cm)
8,458	422	0,68755	41,88	5,77199
9,078	511	0,70203	45,08	5,76998
10,614	561	0,80612	53,72	5,7091
11,973	620	0,86178	59,52	5,70279

ref. = $\sqrt{\frac{a^2 + b^2}{4}}$ [cm]

PRIMARNE KRISELE

Periode krištala su određeni sa oscilacionog ustanka krištala a jedan od tih ustanka dat je na sl. 7 zajedno sa naznajljencima prekosa gornjnjih. U tabeli će biti date izmerene vrednosti i razstojanja odgovarajućih slojnih linija pomoću kojih su dobili period krištala, ustan u rednosći perioda i njihovu srednju vrednost. Koristili su se smoy X zraka teleskopske duljine $\lambda = 1, 5417\text{Å}$ i efektivni pročnik luster je bio Def. = 5,77cm.

n	$\ell(\text{cm})$	$1/\text{Def}$	$\sin(\text{arc tg } 2\ell/\text{Def})$	$n \cdot \lambda$	$p = \frac{n \lambda}{\sin(\text{arc tg } \frac{2\ell}{\text{Def}})}$
1	0,495	0,0755	0,0755	1,9427	20,474
	0,499	0,0759	0,0755		21,365
2	0,905	0,1500	0,1493	3,9854	20,791
	0,902	0,1476	0,1469		21,112
3	1,394	0,2511	0,2511	6,6251	20,547
	1,393	0,2501	0,2506		20,565
3A	1,795	0,3112	0,2971	6,1668	20,508
	1,795	0,3102	0,2957		20,575
5	2,318	0,4630	0,3722	7,7009	20,711
	2,302	0,4652	0,3769		20,761
6	2,900	0,5025	0,4490	9,2582	20,602
	2,906	0,5036	0,4497		20,570
7	3,525	0,6114	0,5215	10,7939	20,670
	3,522	0,6138	0,5271		20,621
8B	4,304	0,7499	0,5970	12,3336	20,632
	4,300	0,7398	0,6002		20,590

$$p = 20,691$$

Na istovremenu mali n se dobaju i ostale dve periode i ove njihove vrednosti.

$$a=9,681$$

$$b=15,721$$

$$c=20,691$$

OPREZNIJEZI KRISTALOGRAFIJU SLOVNA

Na identificaciju kristalografije u slobzi, potrebno su one i uglovi elementarnih čeliči. Periodi su dobili ponovo očekivani, a uglovi su dobijaju preko Vajnsbergovih ordinata. Urednji su dobijanje ovih ordinata sa sastojki od celičnih izmaza da bi se oni sa postavljaju na jedinstvena glava sa kristala n. Razore su ponove da su svoje one, pri čemu se posmatra isostrošenje sa rotacijom kristala. Specijalna pukotina ograničena na dva pravca, singulare smrzanje refleksa one su jedne slojne linije. U refleksima ihog posmatraju izmaze na filoru više neće ležati na istoj pravoj nego da bude raspoređeni po celom filmu. Na taj način dobijeno refleksa su zvani paralelnih jednog kristalografskog osi. Ako izmene refleksa paralelne jedne drugoj osi kristala, a ni da ležati da jedne prave. Da gde vu se na Vajnsbergovim ordinama ponavlja sa ugao od 120°. Rastojanje između tablja je proporcionalno reciproku šećir vrednosti perioda te nadevo reći da se na ordinu vide različne periode, i to baš one da sujih kristal ne okružuju. Na ovaču u navedenja perioda uporabujući ordinat sa Vajnsbergovom mrežom mogu se otkriti uglovi kristalne rešetke. U način navedenog kristal je $C_{19}H_{20}N_2$ OS se dobije:

$$\begin{aligned} a &= 945^\circ \\ b &= 1572^\circ \\ c &= 30,69^\circ \end{aligned}$$
$$\begin{aligned} \alpha &= 90^\circ \\ \beta &= 137^\circ 3' 34'' \\ \gamma &= 90^\circ \end{aligned}$$

Na ovaču dobijenih podataka, uči one zaključiti da kristal pripada nizu kliničkih sistemata.

OPREZNIJEZI PROSTORNE GRADJE

Kristalnu rešetku u slobzi se čvorovima nazive složeni učivi, učivi raspolaži se više podređenim, tako da svaki od njih u svojim čvorovima ima stvarne dve vrste. Sada problem difrakcije nešto trudniji da se riješiti sa svim refleksima i

difrakcijom/je ovih difraktovenih crvaka nastaje rezultujući telac. Intensitet crvaka koji izaziva zasjenjene filtre proporcionalan je kvadratu modula amplitude rezultujućeg telesa (o kojoj će više reći biti kasnije).

$$I = k(F)$$

F je s strukturna amplituda i karakteristične svaku koordinatnu intensitetu (hkl) i datu je izrazom:

$$F(hkl) = \sqrt{\left[\sum f_{0i} \cos 2\pi(hxi + ky_i + lz_i) \right]^2 + \left[\sum f_{0i} \sin 2\pi(hxi + ky_i + lz_i) \right]^2}$$

Ovdje je atomski faktor zasjenjene, koji se sastoji od vrste atoma i od preostalih difraktovenih crvaka, a xyz su koordinate i - tog atoma koji pripada ravni sa indeksima hkl.

Intensitet difraktovenog crvaka se sastoji od geometrijskog razvojnoga atoma i se konitosti do kojih se dodje u pogledu refleksa, bilo odrasla simetrije kristala. Svi kristali se mogu svrstati u 230 prostornih grupa simetrije, koji rezultiraju iz mikro i mikro elemenata simetrije. Pomoću njihova pogleda može dobiti indiciranjem Vajenbergovih znakova, koliko utvrđiti kojoj grupi pripada dati kristal. Znakovi su pogleda koji odgovaraju svim pravim nizu grupskim datim su u International Tables for X-ray Crystallography (Volume I).

Za naš kristal indicirajući miltne slojne linije oko a i b oso i prvu slojnu oko b oso, dobili smo refleksne koji zadovoljavaju uslove:

$$0 \cdot 0 \cdot 0 \text{ za } h = 2n$$

$$h \cdot 0 \cdot l \text{ za } h + l = 2n$$

$$hkl \text{ za } h + k = 2n, 2n + 1, \text{ znaci neka se konitosti.}$$

U datusim uslovima pojavljivanje refleksa zaključujemo da naš kristal pripada prostornoj grupi $P21/n$

ODREDJIVANJE GUSCINE KRISTALA

Gustina kristala smo odredili metodom Lebdenja u rastvoru kuhinjske soli. Pos tupek je sljedeći: napravi se sadičan rastvor NaCl i u njega se ubaci nekoliko kristala bez unutarnjih defekata.

Dok je jo gustina kristala manja od gustine rastvora, ona će plivati po njegovej površini. Odatle se unutra dočitilo rupa u kojoj i posredu pipete se sipe krpice po krpici, sve dok kristali ne pođu da lebde u rastvoru ukušnjenoj soli. U tom trenutku su i stine rastvora i kristala izjednačene.

