

RENDGENO-KRISTALOGRAFSKO ISPITIVANJE 1-ISOPROPIL-2-BENZIL-2-METIL-6,7-DIMETOKSI-1,2,3,4-TETRAHIDRO-IZOHINOLIN JODIDA,  $C_{12}H_{16}NO_2J$ , BUERGEROVOM PRECESIONOM METODOM

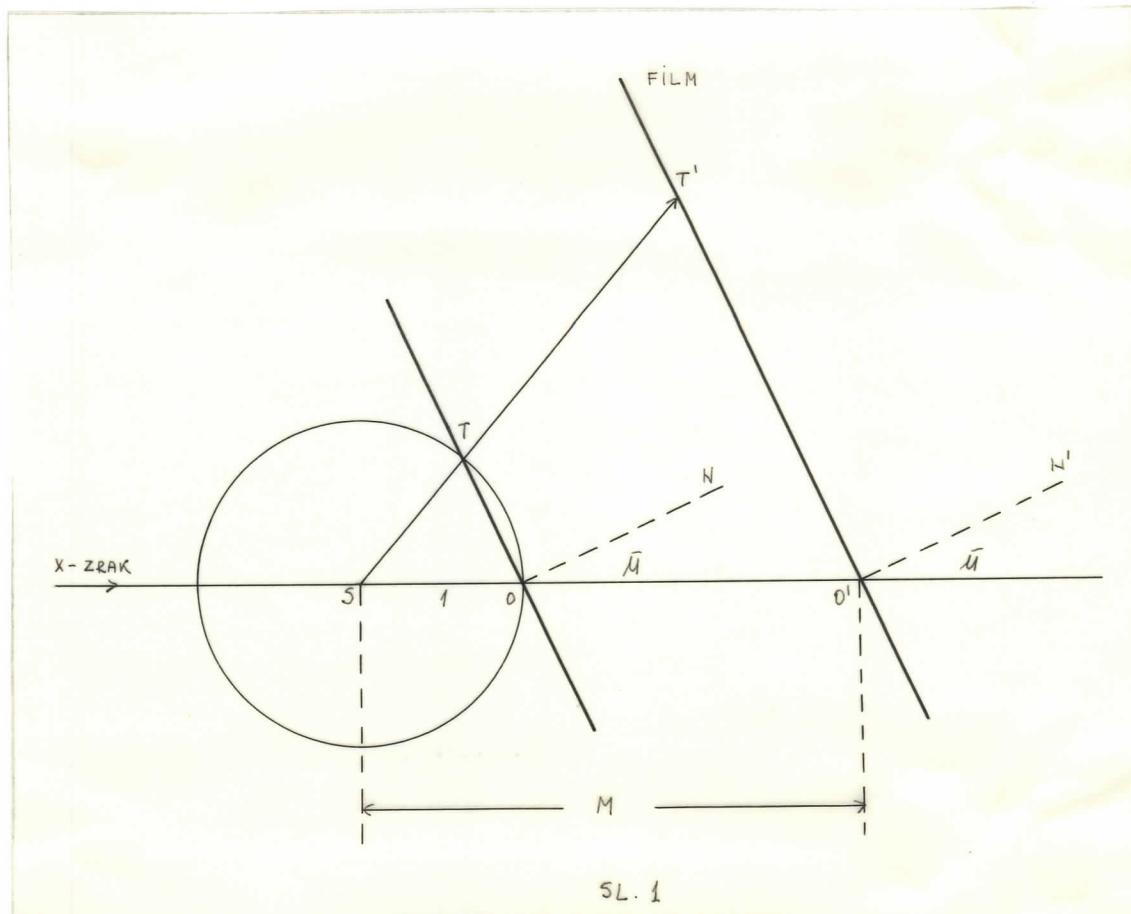
Zahvaljujem se vanrednom profesoru Dr. Beli Ribaru, pod čijim rukovodstvom je ovaj rad realizovan, kao i stručnom saradniku Dušanu Lazaru za pomoć i korisne savete tokom rada.

## TEORIJA PRECESIONOG METODA

Precesioni metod i prvi precesioni instrument, koji je sam autor nazvao MARK I pronašao je Martin Buerger još 1930 godine. Pomoću ovog prvog precesionog instrumenta autor je dobio fotografije koje su otkrivale simetriju ravni recipročne rešetke, koja daje uslov za difrakciju, a uz to je položaj difrakcionih spotova na fotografiji bio takav da je odgovarao neznatno deformisanom rasporedu tačaka u recipročnoj rešetci. Pored deformisane slike recipročne rešetke, ove prve fotografije su imale još jedan nedostatak, a to je dupliranje pojedinih spotova.

Posle objavlјivanja de Jong-Bouman-ovog principa, Martin Buerger ga primenjuje na precesioni metod i tako dolazi do suštine precesionog instrumenta koji je i danas poznat.

Suština de Jong-Bouman-ovog principa se može uprošćeno prikazati kao na sl. 1.



Krug na sl. 1 predstavlja poprečni presek refleksione sfere, dok se x-zrak kreće sa leva na desno. OT je ravan recipročne rešetke i kako je prikazano tačka T je u reflektujućoj poziciji, tako da ona daje povod za dobijanje difrakcionog zraka STT'. Ako je ravan filma paralelna sa ravni recipročne rešetke, tada iz sličnih trouglova SOT i SOT' dobijamo:

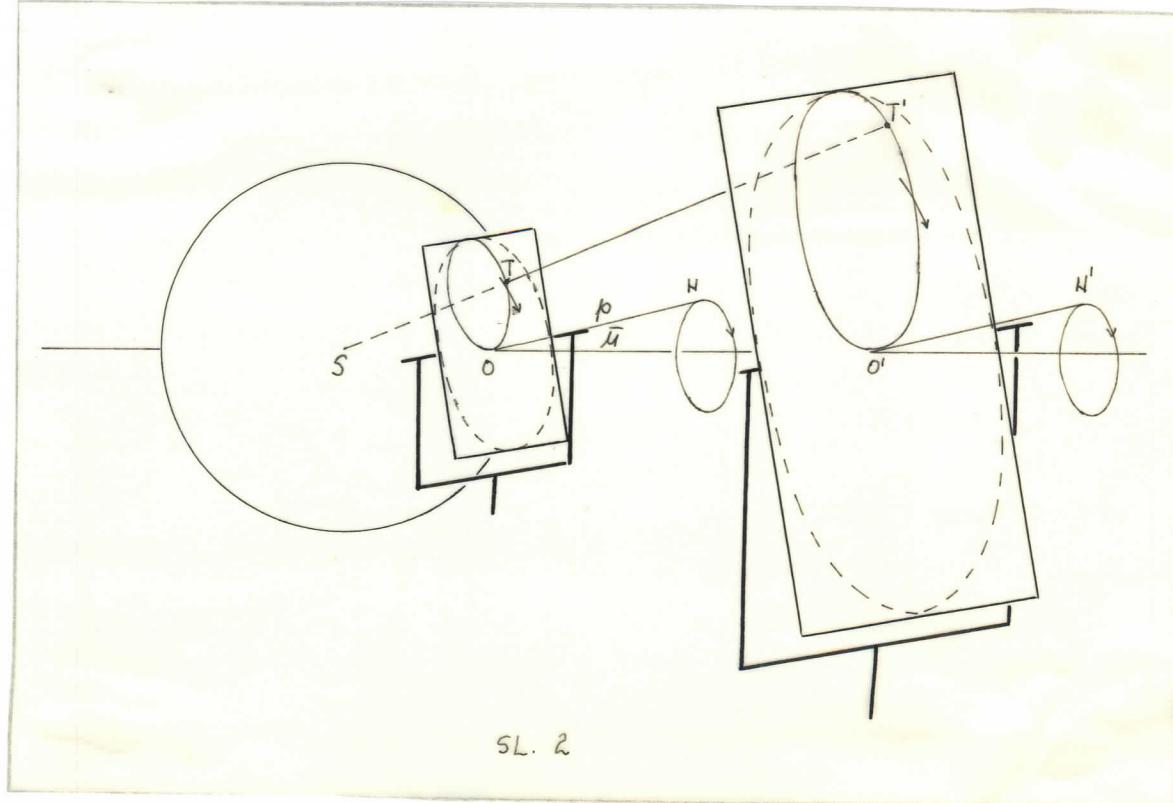
$$\frac{O'T'}{OT} = \frac{SO'}{SO} = \frac{M}{1} \quad (1)$$

tj.

$$O'T' = M(OT) \quad (2)$$

Što znači da na ovaj način registrovano rastojanje OT' na filmu, je proporcionalno rastojanju OT tačke u recipročnoj rešetci, ako se rastojanja mere od pravca x-zraka. Konstanta srazmene M predstavlja rastojanje kristal-film koje mora biti stalno kao što se mora održavati i paralelnost filma i recipročne rešetke.

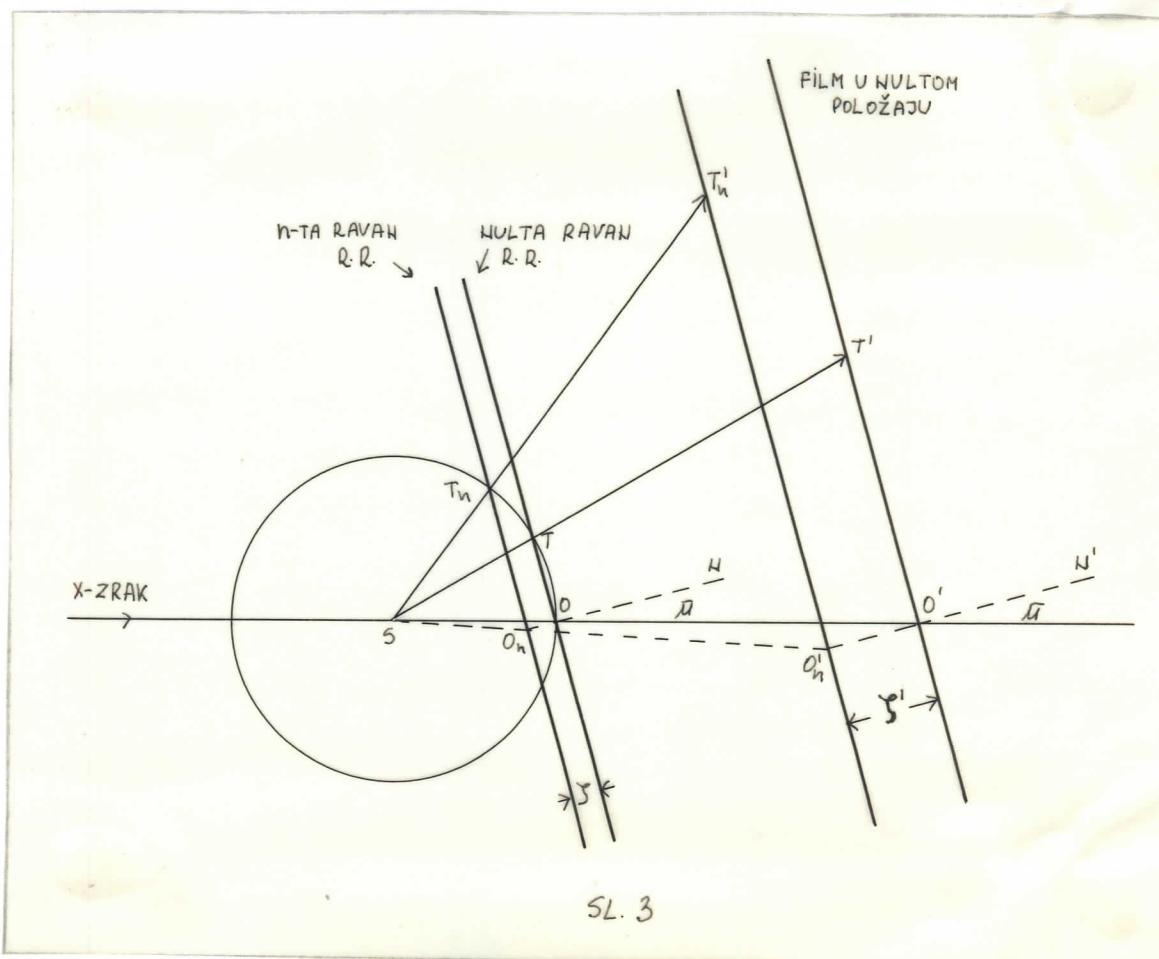
Da bi se dovele i druge tačke recipročne rešetke u reflektujuću poziciju neophodno je dati neko kretanje ravni recipročne rešetke. Pokazalo se da je najkorisnije precesiono kretanje, tj. takvo kretanje pri kome normala na ravan recipročne rešetke (p - koja obično predstavlja jednu od osa u direktnoj rešetci) čija jedna tačka ostaje u istom položaju na pravcu x-zraka vrši kružno kretanje oko pravca x-zraka. Da bi se ovakvo kretanje normale recipročne rešetke ostvarilo potrebno je da se recipročna rešetka smesti u precesionu vešalicu ili "viljušku"