Gustina rastvora određujeno posredu plinsmetra čija mu je kapaciteta V poznata. Izmerino na mihalitičkim terenijima muž p. Živković i sur. ovog plinsmetra, uobičajeno je to muk n, satim ga neupoznato i odatle crca i netvorimo, tako da muž učinjava i nad opet izmerimo muž juncog plinsmetra, oznadićemo je sa m, tada muž je mase rastvora dodata n = n + m, a pošto je neupoznata dodata, vrednost gustine rastvora o dnogno gustine kristala je:

$$V = 5,05 \text{ cm}^3$$

$$n = 6,2735 \text{ g}$$

$$m = 12,251 \text{ g}$$

$$\rho = \frac{n}{V} = \frac{n+m}{V} = \frac{12,251 - 6,272}{5,05} = \frac{5,979}{5,05}$$

$$\rho = 1,195 \text{ g/cm}^3$$

ODREĐIVANJE BROJA MOLEKULA PO KALCIJUMSKOJ ČELIJI

Kako su mu poznate period elementarne čelijske i uglovi i kako je eksperimentalno izmerena gustina kristala, i kako mu je data bruto masu C₁₉H₂₀O₂, možemo izračunati njegovu molekulsku težinu i nadi vrednost grana ovog jedinjenja.

$$M_{C_19} = 12,011 \times 19 = 228,209$$

$$M_{H_{20}} = 1,008 \times 20 = 20,160$$

$$M_O = 16,000 \times 2 = 32,000$$

$$M_C = 12,011 \times 1 = 12,011$$

$$M_{C_19H_{20}O_2} = 228,209 + 20,160 + 32,000 + 12,011 = 272,380$$

$$M_{C_19H_{20}O_2} = 272,380$$

$$M_{C_19H_{20}O$$

Ovde nam je ρ izmerena gustina kristala, V zapremina elementarne celije, N Avogadroov broj, a Z broj molekula u elementarnoj celiji. Iz ove jednačine možemo izračunati Z u obliku

$$Z = \frac{\rho V}{N}$$

Ponuđene vrednosti su:

$$\rho = 1,19 \text{ g/cm}^3$$

$$V = 6,025 \times 10^{23}$$

$$a = 9,48 \text{ \AA}$$

$$b = 15,72 \text{ \AA}$$

$$c = 20,69 \text{ \AA}$$

$$\beta = 137^\circ 30'' \sin \beta = 0,6902$$

$$V = abc \times \sin \beta$$

Ako gornje v rednosći uvratimo u obrazac za Z dobijen je:

$$Z = \frac{1,19 \times 9,48 \times 15,72 \times 20,69 \times 6,025 \times 10^{23} \times 0,6902}{324,451}$$

$$Z = 0,0405 = 4$$

Zaključujemo da se u elementarnoj celiji nalaze četiri molekula. Broj molekula se dobije preko izmerene vrednosti na gustinu izmerenih u rednosći na periode i uglove i na poznatu molekulsku težinu. Ako taj broj molekula u elementarnoj celiji uzmu kao ponut $Z = 4$ možemo dobiti gustinu kristala.

$$\rho = \frac{m}{V}$$

Za naše vrednosti to je:

$$\rho = \frac{4 \times 324,451}{9,48 \times 15,72 \times 20,69 \times 6,025 \times 10^{23}}$$

$$\rho = 1,18 \text{ g/cm}^3$$

Ovakvo dobijena gustina se naziva redigencija.

Broj molekula po elementarnoj celiji mora biti jednak broju prostorne grupe.

D I P R A K C I J A X Z R A K A N A A T O M U

ELEKTRONSKA GUSTINA

Ako se prelazi sa rasejanja elektrona na rasejanje na atomu, intenzitet difrakcijevanih zraka zavisnost postaje složenija. Polarizacioni faktori koji zavisi samo od ugla, a petiće od polarizacije x zraka na atomu, daje se i uticaj interferencije fazne posmerenih difrakcijevanih zraka na različitim delevima atoma. Difrakcijevani zraci na dva elektrona u atomu će u tačku posmatra- nja stići sa nekom putnom razlikom. Amplituda, osnova intenzitet rasejanog zračenja zavisiće ne samo od rasporeda elektrona u atomu, nego i od ugla rasejanja. Treba napomenuti da je intenzi- tet difrakcijevanog zraka uvek manji od intenziteta upadnog zraka, jer je putna razlika uvek manja od vrednosti talasne dužine zraka, baš zbog toga što su i dimenzije atoma na kome se vrši rasejanje istog reda veličine talasne dužine zračenja. Naš baš zbog toga interesuje intenzitet zračenja, koji je preuzetovan kretanjem elektrona, to jest, njihovim elektronskim oblikom. Praktične, mi ne gverimo o diskretnim korpuskularama od dva elektrona nego o sistemu koji možemo predstaviti sa Z.

S gledišta kvantne mehanike, svaki elektron se karakteriše talasnom funkcijom $\Psi_i(x,y,z)$ koja pokazuje statistički raspored elektrona u prostoru. Kvadrat njenog modula $|\Psi_i(x,y,z)|^2$ predstavlja verovatnodu nalaska tog elektrona u datoj tačci atoma. Zbir svih verovatneda u atomu $\rho(x,y,z) = \sum_{i=1}^N |\Psi_i(x,y,z)|^2$ predstavlja usrednjeno u vremenu mnoštvo elektrona koji dolaze na jedinicu zapreminu i naziva se elektronska gustina. Gustina nalaska $|\Psi_i(x,y,z)|^2$ pojedinih elektrona može se naći pomoću kvantne mehaničkih metoda. Tražeći ove funkcije, možemo naći opštu krivu elektronske gustine u zavisnosti od rastojanja tačaka od centra atoma.

RASEJANJE X ZRAKA NA ATOMU

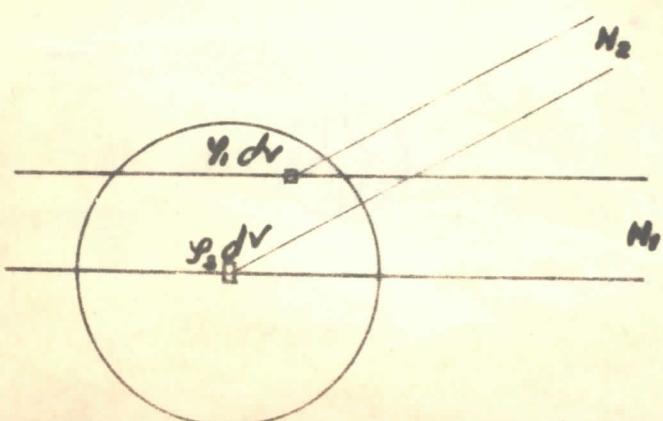
Uzimajući u atomu dve vrlo male zapremine dV sa elektronskim gustinama ρ_1, ρ_2 jednu u blizini jezgra, a drugu u bilo kojoj drugoj tački. Pri rasejanju X zraka, prva zapremina će dati sekundarni talas amplitude $E \rho_1 dV$ a druga $E \rho_2 dV$. Posmatraćemo rezultujući talas koji potiče od dve posebne zapremine u različitim pravcima. U pravcu upadnog snopa zraka, difrakтовани zraci su u fazi, a rezultujuća amplituda je

$$\text{jednaka zbiru pojedinih amplituda } E \rho_1 dV + E \rho_2 dV$$

Pri promeni pravca, difrakcionni zraci su pomereni fazne i javlja se unanjenja amplituda rezultujućeg talasa. Što je veći ugao skretanja, razlika faza je veća i unanjenje amplitude je značajnije. Ako zapremine dV_1 i dV_2 izaboreme dovoljno daleke jednu od druge, razlika faza talasa može biti veća od π pa se čak

približiti vrednosti kada bi rezultujuća amplituda poneve rasla. Ne iz karaktera raspredjelja elektronskih gustoća sledi da neke udote u rasejanju moraju imati delevi atoma iz njegovog centralnog dela, tamo gde je elektronska gustoća a svišim tis i nad rasejanja najveća. Ti najposebniji delevi za raspršenje se nalaze na rastojanjima manjim od talasne dužine λ zračenja i oni uslevljavaju monotono opadanje intensiteta rasejanih zraka, sa povećanjem ugla rasejanja. sl (8)

Jedan treba da pozazise zakoniteost intenziteta od talasne dužine λ zraka. Ako smatramo da nam je ugao rasejanja konstantan, a neka nam je talasna dužina smanjuje, sa njenim smanjenjem



sl. 8.

povećava se fazna razlika rasejanih zraka, odakle možemo zaključiti da se rezultujuća amplituda smanjuje. Možemo odatle zaključiti da rezultujuća amplituda rasejanog zraka E_d zavisi od ugla rasejanja θ i od talasne duljine zraka λ .

ATOMSKA AMPLITUDA

U pravcu upadnog zraka, svi rasejeni zraci su u istoj fazi i rezultujuća amplituda je $E_d = Z E_0$, dok je u svim drugim pravcima E_d manje i zavisi od sina.