koja omogućuje kretanje i oko horizontalne i oko vertikalne ose, kao na sl.2. Na slici 2 prikazana je ravan filma koja je smeštena u isti tip "viljuške" kao i recipročna rešetka. Pravac x-zraka prolazi kroz centar oba vešanja, a kretanje ravni recipročne rešetke i filma je tako povezano, da je kretanje jedne ravni kopija kretanja druge, i na taj način je zadovoljen de Jong-Bouman-ov princip. Sa sl. 2 se vidi da normala p recipročne rešetke pravi izvestan ugao  $\mu$  sa pravcem x-zraka. Ovaj ugao se naziva precesioni ugao. Zbog ovog nagiba normale, ravan recipročne rešetke seče sferu refleksa po krugu (na sl.2 prikazano punom linijom), dok zbog precesionog kretanja normale p dolazi do rotiranja ovog kruga preseka oko tačke O. Prolaskom obima kruga preseka kroz ma koju tačku recipročne rešetke T proizilazi refleks koji se zapisuje u odgovarajućoj tački T' sličnog kruga na filmu. Gornje objašnjenje odgovara dobijanju snimaka nulte ravni recipročne rešetke.

#### ZAPISIVANJE VIŠIH RAVNI RECIPROČNE REŠETKE

Šematski prikaz situacije prilikom snimanja neke više ravni re-



cipročne rešetke (koju možemo nazvati n-tom) dat je na sl. 3. Poznato je da nulta ravan recipročne rešetke prolazi kroz tačku u kojoj pravac x-zraka napušta sferu refleksa, kao što se vidi na sl. 3, no pored nulte ravni tamo je prikazana i neka ravan višeg reda (naprimjer n-tog), koja se nalazi na rastojanju

$T_n'$  od nulte ravni. Da bi mogli da snimimo ovu ravan bez kriavljenja i deformacije potrebno je pomeriti film duž normale ON za vrednost  $T_n'$  proporcionalnu rastojanju  $T_n$  n-te ravni od nulte, tj.

$$\frac{T_n'}{T_n} = \frac{M}{1} \quad (3)$$

Što znači da se film mora pomeriti za iznos  $T_n' = M T_n$  u pravcu kristala. Na svakom precesionom instrumentu je moguće veoma precizno postavljanje filma u željeni položaj.

Može se lako pokazati da je ovako snimljena fotografija zaista neiskriviljena kopija n-te ravni recipročne rešetke i da za nju važi isti proporcionalni faktor kao i za nultu ravan. Na sl. 3 imamo slične trouglove  $S O_n T_n$  i  $S O_n' T_n'$  iz kojih imamo:

$$\frac{O_n T_n'}{O_n T_n} = \frac{S O_n'}{S O_n} \quad (4)$$

Isto tako iz sličnih trouglova  $S O O_n$  i  $S O O_n'$  imamo:

$$\frac{S O_n'}{S O_n} = \frac{S O'}{S O} = \frac{M}{1} \quad (5)$$

Kombinovanjem izraza (4) i (5) dobijamo:

$$\frac{O_n T_n'}{O_n T_n} = \frac{M}{1} \quad (6)$$

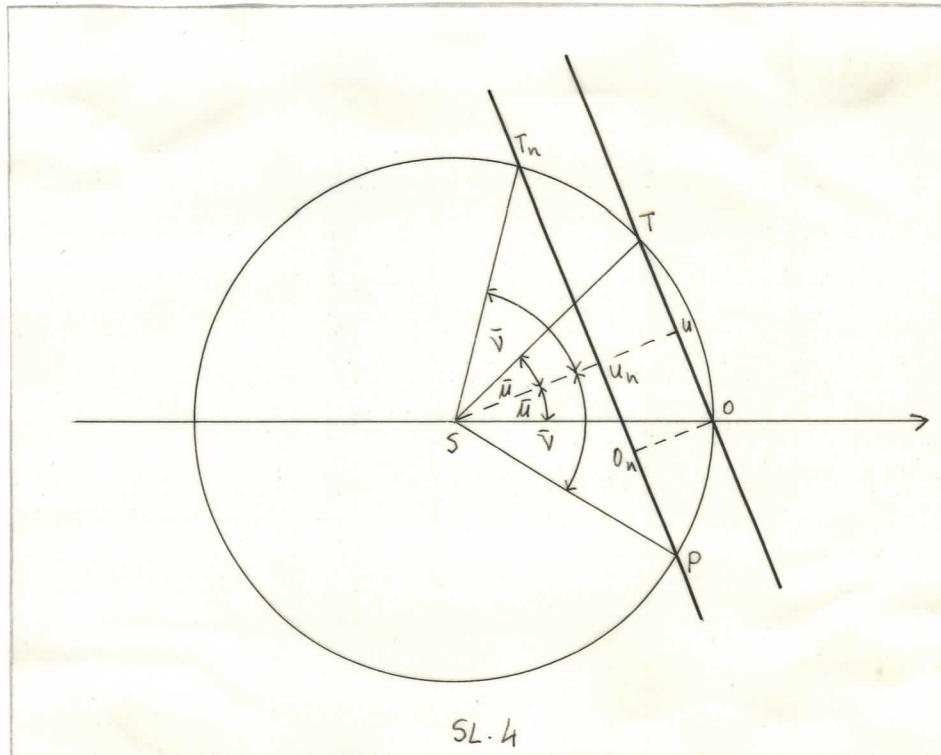
tj.  $O_n T_n' = M(O_n T_n)$  (7)

Iz ovoga se vidi da je rastojanje difrakcionog zapisa  $T_n'$  od centra filma proporcionalno rastojanju odgovarajuće tačke recipročne rešetke  $T_n$  od centra ravni recipročne rešetke i da važi ista konstanta proporcionalnosti M, kao kod snimanja nulte ravni

#### OGRANIČENJA PRILIKOM SNIMANJA VIŠIH RAVNI

Na fotografijama viših ravni sl. 21 se primećuje praznina u ce-

ntru snimka, tj. nedostaje snimak centralnog dela recipročne rešetke. Objasnjenje za ovu karakterističnu pojavu kod precesionih fotografija se može dati uz pomoć sl.4 koja prikazuje ravni recipročne rešetke u gornjem položaju precesionog kretanja.



Centralni deo ravnih recipročnih rešetki  $O_n P$ , nikad ne prolazi kroz sferu refleksa, pa prema tome i ne daje povod za refleks. Radijus te zaklonjene zone može se proceniti sa sl.4 iz koje se vidi da je:

$$O_n P = U_n P - U O \quad (8)$$

što se može predstaviti i kao:

$$\xi_{\min} = \sin \bar{v} - \sin \bar{u} \quad (9)$$

Isto tako se zapaža da tačke recipročne rešetke čije je centralno rastojanje  $\xi$  veće od  $O_n T_n$  takođe ne prolaze kroz sferu refleksa. I ovo ograničenje radijusa se procenjuje sa sl. 4.

$$O_n T_n = O U + U_n T_n \quad (10)$$

Što se može predstaviti i kao:

$$\xi_{\max} = \sin \bar{u} + \sin \bar{v} \quad (11)$$

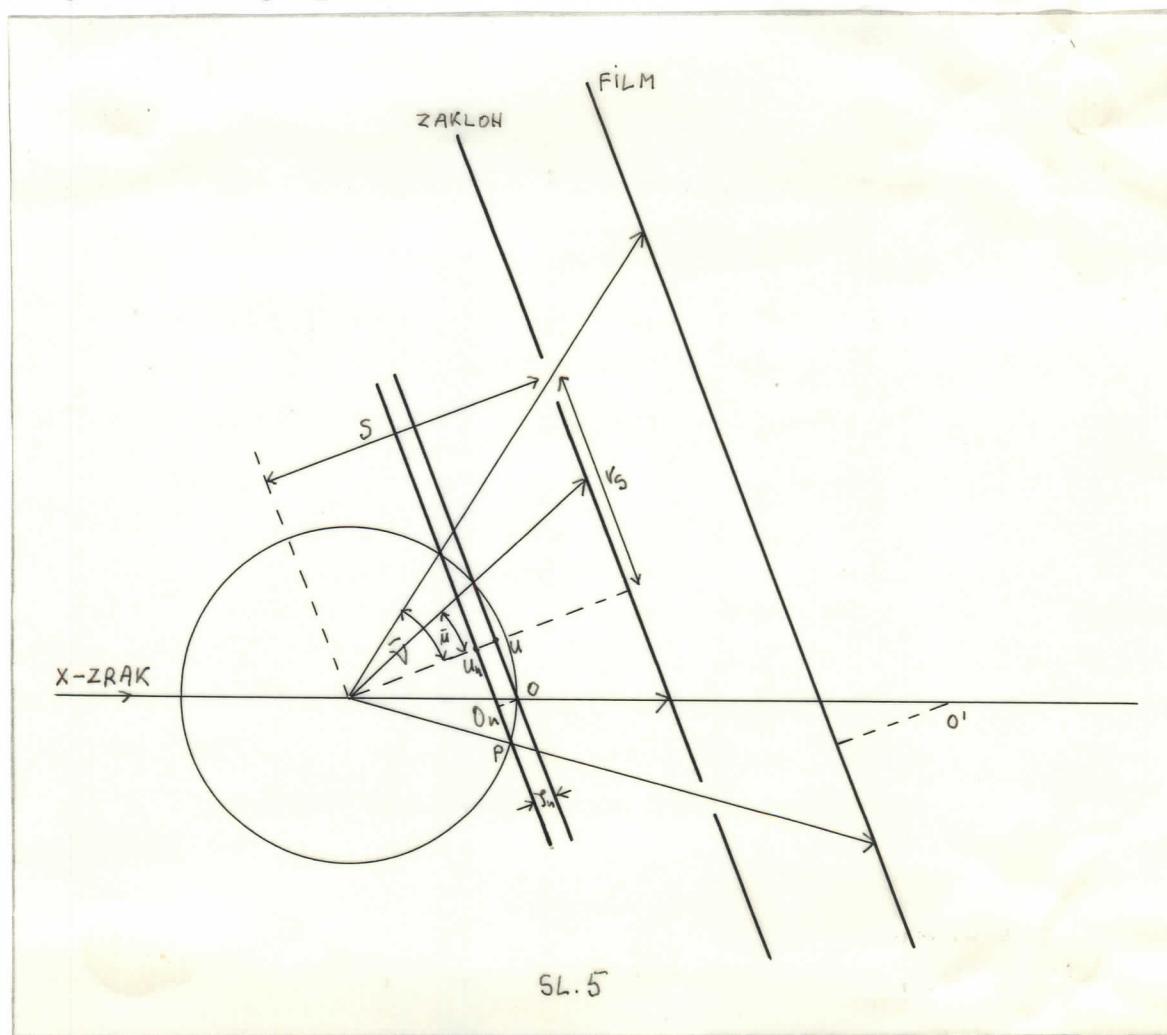
Na osnovu ovih relacija se može naći zona recipročne rešetke koja se može snimati. Širina te prstenaste zone se dobija oduzima-

njem jednačine (10) od (11), tj.

$$\xi_{\max} - \xi_{\min} = l \sin \mu \quad (12)$$

## IZDVAJANJE ŽELJENIH RAVNI

Nešto ranije je bilo obradjeno kako položaj ravni filma mora da se menja da bi se dobio snimak neke više ravni recipročne rešetke, međutim ta korekcija položaja filma nije dovoljna. Poznato je da skup difrakcionih pravaca za jednu ravan čini površinu kupe, ovaj skup se može izdvojiti propuštanjem kupe kroz prstenast otvor na zaklonu koji se stavlja izmedju kristala i filma, kao što je prikazano na sl. 5.



Ugao kupe je isti za sve nulte ravni (smatrajući da se ugao održava stalnim), međutim ugao kupe se menja za sve druge ra-

vni recipročne rešetke, i prema tome za svaku se mora proračunavati poluprečnik prstenastog otvora na zaklonu i njegovo rastojanje od kristala. Sa sl. 5 dobijamo relaciju koja nam omogućuje biranje podataka za zaklon:

$$\frac{r_s}{s} = \tan \bar{\nu} \quad (13)$$

Medjutim pošto se ugao  $\bar{\nu}$  niti meri, niti određuje na drugi način poželjno je da se ova relacija izrazi preko nekih drugih veličina. Ovo se postiže pomoću relacije koja se direktno dobija iz sl. 5

$$\begin{aligned} J_u &= KU - KU_h \\ &= \cos \bar{\mu} - \cos \bar{\nu} \end{aligned} \quad (14)$$

$J_u$  je rastojanje izmedju dve ravni recipročne rešetke,  $\bar{\mu}$  je precesioni ugao, a  $\bar{\nu}$  ugao poluotvora difrakcione kupe. Iz jednačine (14) imamo:

$$\bar{\nu} = \cos^{-1}(\cos \bar{\mu} - J_u) \quad (15)$$

Zamenom (15) u (13) dobijamo:

$$\frac{r_s}{s} = \tan \cos^{-1}(\cos \bar{\mu} - J_u) \quad (16)$$

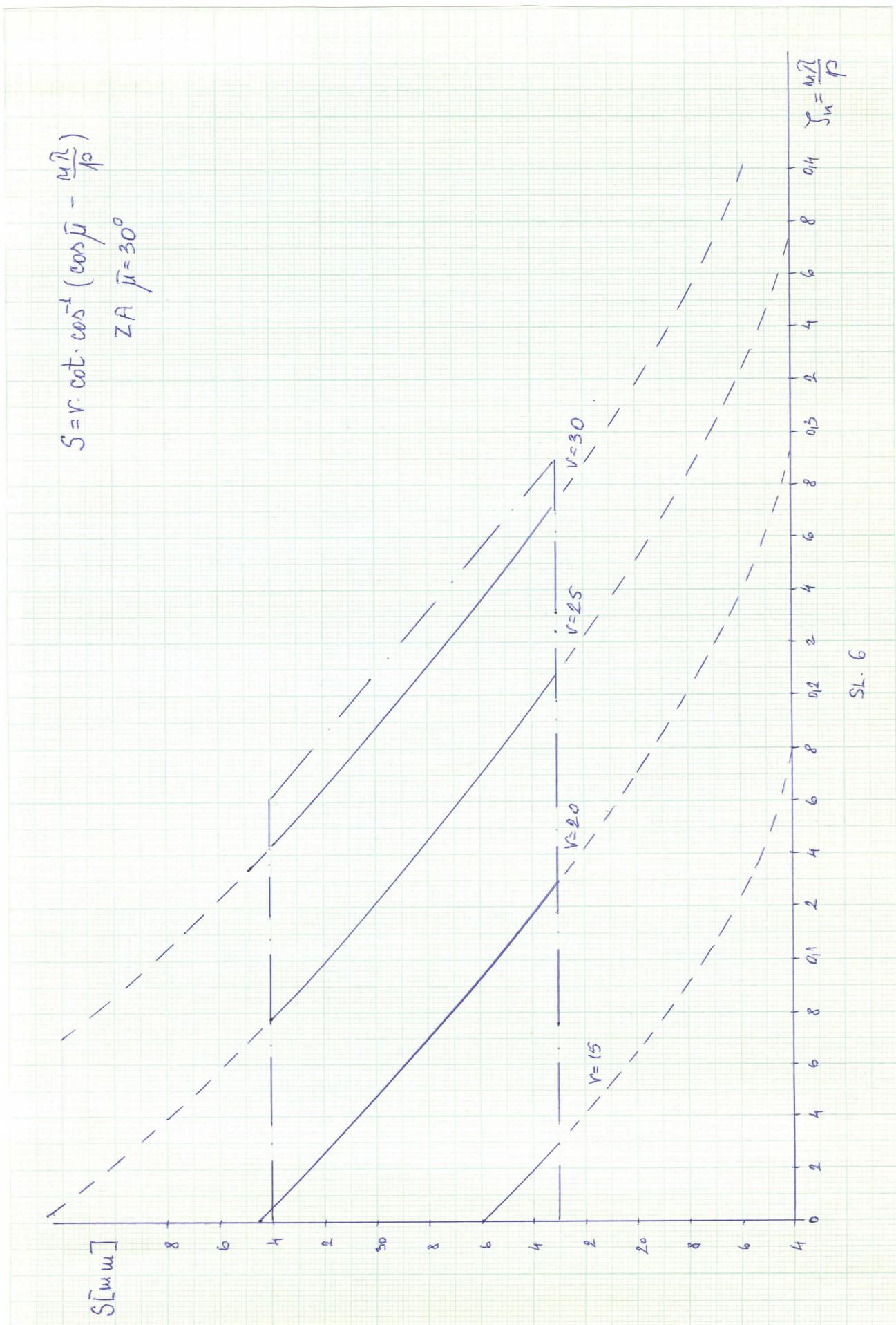
Ovaj izraz je pogodan za određivanje položaja zakkona S kada imamo zaklon sa određenim prstenastim otvorom  $r_s$ . U tom slučaju za izdvajanje pojedinih difrakcionih kupa rastojanje zakkona S od kristala će biti različito. S se lako računa iz relacije (16) tj.

$$S = r_s \cot \cos^{-1}(\cos \bar{\mu} - J_u) \quad (17)$$

Pošto se vrednost S mora računati za svaku fotografiju više ravni, pogodno je jednačinu (17) rešiti grafički za različite vrednosti ugla precesije  $\bar{\mu}$  i radijuse  $r_s$  zakkona. Primer takvog grafika za  $\bar{\mu}=30^\circ$  dat je na sl. 6. Sa grafika možemo da nadjemo da je na primer za snimanje nulte ravni pri precesionom uglu  $\bar{\mu}=30^\circ$  i za zaklon  $r_s=15\text{mm}$ ,  $S=26\text{mm}$ .

### ODREĐIVANJE $J$

Za snimanje precesionih fotografija viših ravni recipročne rešetke neophodno je poznavanje rastojanja  $J$  izmedju dve ravni



recipročne rešetke. Ova veličina je veoma važna jer preko nje odredujemo novu poziciju filma, a isto tako ona ulazi u izraz za izračunavanje poluprečnika otvora zaklona  $r_s$  i rastojanja zaklona S od kristala. Ova veličina se najjednostavnije nalazi ako nam je na osnovu nekih prethodnih merenja (ne precesionih) poznata osa kristala koju smo uzeli za precesionu osu. Jednu takvu osu smo na sl. 3 označili uopšteno sa  $p$ , tada se  $\bar{\gamma}$  lako nađi iz:

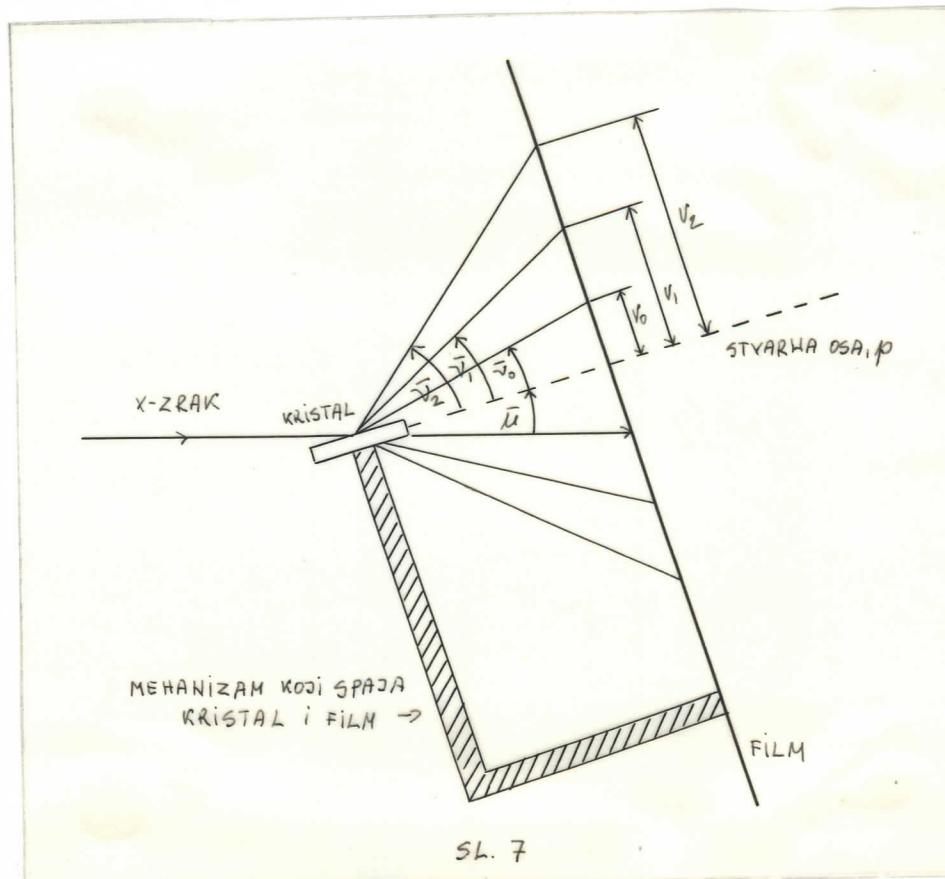
$$\bar{\gamma} = \frac{\lambda}{p}$$

ili

$$\bar{\gamma}_n = \frac{n\lambda}{p} \quad (18)$$

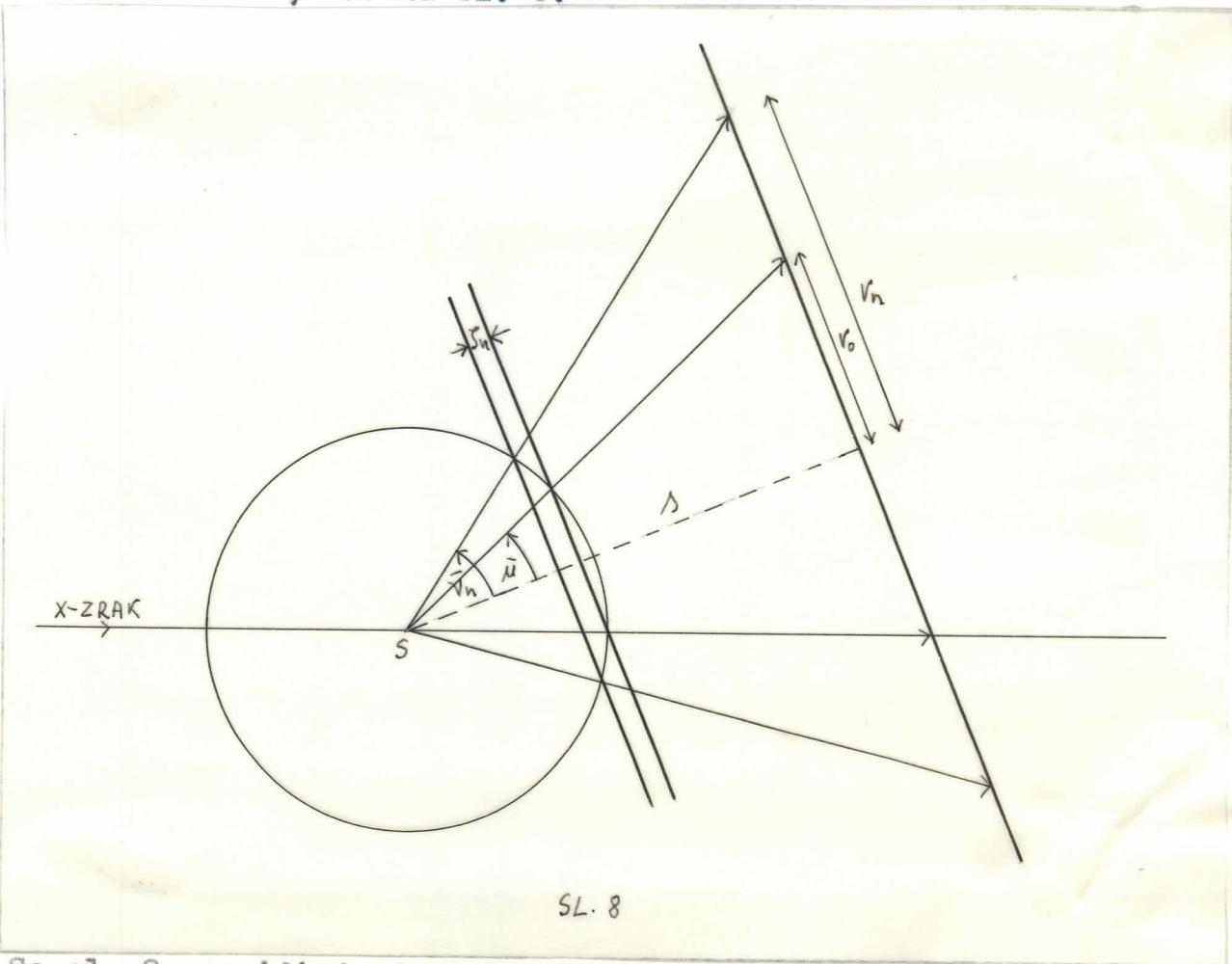
No u slučaju da nemamo prethodnih podataka za kristal koji ispitujemo veličina  $\bar{\gamma}$  se može odrediti i pomoću precesionog metoda, posebnom vrstom precesione fotografije nazvane kupasto-osna fotografija (cone-axis photograph). Ova vrsta precesionih fotografija dobija se na uobičajenim precesionim uredjajima kada se kaseta sa filmom stavi na držač koji služi za postavljanje zaklona.

Nastajanje kupasto-osnih fotografija može se pokazati pomoću sl. 7 koja veoma pojednostavljeno prikazuje kristal, film za kupasto-osnu fotografiju i mehanizam koji ih povezuje.



Kao što se sa slike vidi kristal se obično postavlja tako da jedna njegova realna osa naprimjer p zaklapa neki ugao precesije  $\bar{\mu}$  sa pravcem x-zraka, koji na slici ide sa leva na desno. U tom slučaju dobijamo jedan skup Laue kupa koaksijalnih sa pravcem p. Karakteristično za nulti red kupa je da je ugao poluotvora kupe  $\bar{v}_n$  isti kao ugao nagiba  $\bar{\mu}$  tj.  $\bar{v}_n = \bar{\mu}$ , a to opet znači da je jedna od izvodnica kupe direktan zrak. Ako sada ugao  $\bar{\mu}$  izmedju realne ose i x-zraka održavamo stalnim u toku precesije p oko x-zraka, sve Laue kupe koaksijalne sa p ostaju invarijantne - njihovi poluotvori uglova se ne menjaju. Ako sada postavimo fotografski film tako da stoji normalno na osu kupa p, sve ove kupe će na njemu biti zabeležene u vidu nepromenjivih koncentričnih krugova od kojih svaki potiče od jedne ravni reci-pročne rešetke.

Odredjivanje rastojanja  $\delta$  pomoću ovih fotografija lakše se vidi ako situaciju sa sl. 7 predstavimo na drugi način - pomoću sfere refleksa, kao na sl. 8.



Sa sl. 8 se vidi da je:

$$\tan \bar{v}_n = \frac{v_n}{\delta} \quad (19)$$

a iz (14) se vidi da je:

$$\Sigma_n = \cos \bar{\mu} - \cos \bar{v}_n$$

ako vrednost  $\bar{v}_n$  izrazimo iz (19) dobijamo:

$$\Sigma_n = \cos \bar{\mu} - \cos \tan^{-1} \frac{v_n}{\lambda} \quad (20)$$

Gde je  $r_n$  poluprečnik prstena na kupasto-osnoj fotografiji koji odgovara n-toj ravni recipročne rešetke, a s rastojanje kristal-film. Ako sada  $\bar{\mu}$  i  $s$  izaberemo za eksperiment, a  $r_n$  izmerimo sa kupasto-osne fotografije  $\Sigma_n$  lako dobijamo iz (20). Po red ovog korisnog svojstva, kupasto-osne fotografije imaju još jedno, a to je njihova osobina da pokazuju difrakcionu simetriju kristalne ose. Šta više kupasto-osne fotografije pribavljaju elegantniji prikaz simetrije od Laue fotografija, pošto one pokazuju odvojeno zapise simetrije pojedinih ravnih.

#### ODREDJIVANJE INTENZITETA

U prethodnom tekstu su obradjene uobičajene precesione fotografije koje omogućuju, na osnovu geometrijskog položaja spota odredjivanje čelije kristala. No kada se istražuje uredjenje atoma u čeliji potrebno je poznavanje intenziteta zrakova koji proizvode spotove. Gustina spota na filmu je proporcionalna intenzitetu difraktovanog zraka. Da bi mogla da se meri gustina spota potrebno je da on ima odredjenu veličinu i da je ravnomerno eksponiran, tj. da ima plato. Za dobijanje platoa kod precesionog metoda su korištene razne metode kao što je plato od prirodne konvergencije i plato od fokusirajućeg monohromatora. Međutim najpraktičniji, i metod koji se najviše koristi kod precesionog instrumenta je dobijanje platoa pomoću integracione kasete, čiji će opis biti dat nešto kasnije.

Kada se izmere gustine spotova i izvrše odredjene korekcije zbog pratećih efekata dobije se niz brojeva proporcionalnih kvadratu strukturnog faktora  $|F_{hkl}|^2$ . Faktori koji se koriste za korekciju su: Lorentz-ov, polarizacioni i apsorpcioni. U daljem tekstu će se posvetiti nešto više pažnje ovim korekcionim faktorima.

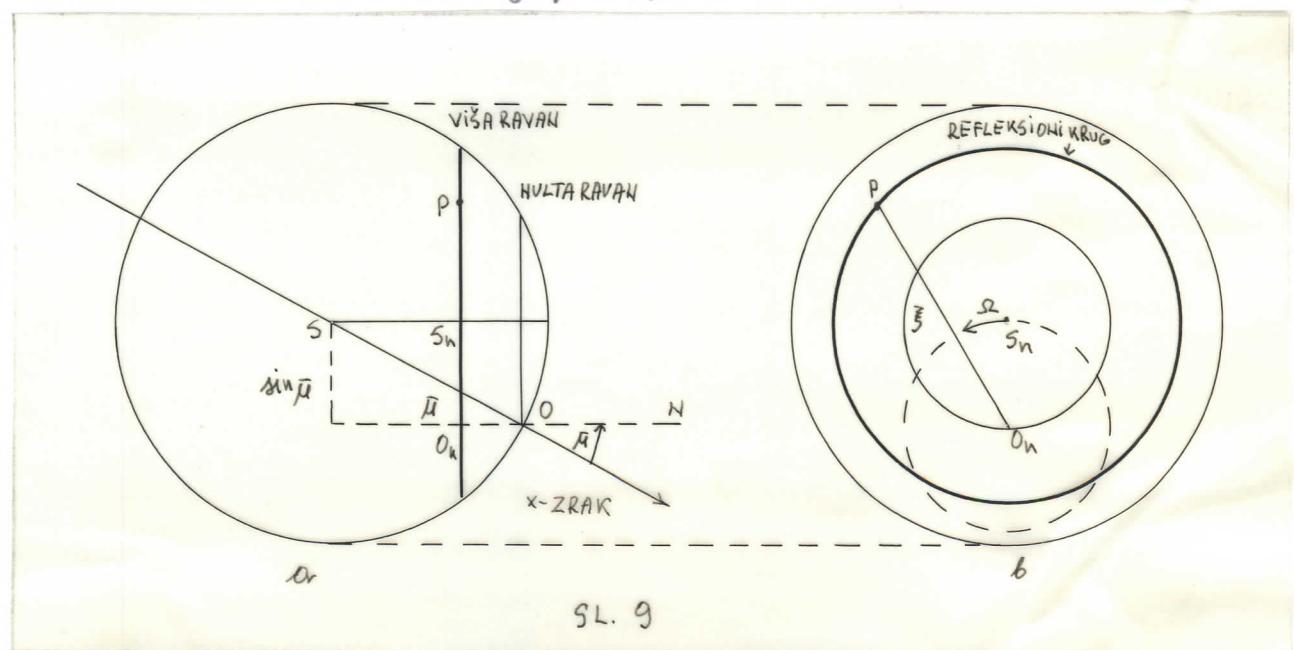
#### LORENTZ-OV FAKTOR

Kada se kristal nadje u x-zraku više ravnih prolazi kroz Bragg-ov uslov za refleksiju i u opštem slučaju, one prolaze

različitom brzinom kroz ovaj uslov, pa prema tome imaju različito vreme za refleks. Zbog toga se mora izvršiti korekcija intenziteta za ovaj vremensko-refleksioni faktor koji se naziva Lorentz-ov ( $L$ ). Kao što se vidi  $L$ -faktor je proporcionalan vremenu za koje je ravan u reflektujućem položaju, odnosno on je obrnuto proporcionalan brzini prolaska ravni kroz refleksioni uslov, ili u slučaju ravni recipročne rešetke ova brzina je brzina sa kojom tačka ravni recipročne rešetke prolazi kroz sferu refleksa. Ako se ovaj vektor brzine rastavi u radijalnu i tangencijalnu komponentu u odnosu na sferu, zaključuje se da samo radijalna komponenta  $v_r$  doprinosi prolasku tačke kroz sferu refleksa pa je:

$$L \sim \frac{1}{v_r} \quad (21)$$

Da bi odredili ovu radijalnu komponentu brzine  $v_r$  zamislimo sledeću situaciju: Poznato je da kod precesionog metoda normala na ravan recipročne rešetke pravi ugao  $\bar{\mu}$  sa x-zrakom i da precesira oko njega, ako sada pretpostavimo da je normala ravni recipročne rešetke učvršćena, a da x-zrak precesira oko nje u suštini metoda se ništa ne menja, sl.9.