Napisanome E_d u formi zavisnosti od ugla rasejanja θ i od talasne duljine

$$E_d = f\left(\frac{\sin \theta}{\lambda}\right) E_0 \text{ gde } f\left(\frac{\sin \theta}{\lambda}\right)$$

ima vrednost Z za $\theta=0^\circ$, a manje je od Z za sve ostale ugleve, inače ima oblik

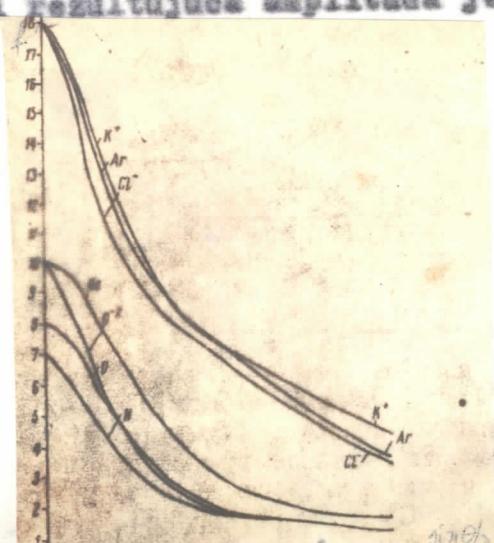
$$f = \int_0^{\infty} U(r) dr \frac{2 \sin(4\pi r \sin \frac{\theta}{\lambda})}{4\pi r \sin \frac{\theta}{\lambda}}$$

gde je $U(r)$ verovatnoća nalajenja

elektrona u atomu. ovaj faktor koji govori ovisnošću o odnosu amplitude nekog rasejanog zraka pod uglem θ i talasne duljine λ i amplitude zraka rasejanog u pravcu upadnog zraka naziva se atomskoj amplitudi ili funkcija atomskog rasejanja. Zavisnosti od rednog broja na (219.)

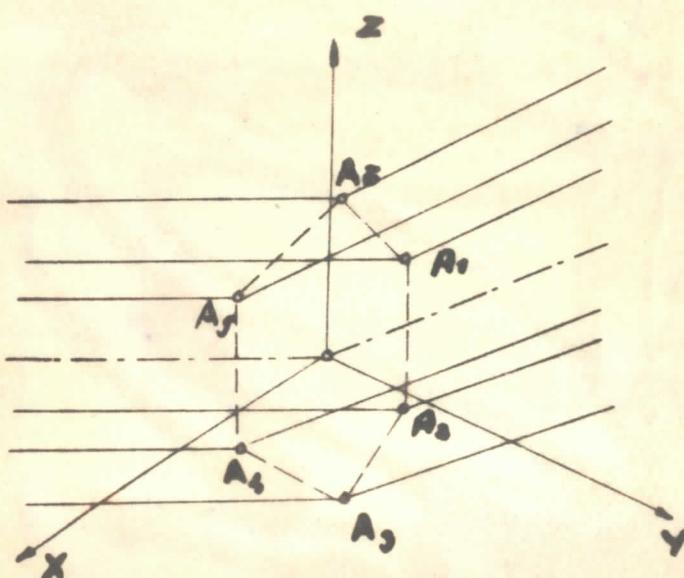
DIFRAKCIJA X ZRAKA NA GRUPI ATOMA (MOLEKULI)

Sledeći korak u razmatranju je rasejanje na grupi atoma, odnosno na molekulu, gde atomi zadržavaju svoju sposobnost difrakcije. Difraktevani zraci od različitih atoma interferiraju među sebe u rezultujući talas. Amplituda rezultujućet talasa ne zavisi samo od faznih razlika difraktevanih talasa, nego i od faznih razlika upadnih talasa. Ako se sposobnost difrakcije svakog atoma smanjuje sa povećanjem ugla, tada rezultujuća amplituda ima tendenciju opadanja, koja ne mora biti monotona. Konkretni oblik te krive zavisi od sposobnosti difrakcije atoma, njihovog uzajamnog položaja i položaja molekula u odnosu na upadni snop, ili kraće rečeno, od atomskih amplituda i koordinata atoma.



OBRAĆUN AMPLITUDA DIFRAKCIJE MOLEKULA

Naš bliži zadatak je uočavanje zavisnosti među intenzitetom difrakovanog talasa i koordinata atoma. Taj odnos nam daje mogućnost ispitivanja strukture kristala. Na slici je dat neki skup atoma A_1, A_2, \dots, A_n koji se nalaze pod udarom upadnog rendgenskog snopa zraka.



Izabran je jedan pravac pod ugлом θ u odnosu na upadni snop i označene puteve zraka od inverza do tačke posmatranja sa R . Za talas koji se rasaje od nekog j -teg atoma, jačina električnog polja u tački posmatranja u nekom momentu

može se napisati:

$$E_j = E_j \cos 2\pi \left(\frac{t}{T} - \frac{R_j}{\lambda} \right)$$

rezultujuća jačina polja u tački posmatranja je u vidu sume:

$$E_N = \sum_{j=1}^N E_j \cos 2\pi \left(\frac{t}{T} - \frac{R_j}{\lambda} \right)$$

Zbog tačnog određivanja položaja atoma uvedimo koordinatni sistem XYZ i spojimo njegov početak sa inverzom talasa i tačkom posmatranja. Označimo rastojanje $Ro + \Delta R$ mle i uporedimo ga sa duljinom puta talasa od inverza do tačke posmatranja, kroz različite atome.

Predpostavimo da je Ro veće od R , za $4R$, od R_2 za $4R_2$ i tako dalje, tada put R od inverza do tačke posmatranja možemo napisati

$R_j = Ro - \Delta R_j$ i električne polje predstaviti u obliku:

$$E_j = \sum_{j=1}^N E_j \cos \left[2\pi \left(\frac{t}{T} - \frac{R_j}{\lambda} \right) + 2\pi \frac{\Delta R_j}{\lambda} \right]$$

ako je $\Delta R_j = 2\pi \frac{\Delta R_i}{\lambda}$ označimo sa δ_j ; $\delta_j = 2\pi \frac{\Delta R_i}{\lambda}$ imamo:

$$E_N = \sum_{j=1}^N E_j \cos \left[2\pi \left(\frac{t}{T} - \frac{R_o}{\lambda} \right) + \delta_j \right]$$

Uvedeći veličinu R_0 , našli smo mogućnost početka računanja faza difrakcionih zraka. Početna faza zamišljenog zraka koji se difrakcija u tački Θ uzeta je za nulu a parametri $\delta_1, \delta_2, \dots, \delta_j$ koji pokazuju zakasjenje po fazi talasa rasejanog na atenu od zamišljenog talasa imaju ulegu početnih faza odgovarajućih talasa. Izvor te razlike u fazama je razlika u putevima R_1, R_2, \dots, R_N .

Rezultat sleganja sinusoidalnih talasa koji imaju istu frekvenciju a odlikuju se amplitudama i početnim fazama debija se kao rezultat sinusoidalni talas iste učestanosti. Tako možemo rezultujuću jačinu električnog polja napisati u formi:

$$E_m = E_m \cos [2\pi \left(\frac{t}{T} - \frac{R_0}{\lambda} \right) + \delta_m]$$

Da bi dobili vezu između intenziteta, odnosne amplituda rezultujućeg talasa i koordinata atoma, moramo rešiti dva problema: prvo treba naći zavisnost rezultujuće amplitude E od amplituda i faza talasa, a drugi je problem u prenalaženju veze između početnih faza talasa rasejanih na atenu i koordinata tih atoma.