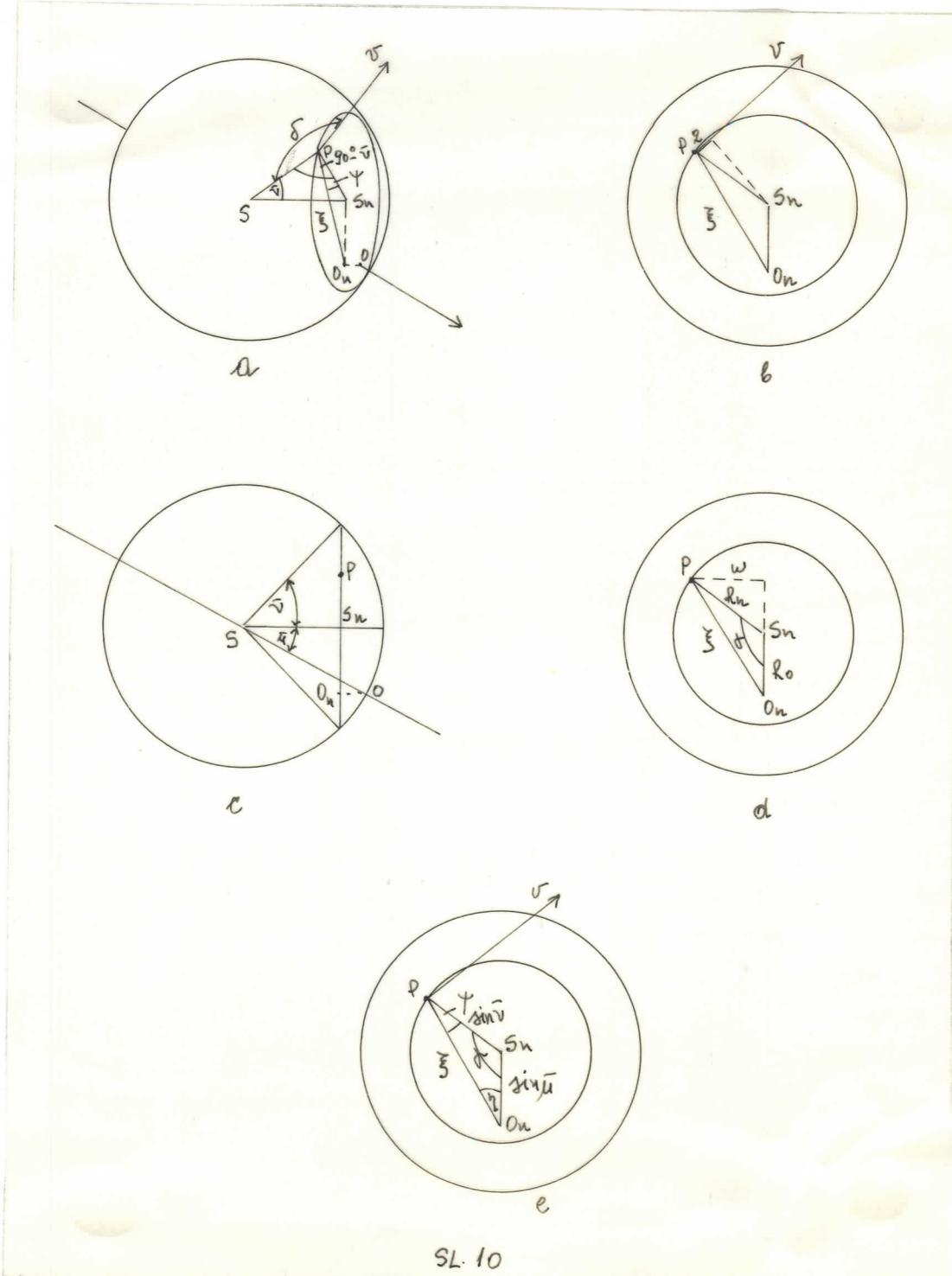


U ovom slučaju centar sfere refleksa rotira po krugu radijusa  $\sin \bar{\mu}$  oko normale na ravan recipročne rešetke. Ako usvojimo ovu situaciju centar refleksionog kruga  $S_n$  rotiraće oko izvora  $O_n$  sa ugaonom brzinom precesije  $\Omega$ . Linearna brzina sa kojom tačka  $P$ , na rastojanju  $\bar{\mu}$  od  $O_n$  prolazi kroz krug je:

$$v_r = \Omega \bar{\mu} \quad (22)$$

Kako nam je potrebna radijalna komponenta ove brzine posmatrajmo sl. 10 na kojoj je ugao izmedju SP i v označen sa  $\delta$  pa je:

$$V_r = V \cos \delta \\ = \Omega \xi \cos \delta \quad (23)$$



SL. 10

Sa sl. 10 se vidi da, pošto je  $SP=1$ , vrednost  $\cos \delta$  je projekcija SP na vektor  $v$ , ili:

$$\cos \delta = g \quad (24)$$

pa je:

$$V_r = \Omega \cdot \frac{q}{2}$$

(25)

$\xi$  i  $q$  leže u ravni recipročne rešetke i njihov proizvod  $\xi \cdot q$  određuje dvostruku površinu trougla O<sub>n</sub>S<sub>n</sub>P. Ova površina se sa sl. lod može izraziti i preko  $w \cdot l_0$ , pa je:

$$w \cdot l_0 = \xi \cdot q$$

Sa sl. lod se vidi takođe da je:

$$\sin \gamma = \frac{w}{S_n P}$$

(26)

a zbog

$$S_n P = R_n$$

$$\sin \gamma = \frac{w}{R_n}$$

(28)

Ako zamenimo  $w$  iz (28) u (26) i to kombinujemo sa (23), radijalna komponenta brzine je:

$$V_r = \Omega (\sin \gamma) R_n l_0$$

(29)

a kako je sa sl. loe

$$l_n = \sin \bar{\gamma}$$

(30)

$$l_0 = \sin \bar{\mu}$$

(31)

$v_r$  se može izraziti kao:

$$v_r = \Omega \sin \gamma \sin \bar{\gamma} \sin \bar{\mu}$$

(32)

Ako dalje zakon sinusa primenimo na trougao O<sub>n</sub>S<sub>n</sub>P, sl. loe imamo:

$$\frac{\sin \gamma}{\xi} = \frac{\sin h}{\sin \bar{\gamma}}$$

(33)

Na osnovu (33), (32) možemo napisati i kao:

$$v_r = \Omega \xi \sin \bar{\gamma} \sin h$$

(34)

Pa je L-faktor tada:

$$L \sim \frac{1}{\Omega \sin \gamma \sin \bar{\gamma} \sin \bar{\mu}}$$

(35)

ili

$$L \sim \frac{1}{\Omega \xi \sin h \sin \bar{\mu}}$$

(36)

Kako tačka prolazi dva puta kroz sferu refleksa, L-faktor je stvarno dvostruka vrednost ove.

Gornje razmatranje L-faktora se odnosi na takozvano "čisto" precesiono kretanje kada je ugaona brzina stalna tokom ciklusa. Uredjaji koji zadovoljavaju ovaj uslov nazivaju se MARK III. Međutim kod uobičajenih precesionih instrumenata, MARK II, ova ugaona brzina, zbog prirode vešanja u instrumentu se tokom ciklusa menja pa to utiče i na L-faktor, koji se mora korigovati. Kori-

govani L-faktor koji važi za MARK II vešanje je:

$$L \sim \frac{1}{2\zeta \sin \theta \sin h} \left[ \frac{1}{1 + \tan^2 \theta \sin^2(\theta + h)} + \frac{1}{1 + \tan^2 \theta \sin^2(\theta - h)} \right] \quad (37)$$

Za praktičnu primenu L-faktor se kombinuje sa polarizacionim faktorom p i tako tabeliše u formi korekcije  $\frac{1}{L_p}$ . Korekcija  $\frac{1}{L_p}$  za precesioni metod se tabeliše u funkciji cilindričnih koordinata recipročne rešetke  $\xi$ ,  $\zeta$ ,  $\varphi$ . Pored toga, često se izraduju mape na providnim folijama, na kojima je ucrtana raspodela  $\frac{1}{L_p}$  korekcije u funkciji od  $\xi$  tako da se samo stavljanjem odgovarajuće mape na precesioni snimak očitava korekcija za željeni spot.

### APSORPCIJA

Kristalni uzorak apsorbuje i direktni i difraktovan zrak, tako da je difraktovani zrak uopšte manjeg intenziteta. Količina tog smanjenja zavisi od dužine puta zraka kroz kristal, a ovaj je funkcija oblika kristala. To smanjenje zavisi i od držanja pojedinih ravni odgovornih za refleksiju. Inače u slučaju malih kristala i prodornog zračenja ova korekcija se ponekad zanemaruje. U osnovi apsorpcije je da kada početni intenzitet prodje kroz supstancu dužine X, smanjuje mu se intenzitet i iznosi:

$$I = I_0 e^{-\mu X} \quad (38)$$

gde je  $\mu$  konstanta karakteristična za supstancu i naziva se linearno-apsorpcioni koeficijent. Za korekciju apsorpcije se koristi transmisioni faktor T koji predstavlja odnos stvarnog intenziteta posle prolaska x-zraka kroz kristal, prema intenzitetu kada nema apsorpcije, tj.

$$T = \frac{\int I_0 e^{-\mu X} dV}{\int I_0 dV}$$

$$= \frac{1}{V} \int e^{-\mu X} dV \quad (39)$$

U difrakcionim eksperimentima veličina X se sastoji iz dva dela. Prvi  $X_1$  predstavlja dužinu od površine kristala do difrakcione zapremine  $dV_f$ , a drugi  $X_2$  predstavlja rastojanje koje predje

difraktovani zrak od difrakcione zapremine  $dV$  do površine kristala. Pa za difrakciju važi:

$$T = \frac{1}{V} \int e^{-\mu(x_1+x_2)} dV \quad (40)$$

Kada je u pitanju precesiona metoda (40) se rešava relativno lako samo za neke specijalne slučajeve i to kad je kristal sfernog oblika, ili kad ima cilindričnu simetriju u pravcu precesione ose i kad je kristal pločastog oblika, tako da mu je površina ploče paralelna ravni recipročne rešetke i dimenzije ploče su veće od poprečnog preseka x-zraka.

U slučaju sfernog oblika uzorka, transmisioni faktor je funkcija Bragg-ovog ugla  $\theta$  i njegove vrednosti su date u tabelama. Za korišćenje ovih tablica potrebno je znati radijus sfere  $R$ , i iz poznavanja gustine, gradje kristala i tabele maseno-apsorpcionih koeficijenata se izračunava linearno-apsorpcioni koeficijent. Poznavanjem  $\mu R$  i uglova  $\theta$ , iz tablica očitavamo traženi transmisioni faktor.

Kada imamo valjkast uzorak transmisioni faktor za precesione fotografije nultog pravca na osnovu poznavanja  $\mu R$  i  $\theta$  se mogu čitati iz tablica za uzorke praha u obliku cilindra koje je izveo Claasen, a kasnije Bradley i Bond.

Za slučaj uzorka u obliku ploče (40) daje za nulti pravac:

$$T = \frac{1}{t_0} \int e^{-\mu t_0 \rho c \bar{\mu}} dt = e^{-\mu t_0 \rho c \bar{\mu}} \quad (41)$$

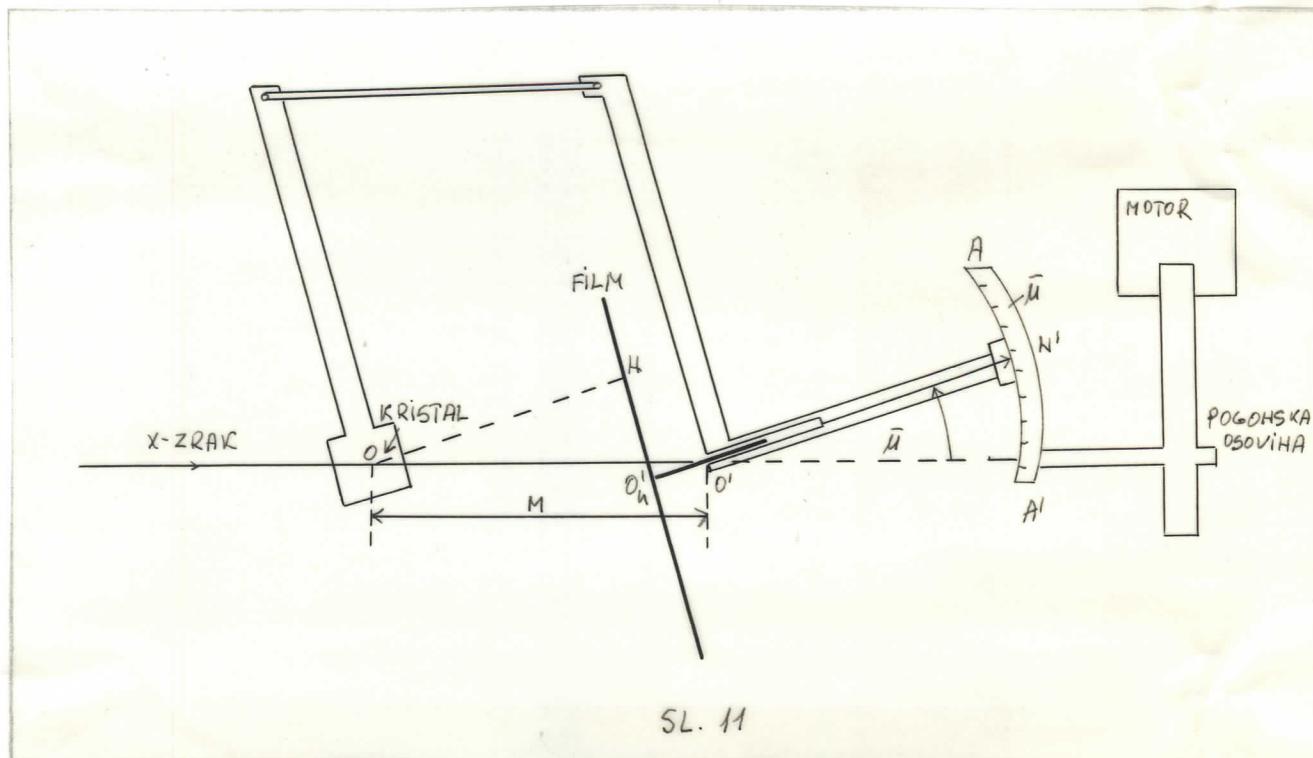
gde je  $t_0$  debeljina ploče.

Za sve ostale slučajeve dobijanje ove korekcije je moguće samo pomoću velikih računara, tako da postoje određeni programi za svaki pojedinačni slučaj.

#### PRECESIONI APARAT

Posle primene de Jong-Bouman-ovog principa na precesioni metod, Martin Buerger je konstruisao novi instrument u skladu sa nešto ranije datom teorijom i nazvao ga MARK II. Kao što se sa sl.2 vidi kod ovog instrumenta i kristal i film su smešteni na precesionu vešalicu, tako da im centri ostaju nepokretni i nalaze se na pravcu x-zraka. Pored toga precesioni instrument mora da izvrši i dve glavne funkcije, a to je da omogući vršenje precesionog kretanja ose kristala oko x-zraka i da održava paralel-

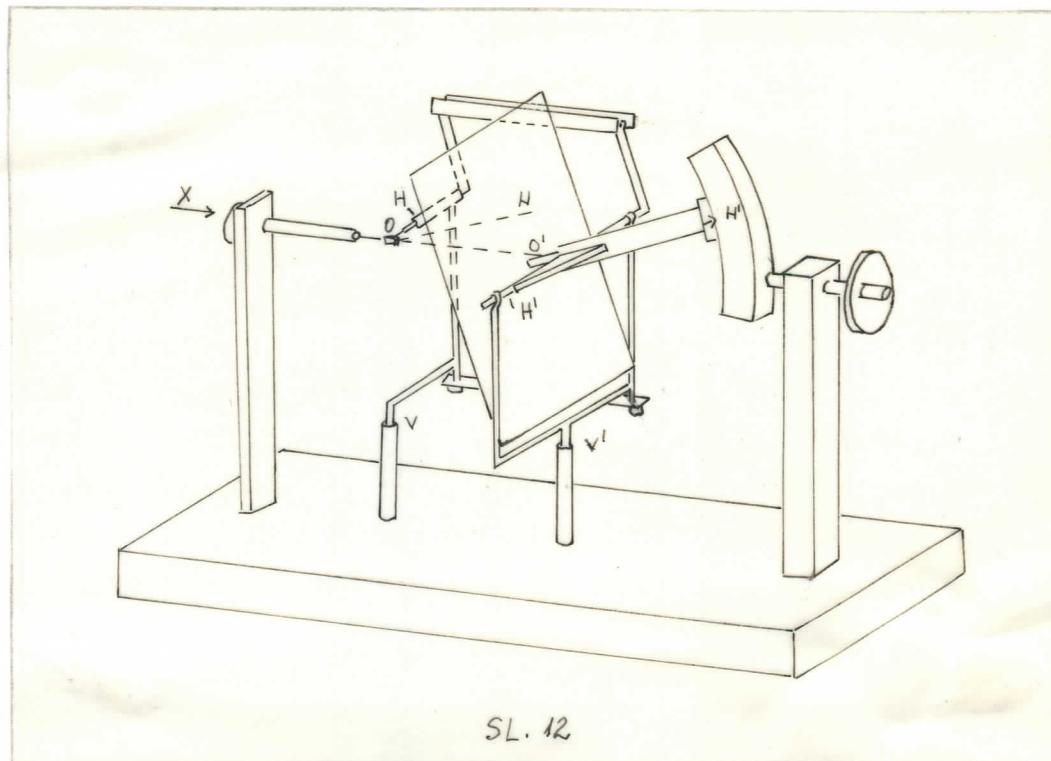
nost i identičnost kretanja ravni filma i recipročne rešetke. Ovi zahtevi su kod prvih precesionih instrumenata tipa MARK II ostvarivani pomoću radne paralelogramske veze koja je omogućavala i promenu faktora uvećanja  $M$ , tj. promenu osnovnog rastojanja između centara kristala i filma (00 sl. 11). Međutim savremeniji precesioni aparati se proizvode sa fiksiranim faktorom uvećanja  $M$ , (obično  $M=60\text{mm}$ ) a paralelogramska radna veza je zamjenjena pogodnijom. Dvodimenzionalni šematski prikaz savremenog precesionog aparata se vidi na sl. 11.



SL. 11

Sa ove slike se vidi da pri postavljanju željenog precesionog ugla na luku AA', postavlja se i normala filma  $O'_N'$  u željeni položaj, a istovremeno se automatski postavlja i osa kristala ON uz pomoć spona koje su povezane sa preciznom vezom sa kuglama. Međutim paralelnost kristalne ose i normale filma, kao i njihovo sinhronizovano kretanje se mora održavati u prostoru, tako da se stvaran princip instrumenta vidi tek na trodimenzionoj uprošćenoj šemi kao na sl. 12.

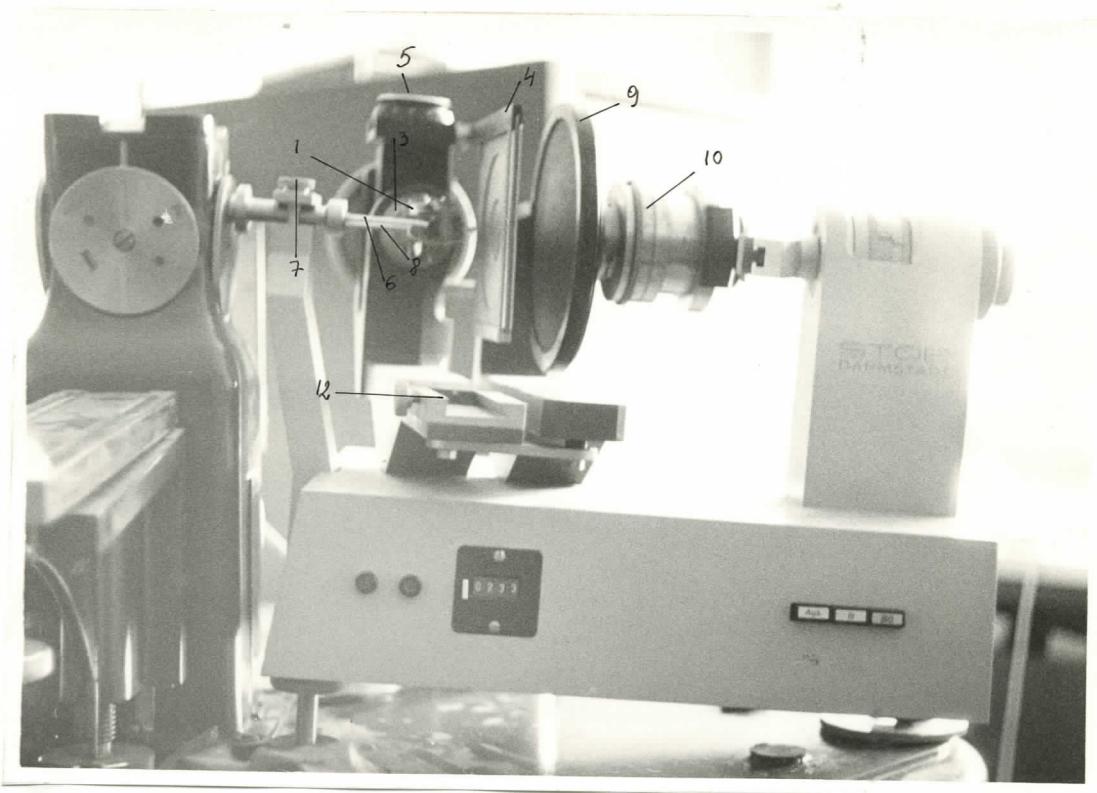
Na sl. 12 se vidi da su i horizontalne (HH) i vertikalne (VV) ose precesionih vešalice povezane sponama sa vezom sa kuglama, koje omogućuju potpunu sinhronizaciju kretanja ose kristala i normale filma i održavanje njihove paralelnosti. Na slici se takođe vidi da je rastojanje vertikalnih osa (VV) stalno.