Poznat je prvi problem: imamo jednačinu sa dve nepoznate E

$$E_m \cos [2\pi \left(\frac{t}{T} - \frac{R_0}{\lambda} \right) + \delta_m] = \sum_{j=1}^N E_j \cos [2\pi \left(\frac{t}{T} - \frac{R_j}{\lambda} \right) + \delta_j]$$

Istaknimo običnu trigonometrijsku formulu preobražaja kesinusa sume i izbacimo $\cos 2\pi \left(\frac{t}{T} - \frac{R_0}{\lambda} \right)$ i $\sin 2\pi \left(\frac{t}{T} - \frac{R_0}{\lambda} \right)$ ispred znaka sume pa je:

$$E_m \cos [2\pi \left(\frac{t}{T} - \frac{R_0}{\lambda} \right)] \cos \delta_m - E_m \sin [2\pi \left(\frac{t}{T} - \frac{R_0}{\lambda} \right)] \sin \delta_m =$$

$$= \cos [2\pi \left(\frac{t}{T} - \frac{R_0}{\lambda} \right)] \sum_{j=1}^N E_j \cos \delta_j - \sin [2\pi \left(\frac{t}{T} - \frac{R_0}{\lambda} \right)] \sum_{j=1}^N \sin \delta_j \cdot E_j$$

Ova jednačina je jednakost i ona je uvek zadovoljena ukoliko

koeficijenti uz premenljive $\cos [2\pi \left(\frac{t}{T} - \frac{R_0}{\lambda} \right)]$ i $\sin [2\pi \left(\frac{t}{T} - \frac{R_0}{\lambda} \right)]$ jednaki

sa leve i desne strane:

$$E_m \cos \delta_m = \sum_{j=1}^N E_j \cos \delta_j$$

$$E_m \sin \delta_m = \sum_{j=1}^N E_j \sin \delta_j$$

Kvadrirajući leve i desne strane i sabirajući ih sledi:

$$E_m = \sqrt{\left(\sum_{j=1}^N E_j \cos \delta_j \right)^2 + \left(\sum_{j=1}^N E_j \sin \delta_j \right)^2}$$

$$\operatorname{tg} \delta_m = \frac{\sum_{j=1}^N E_j \sin \delta_j}{\sum_{j=1}^N E_j \cos \delta_j}$$



MOLEKULSKI STRUKTURNI FAKTOR

Izrazićemo amplitudu talasa koji se rasejava od pojedinih atoma preko atenskih amplituda $E_j = f_{ik}$ i napišemo intenzitet

$$I_m = \frac{c}{8\pi} E^2 \left\{ \left| \sum_{j=1}^N f_j \cos \phi_j \right|^2 + \left| \sum_{j=1}^N f_j \sin \phi_j \right|^2 \right\}$$

uvedene li znake

$$F_A = \left| \sum_{j=1}^N f_j \cos \phi_j \right|^2 \text{ i } F_B = \left| \sum_{j=1}^N f_j \sin \phi_j \right|^2$$

dalje je:

$$\left| F_m \right|^2 = F_A + F_B = \left| \sum_{j=1}^N f_j \cos \phi_j \right|^2 + \left| \sum_{j=1}^N f_j \sin \phi_j \right|^2$$

Poslednja veličina se naziva strukturalni faktor rasejanja. On pokazuje koliko puta je intenzitet difrakcije na skupu atoma veći od intenziteta difrakcije na jednom elektronu u tom istom pravcu.

Sada možemo napisati amplitudu i početnu fazu u obliku:

$$E_m = E / F_m = E \sqrt{F_A + F_B}$$

znajući da nam je strukturalni faktor dat izrazu:

$$F_{hkl}(c) = \left| \sum_{j=1}^N f_j \cos 2\pi (hx_j + ky_j + lz_j) \right|^2 + \left| \sum_{j=1}^N f_j \sin 2\pi (hx_j + ky_j + lz_j) \right|^2$$

Mogemo zaključiti da baš strukturalni faktor obezbeđuje razliku u intenzitetu difrakcije što je u vezi sa rasporedom atoma u elementarnej deliji. Problem pred istraživačem je da iz izmerenih intenziteta refleksa odredi koordinate atoma.

METOD MEDJUATOMSKIH FUNKCIJA

Strukturalni faktor se ne može rešiti keristeći sistem jednačina tipa

$$F(hkl) = \sum_{j=1}^N f_j e^{2\pi i (hx_j + ky_j + lz_j)}$$

kad strukturalni faktor $F(hkl)$ ne zavisi samo od intenziteta refleksije nego i od početnih faza talasa. Nedjutim problem se ne komplikuje ako se strukturalni faktor izrazi samo u funkciji intenziteta. Sastavimo sistem jednačina

$$|F(h_1 k_1 l_1)|^2 = \Psi_1(x_1 y_1 z_1, x_2 y_2 z_2, \dots, x_N y_N z_N)$$

$$|F(h_2 k_2 l_2)|^2 = \Psi_2(x_1 y_1 z_1, x_2 y_2 z_2, \dots, x_N y_N z_N)$$

$$|F(h_N k_N l_N)|^2 = \Psi_N(x_1 y_1 z_1, x_2 y_2 z_2, \dots, x_N y_N z_N)$$

Posteći principijelna neuguđnost njihovog rešavanja u odnosu na koordinate atoma. Ako uzmes konjugovane kompleksne veličine izrazu $F(hkl)$ te je $F^*(hkl) = \sum_{t=1}^N f_t e^{-2\pi i (hx_t + ky_t + lz_t)}$

Možeći veličinu $F(hkl)$ njenom konjugovanom kompleksnom veličinom

$$F^*(hkl) \cdot F(hkl) = |F(hkl)|^2 \text{ debijeni strukturalni faktor.}$$

$$|F(hlc)|^2 = \sum_{s=1}^N \sum_{t=1}^N f_s f_t e^{2\pi i [h(x_s - x_t) + k(y_s - y_t) + l(z_s - z_t)]}$$

x_s, y_s, z_s su koordinate s-tog atoma a x_t, y_t, z_t su koordinate t-teg atoma, te možemo zaključiti da su $x_s - x_t, y_s - y_t$ i $z_s - z_t$

komponente vektera rastojanja između ta dva atoma. Ako s i t učinaju sve vrednosti od 1 do N, suma sadrži sve komponente međuatomskih vektera koji su u jednoj elementarnoj celiji.

Takođe sam strukturalni faktor nije više funkcija koordinata atoma nego međuatomskih rastojanja odnosno međuatomskih vektera.

$$|F(hlc)|^2 = \sum_{s=1}^N \sum_{t=1}^N f_s f_t e^{2\pi i (h u_{st} + k v_{st} + l w_{st})}$$

Rešenje ovakvog sistema ne daje neposredne koordinate atoma, nego komponente međuatomskih vektera, a edatle treba naći koordinate atoma.

VEKTORSKI PROSTOR

Struktorna amplituda je povezana sa koordinatama atoma na sledeći način:

$$F(hlc) = \sum_{j=1}^N f_j e^{2\pi i (hx_j + ky_j + lz_j)}$$

Strukturalni faktor je određen preko komponenata međuatomskih vektera po izrazu:

$$|F(hlc)|^2 = \sum_{s=1}^N \sum_{t=1}^N f_s f_t e^{2\pi i (h u_{st} + k v_{st} + l w_{st})}$$

Ovaj izraz možemo napisati u drugom obliku ak o umestu indeksa s i t uvedemo zajednički indeks j, koji ide od 1 do $N=N$,

$$f_s \cdot f_t = q_j$$

$$|F(hlc)|^2 = \sum_{j=1}^N q_j e^{2\pi i (h u_j + k v_j + l w_j)}$$

Po ovom obrazcu navedene uvesti novi, veštacki prostor čiji "atomi" imaju koordinate u v-u sa osobinama difrakcije izraženim preko $q_1 = q_2 \dots q_N$. Tako nam ovaj strukturalni faktor ima ulogu strukturne amplitude u tom novom prostoru. U kristalu razlike $u_{st} = x_s - x_t$, $v_{st} = y_s - y_t$ i $w_{st} = z_s - z_t$ su konstantne komponente vektora povućenog iz s-teg u t-ti atoma, elementarne celije. U prostoru modela, te su koordinate j-teg atoma. Sledi da se j-ti atom nalazi na kraju međuatomskog vektora r_{st} . Čiji je početak u početku koordinatnog sistema modela. Na taj način se pravi ovo model: svi vektori polaze iz zajedničkog koordinatnog početka, a na njihovim krajevima su atomi. U elementarnej celiji prostora međuatomskih funkcija dolazi N atoma od kojih N su smešteni u koordinatni početak a ostalih (N-1)N su vezani centrom inverzije u koordinatnom početku. To je i razumljivo, jer se u ovom prostoru javljaju vektori rastojanja s-teg i t-teg atoma, a iste tako t-teg i s-teg atoma. Vidimo da prostor međuatomskih funkcija ima uvek centar inverzije, to jest, javljaju se neki određeni elementi simetrije. Obrazac za $|F(hkl)|^2$ se jednostavno napisati u obliku $(F(hkl))^2 = \sum_{s=1}^N \sum_{t=1}^N f_s f_t \cos 2\pi(hu_{st} + kv_{st} + lw_{st})$ obzirem na postojanje centra simetrije u prostoru modela.