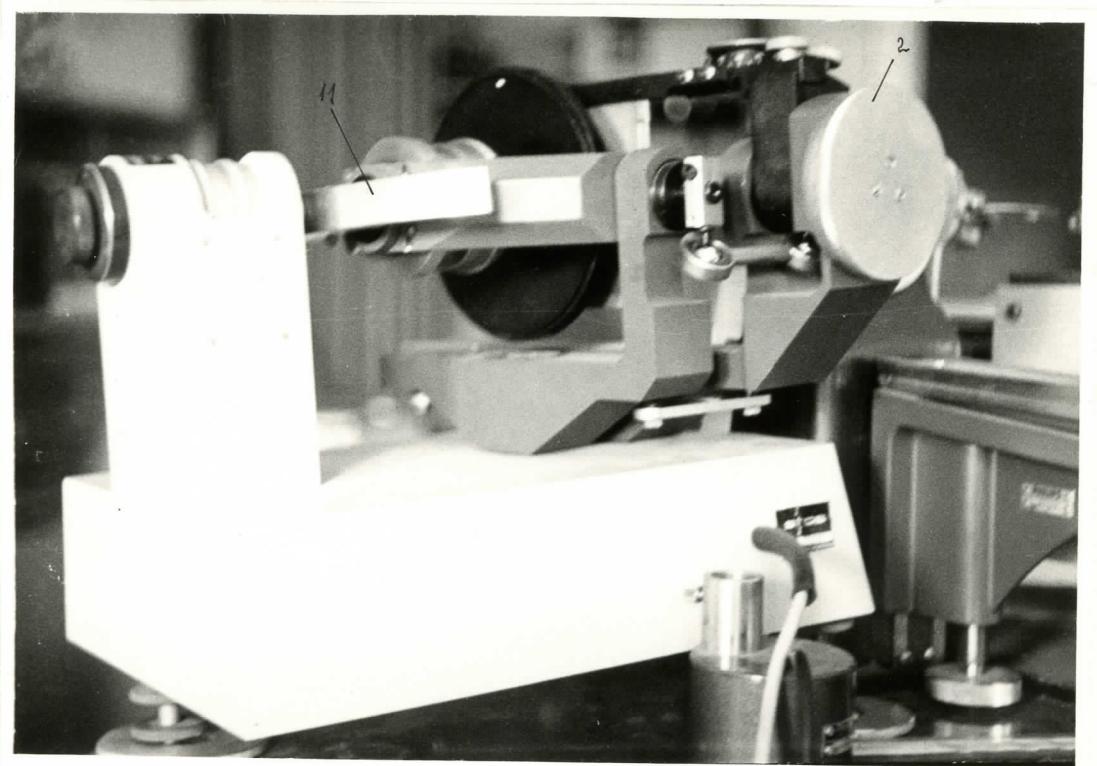
SL. 12

Izgled jednog savremenog precesionog instrumenta, koji je proizvela firma STOE (model 1971) prikazan je na sl. 13a i b. Instrument se sastoji od metalnog kućišta u kome se nalazi pogonski motor i ostalih spoljašnjih delova čiji opis upravo sledi. Inače samo kućište instrumenta je postavljeno na tri nožice čija se visina može menjati u cilju podešavanja instrumenta ispred vertikalne rendgenske cevi. Na kućištu se nalazi rotaciona osovina (1) na koju se postavlja standardna goniometrijska glava sa kristalom. Ugaoni položaj kristala se očitava na dobošu (2) sa tačnošću od  $0,1^\circ$ . Longitudinalno pomeranje kristala se vrši pomoću manjeg dugmeta (3). Nosač zaklona i kupasto-osne kasete (4) se pričvršćuje na rotacionu osovinu. Rastojanje izmedju kristala i zaklona se postavlja pomoću kružnog dugmeta (5), a zalon se postavlja u otvor na držaču bliže filmskoj kaseti. Uz instrument STOE model 1971 isporučuju se četiri zaklona sa radijusima (15, 20, 25 i 30 mm). Izgled jednog zaklona dat je na sl. 14. To je metalna ploča pravougaonog oblika koja ima prstenašt otvor.

X-zraci dolaze kroz kolimator (6) koji je učvršćen pomoću klina (7) koji omogućuje laku promenu kolimatore (na raspolaganju su kolimatori sa prečnicima od 0,3, 0,5, 0,8 mm) na koli-

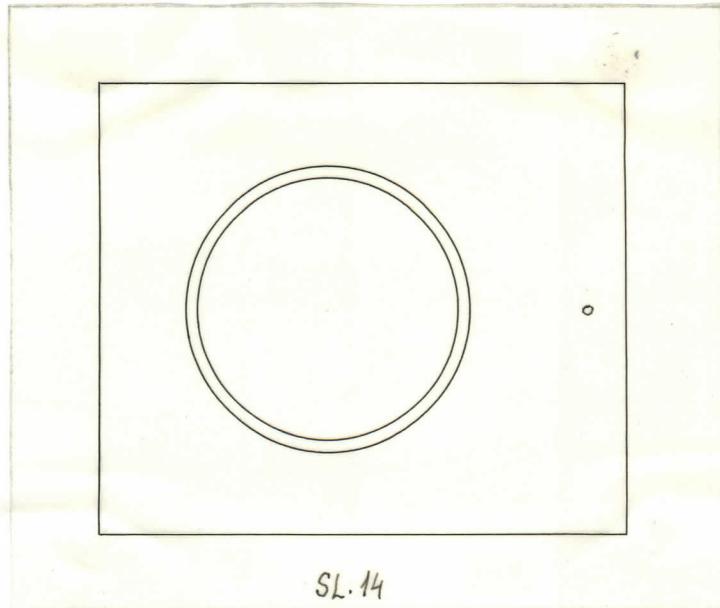


a



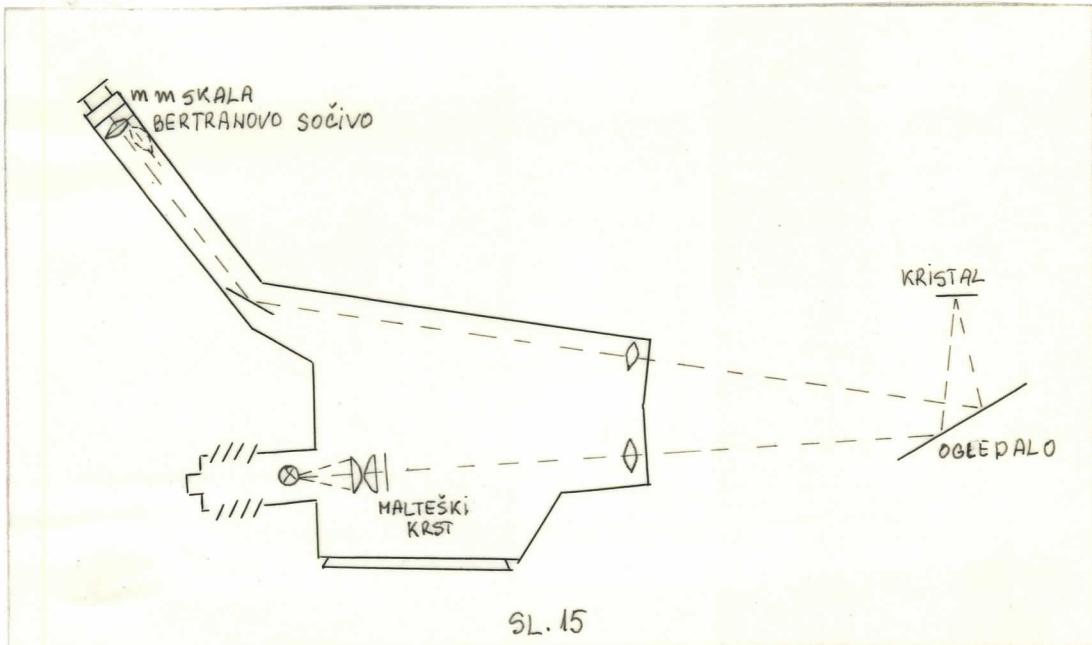
b

SL. 13



SL. 14

mator se stavlja zaustavljač glavnog snopa (8). Kaseta za film je kružnog oblika (9), a bajonetnom vezom se pričvršćuje za mehanizam koji je pokreće. Pomeranje filma u željenu poziciju se lako vrši pomoću prstena (10) na kome se nalazi skala čija je vrednost podeoka  $0,1$  mm. Maksimalno pomeranje filma je  $25$  mm. Kako je kaseta kružnog oblika uz aparat se dobija i uredjaj za sečenje filma. Prilikom sečenja filma ista sprava buši i  $3$  rupe na filmu koje omogućuju lakše postavljanje filma u kasetu i odredjivanje središne linije filma kao i utvrđivanje gornje strane filma. Da bi ove oznake na filmu vredele potrebno je postaviti kasetu tako da oznaka na zadnjoj strani kasete bude gore. Inače efektivni prečnik filma je  $120$  mm. Željeni precesioni ugao  $\mu$  se postavlja na skali lučnog izgleda (11), maksimalna vrednost je  $30^\circ$ . Na prednjoj strani instrumenta se nalaze tri dugmeta: "AUS" (za isključivanje), "B" (za Buerger-ove precesione fotografije) i "BO" (za Buerger-ove oscilacione fotografije), pored tih komandnih dugmadi se nalazi i brojač izvršenih oscilacija. Da bi mogli vršiti centriranje, a ponekad i orijentaciju kristala na žleb (12) se može postaviti mikroskopsko-teleskopski sistem čija je šema data na sl. 15. Kada se Bertrand-ovo sočivo ne nalazi na optičkom putu imamo mikroskop pomoću koga posmatramo kristal i rotacijom doboša (2) možemo ga centrirati na uobičajen način. Kada se postavi Bertrand-ovo sočivo dobijamo teleskop, a uz to uključenjem kolimatorske lampe koja projektuje lik Malteškog krsta na kristal, moguće je optički orije-



SL. 15

ntisati kristal ako ima dobro razvijene strane paralelne rotacijskoj osi. Medjutim u eksperimentalnom radu za orijentaciju kristala obično se koriste druge metode koje će biti prikazane nešto kasnije.

#### POSTAVLJANJE PRECESIONOG APARATA ISPRED RENDGENSKE CEVI

Kao što je ranije već bilo napomenuto precesioni instrument je postavljen na tri nožice čija visina može da se menja. Kada se instrument montira ispred rendgenske cevi ove nožice se postave na specijalne metalne "jastučiće", koji se sastoje iz tri dela, donji se lepi na podligu, na njega dolazi jedan diskast deo na koji se postavlja nožica instrumenta i trećeg dela pomoću koga se onaj srednji deo koji nosi nožicu instrumenta učvršćuje. Montiranje se vrši na sledeći način: Precesioni instrument postavljen na "jastučiće" se što je moguće tačnije postavi ispred rendgenske cevi, a zatim uklanjamo instrument i lepimo "jastučiće" za podlogu. Posle toga se instrument ponovo stavlja na "jastučiće" i na njega se postavlja filmska kaseta, ali bez zaštitnog papira, a na luku (11) se skala postavlja na  $0,0^{\circ}$ . Na instrument se postavlja kolimator čiji je prečnik  $0,8$  mm, a zatim se uključuje rendgenska cev i otvara prozor, tako da iz kolimadora dobijamo snop x-zraka koji treba da padaju u centar filmske kasete u kome se nalazi jedna fluorescentna tačka. Ako

snop ne pada u centar filmske kasete instrument se pomoću nožica i diskova na "jastučićima" podešava dok se to ne dogodi. Kad se snop x-zraka podesi da pada u centar kasete za film, uključuje se mehanizam za pokretanje i proverava da li i tokom kretanja snop ostaje u centru. Kad je podešavanje gotovo učvršćuju se gornji delovi "jastučića", a time i položaj instrumenta.