MEDJUATOMSKA FUNKCIJA

U prostoru međuatomskih vektora atomi nisu tačkasti ali njihove osobine rase janja $q_j = f_s - f_t$ zavise od $\sin(\theta/2)$. Nežene zato vekterski prostor karakterisati neprekidne raspoređenje gustoću "difrakciione materije" $P(uvw)$ koju čemo nadalje zvati međuatomskom funkcijom ili funkcijom Pattersonom.

Slična elektroenskoj gustoći i međuatomska funkcija mora imati maksimum u centru svojih atoma. Strukturnu amplitudu navedene izraziti u vidu integrala, vezujući je neposredno sa elektroenskom gustoćom. Tako će biti povezana međuatomska funkcija sa strukturalnim faktorom.

$$F(hkl) = \int_V f(xyz) e^{2\pi i(hx+ky+lz)}$$

$$(F(hkl))^2 = \int_V P_{uvw} e^{2\pi i(hu+kv+lw)} dV_{uvw}$$

evi obrazci se koriste u Fourierovoj analizi i posaoču njih je nešto neosrednje madi vezu između elektronske gustine i međujučanske funkcije. Posmatradimo opet izraz za $F(hkl)$ kao proizvod dve konjugovane kompleksne veličine:

$$|F(hkl)|^2 = \int_V f(x'y'z') e^{2\pi i(hx'+ky'+lz')} dV \int_V f(xyz) e^{-2\pi i(hx+ky+lz)} dV$$

$$= \int_V \int_V f(xyz) f(x'y'z') e^{2\pi i[h(x'-x)+k(y'-y)+l(z'-z)]}$$

ovde nam je $f(xyz)$ elektronska gustina u tački xyz , a $f(x'y'z')$ elektronska gustina u tački $x'y'z'$. Šije su komponente vektora rastojanja $u=x'-x$, $v=y'-y$ i $w=z'-z$. Prva integracija je vezana sa prenošenjem tačke xyz po celom prostoru, pri čemu tačka $x'y'z'$ miruje. Druga integracija je suprotna, xyz miruje, a $x'y'z'$ se kreće po celoj zapreminski elementarne delije. Ova dvojna integracija se može vršiti drugim redosledom, tako da se tačke prenoštaju po celom prostoru a da im se komponente vektora rastojanja uvw ne menjaju (te edgevara prvoj integraciji) a zatim da se ti parametri uvw menjaju (što bi edgevara drugej integraciji). Pomenuta takvog reda integracija matematički je analoga prelaza sa promenljivih $x'y'z'$ na promenljive uvw .

$$x' = x+u, \quad y' = y+v \quad i \quad z' = z+w \quad \Rightarrow \quad dV' = dV_{uvw}$$

Tako nam je sada

$$|F(hkl)|^2 = \int_V \int_V f(xyz) f(x+u, y+v, z+w) e^{2\pi i(hu+kv+lw)} dV dV_{uvw}$$

ili

$$|F(hkl)|^2 = \int_V \left\{ \int_V \int_V f(xyz) f(x+u, y+v, z+w) dV \right\} e^{2\pi i(hu+kv+lw)} dV_{uvw}$$

Uspoređujući prethodni obrazac sas

$$(F(hkl))^2 = \int_V P_{uvw} e^{2\pi i(hu+kv+lw)} dV_{uvw}$$

vidimo da nam je međujučanska funkcija:

$$P_{uvw} = \int_V f(xyz) f(x+u, y+v, z+w) dV$$

$\rho(xyz)$ i $\rho(x+u, y+v, z+w)$ imaju esebine elektronske gustine u kristalnom prostoru u tačkama na krajevima vektera sa komponentama uvw , takođe je međuatsenska funkcija stvar preizveda elektronskih gustina u tačkama na krajevima zadane vektera uvw , pri njegovom paralelnom prebrisanju elementarne celije. Sa prenenom dužine i orijentacije vektera, menja se i vrednost funkcije. U prostoru međuatsenskih funkcija parametri uvw imaju ulegu koordinata tačaka a međuatsenska funkcija koja ima određenu vrednost u svakoj tački, ima ulegu gustine tog prostora. Možemo zaključiti da međuatsenska funkcija ima maksimume koji odgovaraju krajevima međuatsenskih vektera, te jest kad međuatsenski vektor pokazuje baš rastejanje atoma u elementarnoj celiji. Ona je periodična i period dej je jednak periodu elektronske gustine. Prostor međuatsenskih funkcija je centrsimetričan, te možemo pisati

$$P(uvw) = P(\bar{uvw})$$

Pošte je funkcija periodična i neprekidna možemo je razložiti u Fourierov red.

$$P_{(uvw)} = \frac{1}{V_0} \sum_{h=0}^{\infty} \sum_{k=0}^{\infty} \sum_{l=0}^{\infty} |F(hkl)|^2 e^{2\pi i (hu + kv + lw)}$$

Svi koeficijentireda su pozitivni te znači da svi harmonici reda prelaze kroz koordinatni početak (kroz čverove rešetke) svojim maksimumima. Zato se u koordinatnom početku nalazi najjači maksimum. On predstavlja N maksimuma koji odgovaraju mulfem rastejanju svakog atoma od svih sâbe. Koeficijenti reda $|F(hkl)|^2$ zavise samo od eksperimentalnih podataka, zato oblik $P(uvw)$ može biti dobijen bez ikakvih dopunskih pretpostavki o strukturi.

Između atenske funkcije se u principu debijaju svi međuatsenski vektori, a edatle se nalaze koordinate atoma. Visina određjenog maksimuma zavisi od preizveda atenskih brojeva odgovarajućih atoma što se može koristiti ako su atomski brojevi približnih vrednosti.

OSOBINE MEDJUATOMSKIH FUNKCIJA

Maksimumi medjuatomskih funkcija imaju blži nagib od nagiba maksimuma elektronskih gustina, ali zato odnos maksimuma postaje vrlo različit jer visina maksima zavisi od Z Z, te je maksimum za teške atome vrlo veliki. Isto tako je broj maksimuma medjuatomskih funkcija znatno veći od broja maksimuma elektronske gustine a moraju biti smešteni u istoj elementarnej celiji, te iz se rastojanje smanjuje, a vrlo često se može dogoditi da se i preklape, jer je jako verovatno da će se u preseku vektera naći dva vektera isti po veličini i pravcu. Ovo preklapanje kod maksimuma elektronske gustine je nemoguće jer bi te odgovarale preklapanju atoma.

Posteći ješ nekako teškođa koje stvaraaju razrešenje maksimuma, odnosno određivanje položaja atoma. Jedna od njih je što slabiji maksimumi isčešavaju u blizini većih, a mogu isčešnuti i zbog neravnopravnosti fena. Slediće teškođa je baš najveći maksimum u koordinatnom početku, koji se neće iskoristiti a prekriva bliže, slabije maksimume. Maksimumi se, zbog velikog broja preklapaju, što takođe šini teškođu pri razrešavanju strukture.

Položaj teškog atoma S u elementarnoj celiji kristala C₆₀H₆₀^{13 20} odrediti smo metodom medjuatomskih funkcija a određivanje ostalih položaja atoma će se obaviti metodom teškog atoma, što izlazi iz okvira našeg rada.

ODREĐIVANJE POLOJAJA TEHNOG ATOMA

Videli smo u prethodnom izlagaju da nam poznavanje međuatomskih funkcija i njenih maksimuma daje mogućnost određivanja položaja tehničkog atoma. Za njeno računanje koristili smo dobijene intenzitete refleksija sa difraktometrom. Pri selekciji usisali smo samo one intenzitete koji su bili za tri ili više puta veći od greške pri merenju $I > 3\sigma$. Radunar nam je iz 15 intenziteta refleksa, zadnjeg ugla refleksije i odgovarajućih indeksa hkl izračunao periode kristala, uglove elementarne celije, i njenu zapreminu.

Vrednosti perioda kristalne rešetke se nekoliko razlikuju od naličnih, dobijenih filmakovom metodom. Ose a i b se veoma malo razlikuju što zato moguće tunedjiti manjom tehničkom filmakovom metodom dok se ose c veoma razlikuje, na oko 6 \AA . Ova razlika se objašnjava na taj način što je difraktometar pri snimanju, otvorio novu smanju c osu (sto smo i ni predpostavili da je moguće, jer je ose c koju smo mi odredili velika i postojala je verovatnoća da se nađe elementarna celija sa manjom c osom). Odnos ose c dobijene filmakovom metodom i ose c_0 , dobijene na difraktometru dat je na priloženom crtežu.^{sl. 11} Takođe se razlikuje i monoklinski ugao, što je predstavljeno na istoj slici.

Vrednosti perioda i uglova su:

$$a = 9,430(5) \text{ \AA}^0$$

$$\alpha = 90^\circ$$

$$b = 13,751(4) \text{ \AA}^0$$

$$\beta = 105,06(3)^\circ$$

$$c = 14,439(5) \text{ \AA}^0$$

$$\gamma = 90^\circ$$

Prestorna grupa dobijena na difraktometru je kao i kod nas $P_{21/a}$. Što smo odredili je uslov pogodenja refleksa.

Pored navedenih podataka dobili smo vrednost za nadjusot-sku funkciju u trodimenzionalnom vektorskom prostoru sa koecima izracljuvanja po periodama od po $0,025$. dul u i v ose a $0,016$ dul v ose. Na osnova nape smo odrediti polođaj teškog atoma. Kako je za prostornu grupu P_{21}/n poznat odnos polođaja četiri molekula u elementarnoj čeliji, ova okolinost nam može dosta olakšati prenalačenje maksimuma.

Polođaji ekvivalentnih molekula su:

X Y Z	$1/2 - z$	$1/2 + y$	$1/2 - z$
X Y Z	$1/2 + z$	$1/2 - y$	$1/2 + z$

Na Pattersonovej napi možemo predpostaviti gde se nalazi maksimum a to je za $v=1/2$ i $w=1/2$ i u drugom slučaju za $u=1/2$ (sl.^{12,13}). Na napi se traži najjači maksimum izuzimajući onaj koji je smješten u koordinatnom početku i prati se njegova prenosa u nekoliko paralelnih ravnih, te mu se uodi najveća vrednost i nabeleže mu se koordinate. Pored ovog traži se još jedan po veličini sledeći maksimum i određe se njegova koordinate i iz njih posmatras transformacijom se dobijaju koordinate polođaja teškog atoma u elementarnoj čeliji. Treba napomenuti da je traženi maksimum dvostruki, jer odgovara dvema vektorima razstojanja istog prvega, smere i duljine, između dva paralelnih molekula. Ovaj maksimum je najjači jer ga čine dva vektora razstojanja. Ilustracija Pattersonove funkcije je data kao prilog i može se na njo videti da su maksimumi 183 i 134 a da su ih koordinate:

$$\begin{array}{lll} \text{Max} = 183 & u=1/2 & v=27/120 = 0,225 \\ \text{Max} = 134 & u=24/120 = 0,2 & v=1/2 \\ & & w=33/120=0,275 \end{array}$$

U drugog maksimumu možemo odrediti koordinate x i z teškog atoma a iz prvog česa odrediti koordinatu y koristeći posmatrane

relacijs izmedju koordinata vektoraka i realnog prostora.

$$u = 1/2 - 2x \quad u = 0,2$$

$$0,2 = 1/2 - 2x$$

$$2x = 0,5 - 0,2 = 0,3$$

$$x = 0,3/2 = 0,15$$

$$x = 0,1500$$

$$w = 1/2 - 2z \quad w = 33/120 = 0,275$$

$$0,275 = 1/2 - 2z$$

$$2z = 0,500 - 0,275 = 0,225$$

$$z = 0,225/2 = 0,1125$$

$$z = 0,1125$$

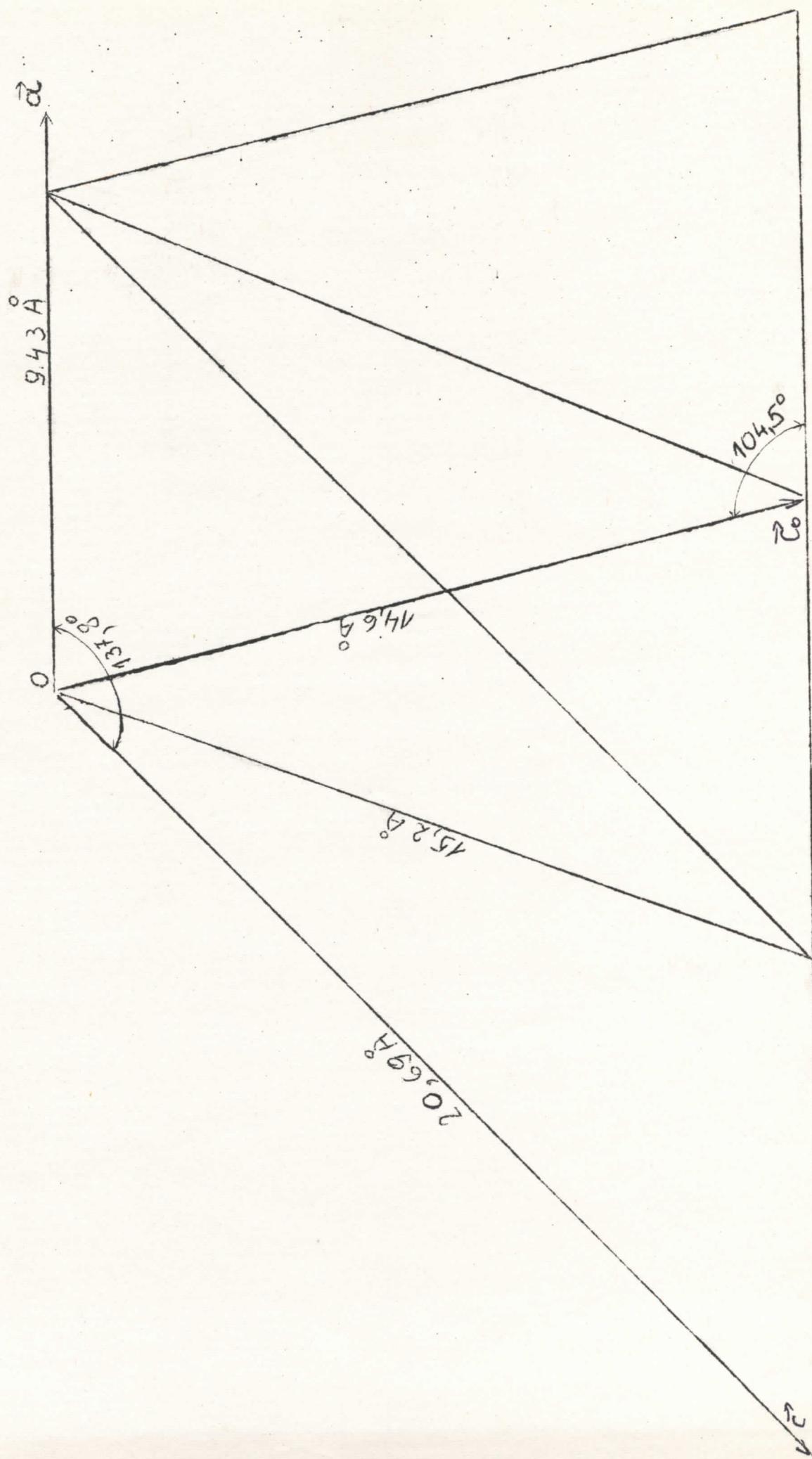
$$v = 1/2 - 2y \quad v = 22/120 = 0,1833$$

$$0,1833 = 0,5 - 2y$$

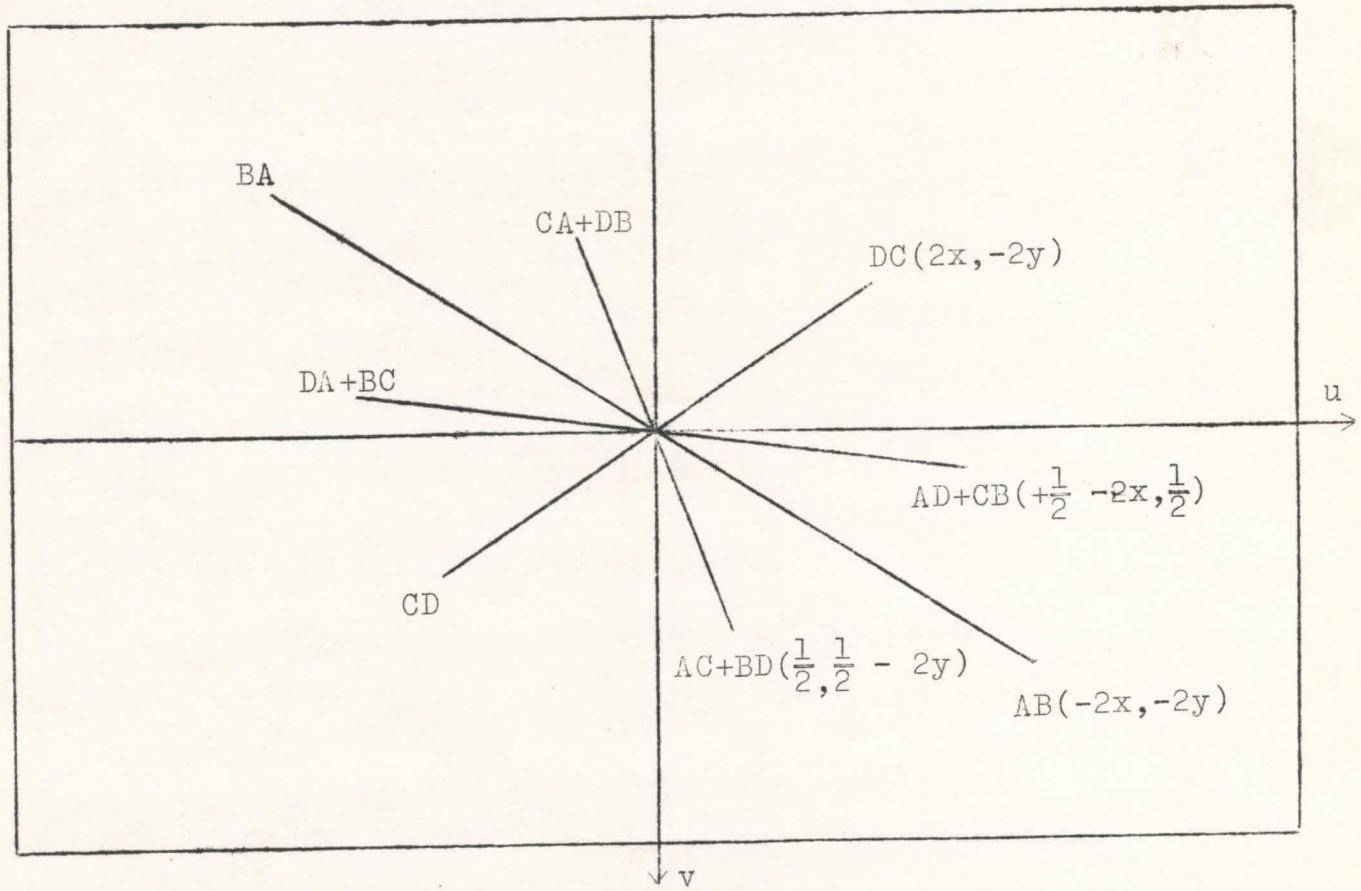
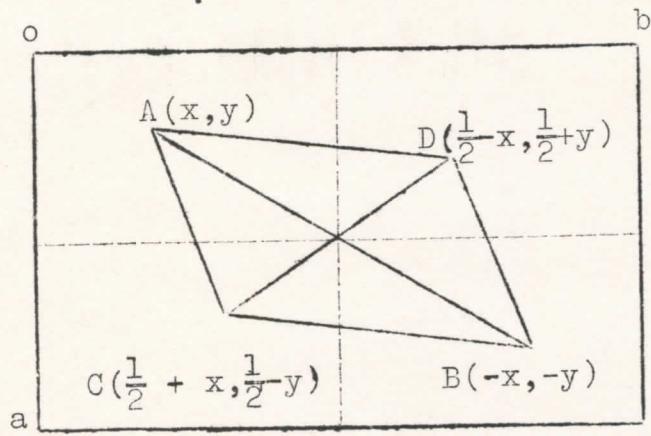
$$2y = 0,5000 - 0,1833 = 0,3167$$

$$y = 0,3167/2 = 0,1583$$

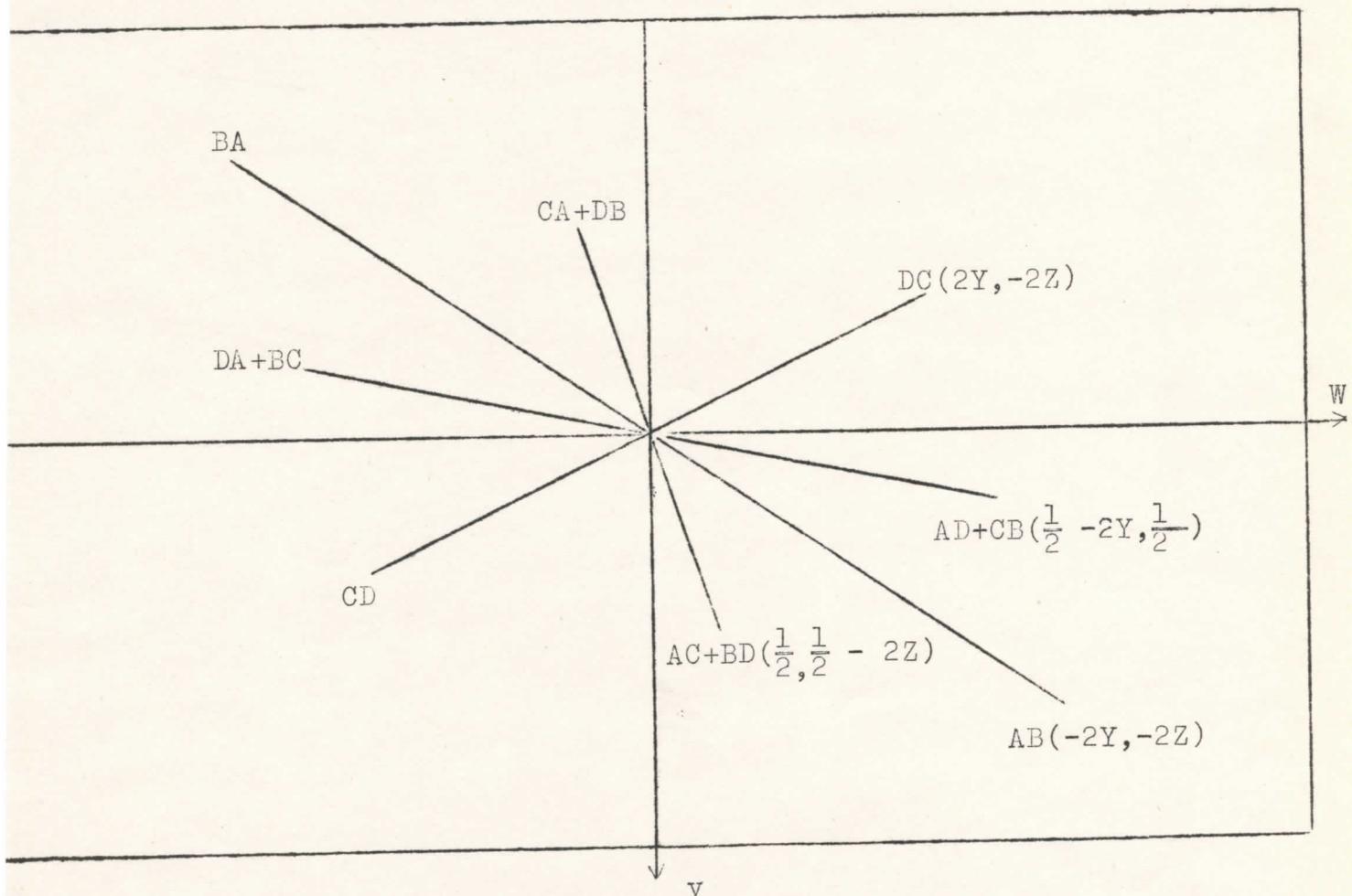
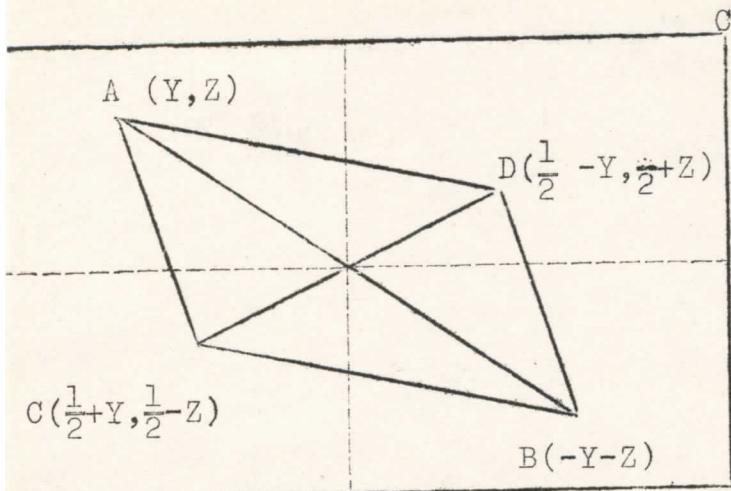
$$y = 0,1583$$



sl. 11.



sl. 12.



sl. 13.

	32	34	36	38	40	42	44	46	48	50	52	54	56	58	60
	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*
0*	79	78	79	82	78	65	44	20	-5	-33	-65	-97	-121	-133	-136
3*	64	70	74	76	70	50	42	21	-5	-34	-66	-96	-119	-129	-132
6*	52	66	74	73	65	55	44	27	11	-24	-54	-82	-101	-112	-114
9*	42	56	61	57	48	41	35	26	8	-15	-41	-65	-81	-89	-90
12*	27	34	32	27	24	25	26	21	7	-11	-31	-48	-59	-63	-63
15*	7	6	2	3	12	25	32	27	12	-4	-16	-24	-29	-30	-31
18*	-1	-11	-16	-10	7	25	33	28	16	5	1	1	2	3	4
21*	0	-16	-26	-21	-7	7	14	15	14	16	21	26	32	36	38
24*	-5	-21	-32	-33	-25	-17	-8	2	13	26	37	46	53	58	60
27*	-18	-27	-34	-36	-34	-28	-18	-2	15	30	43	55	64	70	72
30*	-33	-33	-33	-32	-31	-27	-19	-4	13	20	45	64	84	98	103
33*	-45	-40	-32	-24	-19	-17	-14	-5	9	27	47	73	102	125	134
36*	-50	-43	-33	-10	-8	-5	-5	-2	9	24	42	65	90	110	118
39*	-54	-48	-40	-20	-18	-13	-12	-9	-1	12	26	40	53	62	65
42*	-61	-56	-51	-47	-43	-40	-36	-30	-22	-12	-1	8	12	11	10
45*	-66	-62	-59	-58	-56	-52	-45	-37	-29	-24	-20	-19	-22	-27	-30
48*	-67	-63	-60	-56	-49	-39	-29	-20	-14	-14	-10	-27	-37	-44	-46
51*	-56	-53	-49	-44	-33	-20	-8	-1	2	-1	-9	-22	-34	-42	-45
54*	-31	-30	-29	-26	-18	-7	2	7	9	7	0	-11	-22	-30	-33
57*	6	4	1	-3	-3	-1	2	6	10	12	10	4	-5	-13	-17
60*	37	33	27	16	6	-1	-4	-3	2	10	16	17	11	4	1

P18AR P21H
1STRAZIVANJA U KRTSTALOGRAFIJU

SINTESI N.1 FOURIER TRIDIMENSIONALE (F02)
SEZIONI ORIZZONTALI VERTICALE Z, ASSE ORIZZONTALE Y

X = 69/120

	0	2	4	6	8	10	12	14	16	18	20	22	24	26	28	
*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*	
C*	170	155	119	75	34	1	-20	-26	-27	-20	-25	-35	-42	-40	-3	
Z*	134	123	95	61	27	-2	-21	-27	-26	-25	-30	-38	-43	-40	-3	
6*	61	56	43	27	9	-8	-21	-27	-28	-29	-31	-36	-40	-39	-3	
9*	4	1	-2	48	-11	-14	-10	-22	-21	-20	-21	-27	-35	-41	-4	
12*	-28	-31	-35	-34	-25	-31	-15	-12	-9	-10	-15	-24	-36	-46	-5	
15*	-63	-64	-54	-50	-40	-28	-16	-6	-2	-8	-10	-31	-42	-51	-5	
18*	-76	-73	-65	-68	-49	-37	-23	-10	-6	-12	-23	-32	-40	-47	-5	
21*	-96	-89	-77	-67	-48	-37	-27	-19	-15	-16	-18	-21	-25	-30	-3	
24*	-102	-97	-84	-67	-51	-38	-21	-20	-14	-7	-1	4	0	-1	-	
27*	-91	-86	-76	-62	-46	-34	-22	-11	-1	11	23	33	36	31	1	
30*	-63	-60	-54	-46	-37	-26	-14	-7	13	26	30	49	57	48	3	
32*	-47	-38	-35	-30	-28	-17	-7	5	20	34	43	47	47	42	3	
36*	-43	-41	-47	-32	-23	-11	-7	6	20	34	40	39	34	29	3	
39*	-68	-66	-67	-55	-26	-13	-7	10	8	32	35	32	28	25	3	
42*	-64	-58	-46	-40	-21	-7	19	31	37	38	35	32	27	22	3	
45*	-52	-45	-31	-26	-13	-7	6	6	55	40	42	35	28	10	3	
46*	-25	-20	-12	-9	-2	-1	6	0	62	56	40	46	40	28	3	
47*	84	17	20	37	52	3	1	59	63	66	69	72	70	57	3	
54*	59	63	65	67	50	54	56	76	93	110	119	117	99	77	3	
57*	108	158	157	157	157	157	157	157	157	157	157	157	157	157	157	3
60*	123	132	157	157	157	157	157	157	157	157	157	157	157	157	156	3

Cal. 1.000 SEC
1.000 SEC

1.000 SEC
1.000 SEC

0 SEC(S)
0 SEC(S)

ZAKLJUČAK

Pošto smo dobili vrednosti za periode i uglove elementarne celije, kao i prostornu grupu kristala, njegovu gustinu izmerenu i rentgensku, a i broj molekula po elementarnej celiji, dođeno usporedo podatke dobijene filmskom metodom i sa difrakтометром i određene koordinate položaja teškog atoma u elementarnej celiji.

Rezultati dobijeni
filmском методом

Difrakтометријски
подаци

a	9,48 Å	9,430(3) Å
b	13,72 Å	13,731(4) Å
c	20,69 Å	14,439(5) Å
α	90°	90°
β	137,14°	105,06(3)°
γ	90°	90°
V	1910,6 Å ³	1805 Å ³
ρ	1,17 g/cm ³	1,19 g/cm ³
ρ _{mer}	1,18 g/cm ³	

Položaj teškog atoma je:

$$x = 0,1500$$

$$y = 0,1585$$

$$z = 0,1125$$

LITERATURA

1. Šubnikov - Flint - Bekij: Časnevi kristaleografije
Beograd (1952)
2. Č. Kitel Uvod u fiziku čvrstog stanja
Beograd (1970)
3. Dr. S. Čarić Uvod u fiziku čvrstog stanja
Nevi Sad (1970)
4. Dr. S. Čarić Upitstvo za vešće iz fizike čvrstog stanja
Nevi Sad (1970)
5. J. P. Glusker i K. N. Trueblood Cristal Structure Analysis
London (1972)
6. Ђокић-Порай-Комиџ Рентгеноструктурнији анализ I
Москва (1965)
7. Порай-Комиџ Рентгеноструктурнији анализ Том II
Москва (1960)
8. A. J. Китайгородский Теория структурного анализа
Москва (1957)
9. R. U. Миркин Справочник по рентгеноструктурному анализу поликристалов
Москва (1961)
10. International Tables for X-ray crystallography
(Volume I)