#### INTEGRACIONA KASETA

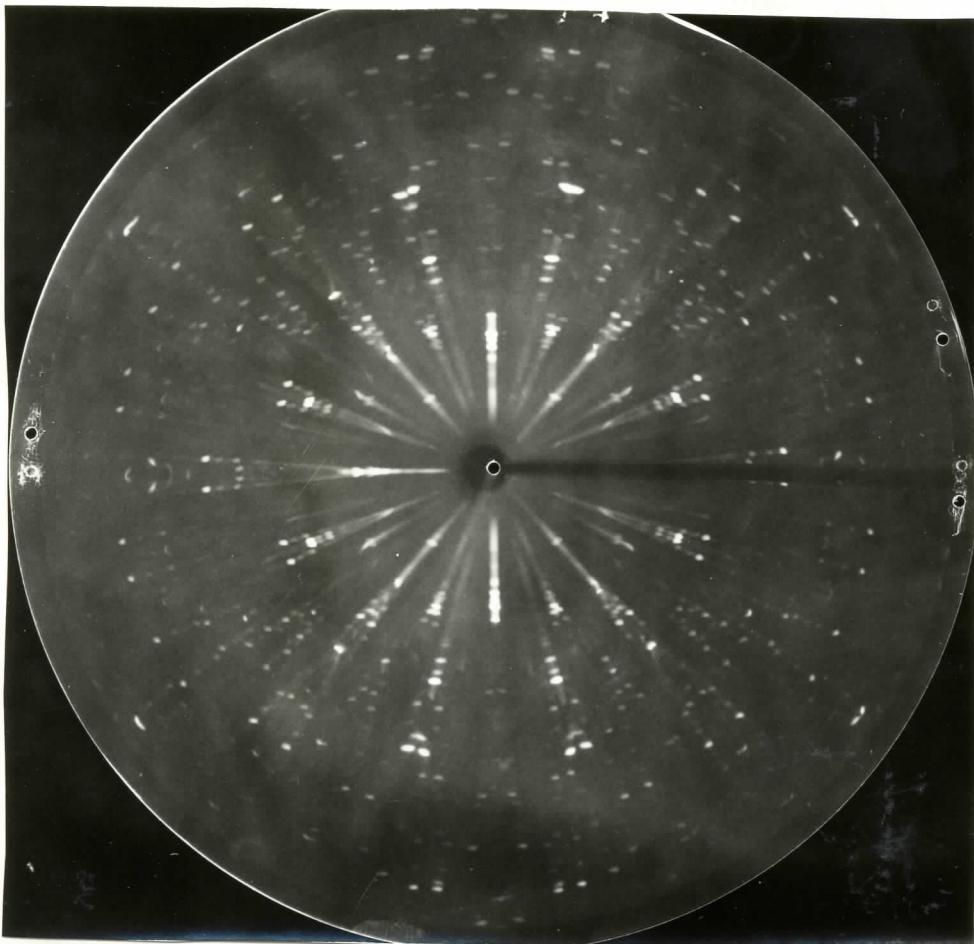
Pored opisanih delova i pribora za precesioni instrument postoji još jedan, a to je integraciona kaseta. Integraciona kaseta se koristi za snimanje precesionih fotografija koje će se koristiti za odredjivanje intenziteta. Pomoću nje se svaka tačka na filmu razvlači u pravougaoni oblik i njeno zacrnjenje je ravnomerno. Ovo se postiže na taj način što tokom svakog precesionog ciklusa integraciona kaseta pomeri film za  $1/12$  mm horizontalno, a posle 12 takvih pomeranja film se podiže za  $1/12$  mm u vertikalnom pravcu, tako da je posle 144 precesionih ciklusa izvršen jedan integracioni ciklus, i 144 tačaka je ravnomerno rasporedjeno po  $1 \text{ mm}^2$ .

Integraciona kasetu koju mi koristimo je kružnog oblika i koristi iste filmove kao obična filmska kasetu, samo sada se one tri rupe na filmu ne koriste. No pored kružnog oblika ona se od gore opisane razlikuje i time što je kod nje broj koraka  $14 \times 10 = 140$ , što znači da je integracioni ciklus završen posle 140 precesionih i što se na njoj mogu birati dimenzije pravougaonika u koji se razvlače spotovi od 0 do 3 mm. Treba napomenuti da kad se snima integraciona fotografija uvek moramo imati ceo broj integracionih ciklusa (naprimer 8). Inače integraciona kasetu se montira na precesioni instrument tako što se obična kasetu skine i u otvor njenog držača ubaci dodatna osovinica, a zatim na taj držač se namontira i učvrsti integraciona kasetu istom bajonetnom vezom kao i obična kasetu. Rastojanje filma od kristala u integracionoj kaseti je isto kao kod obične kasete, tako da nema nikakve razlike u postavci za ( $\bar{\mu}, S, V_3$  i  $M_{J_u}$ ) prilikom snimanja sa integracionom kasetom.

### PRAKTIČAN RAD

Priprema kristalnog uzorka je ista kao kod drugih metoda. To znači da pogodan monokristal lepimo na staklenu kapilaru pomoću laka ili lepka, a zatim kapilaru pomoću plastelina pričvršćujemo na standardnu goniometrijsku glavu. Iz teorije je poznato da je sada potrebno postaviti tako kristal na precesioni instrument da mu je jedna osa paralelna sa x-zrakom kad je precesioni ugao  $\bar{\mu} = 0$ . Ovakvu orijentaciju kristala moguće je izvršiti i pomoću samog precesionog aparata, međutim u praksi se to retko radi. Uobičajeno je da se pomoću takozvane X-metode orijentiše kristal, tj. jedna njegova osa koju često nazivamo rotacionom osom. Potom se napravi Weissenberg-ov snimak nulte slojne linije i sa njega se utvrdi položaj ostale dve recipročne ose, a to znači i približan položaj realnih. Sada se pažljivo prenosi goniometarska glava sa kristalom sa Weissenberg-ove kamere na precesionu kameru i postavlja tako da jedna od one dve ose bude paralelna sa x-zrakom, i ta osa će sada biti precesiona osa. Pri ovakovom prenošenju obično se greši do nekoliko stepeni (pri veoma pažljivom radu greška može biti i ispod jednog stepena) i zbog toga je potrebno popraviti orijentaciju precesione ose da ona bude potpuno paralelna sa x-zrakom. Ovo konačno doteđivanje orijentacije precesione ose vrši se na precesionom instrumentu pomoću posebne vrste precesionih fotografija koje se nazivaju orijentacione fotografije. Primeri nekih orijentacionih fotografija dati su na sl. 16a, b i c. Ove fotografije se snimaju pomoću nefiltriranog x-zračenja, dok se film nalazi u nultom položaju, tj.  $M_{J_u} = 0$ . Sa sl. 16 se vidi da ukoliko je orijentacija ose bez greške, u sredini snimka dobijamo pravilan krug, a kad postoji greška u orijentaciji, krug se izdužuje u pravcu greške. Na pomenutim fotografijama se pored osnovnog kruga koga čine difrakcioni spotovi vidi i mnoštvo drugih spotova koji u ovom slučaju samo smetaju, i zbog toga je poželjno praviti orijentacione fotografije pomoću zaklona koji ima kružni otvor od 10 mm i koji eliminiše nepotrebne spotove. Treba napomenuti da je zbog upotrebe nefiltrirane radijacije vreme ekspozicije skraćeno i kreće se od desetak minuta do nekoliko časova.

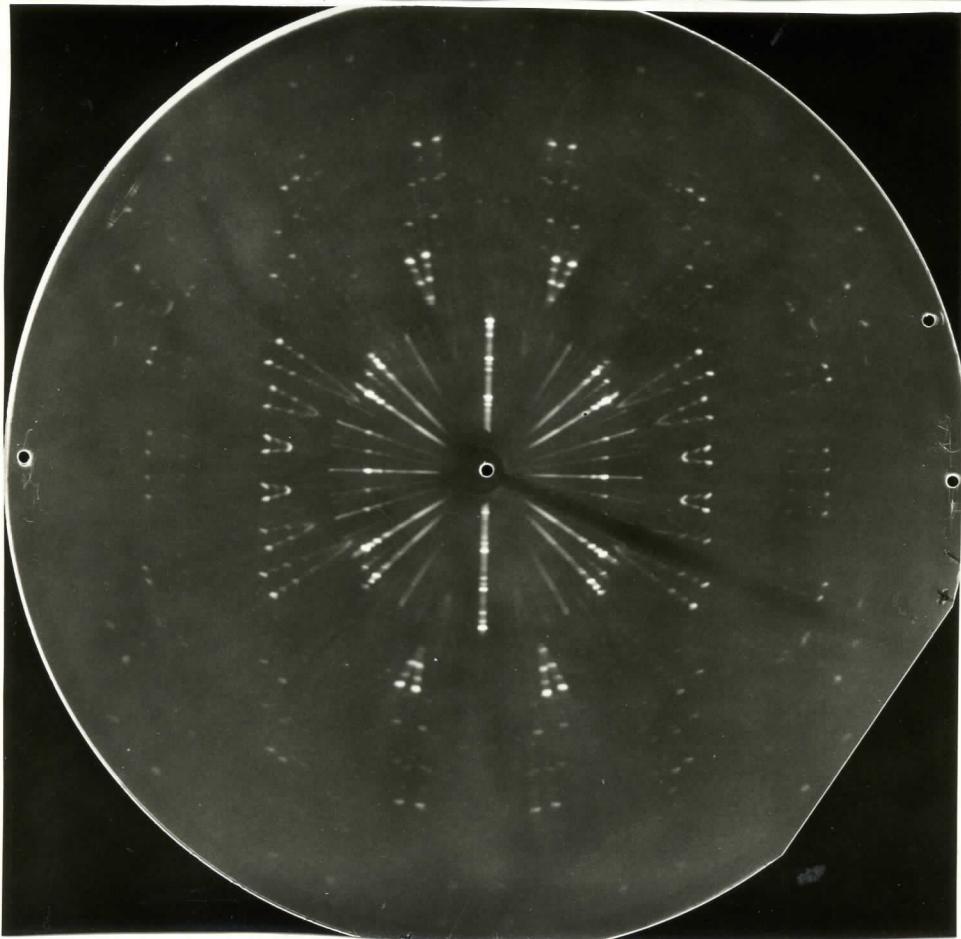
Na sl. 16d je data kupasto-osna fotografija napravljena pri orijentacionoj greški od  $2^\circ$ . Kod ovih fotografija kao što se vidi, greška u orijentaciji utiče na širenje krugova.



SL. 16a

b-OSA,  $\varepsilon=0^\circ$

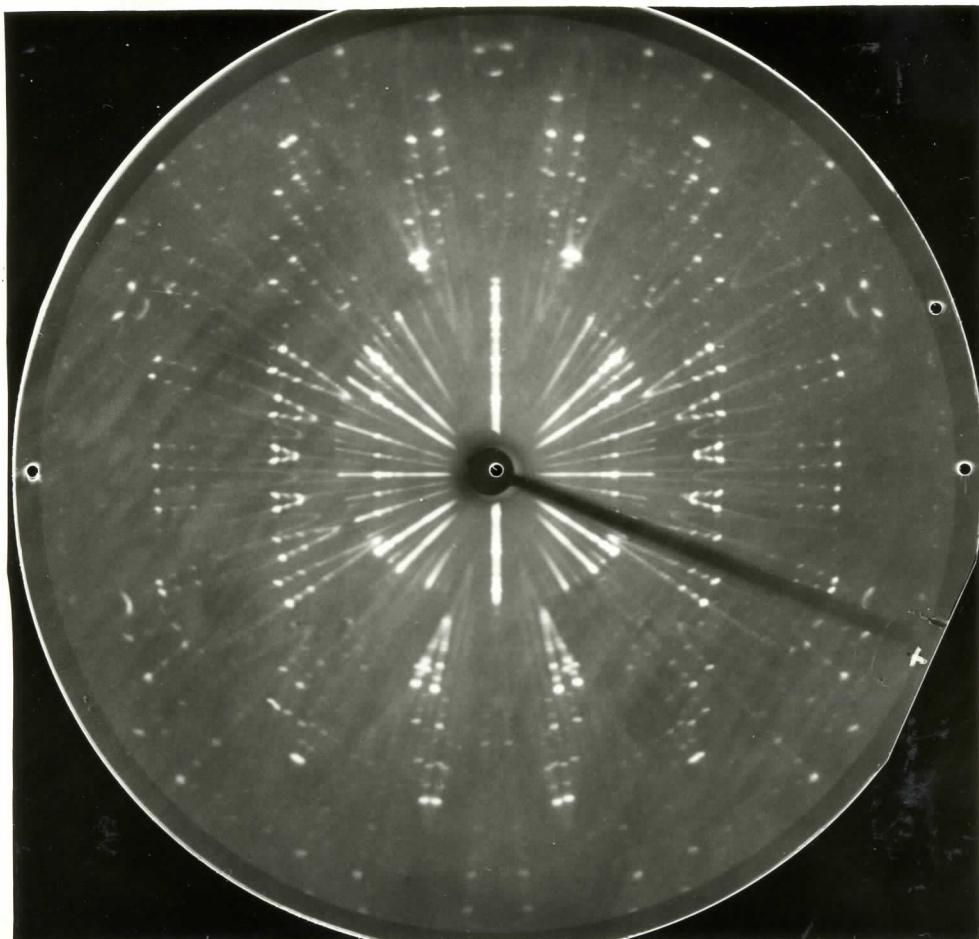
$\bar{\mu}=10^\circ$ ,  $h=3h$



SL. 16b

c-OSA,  $\varepsilon=0^\circ$

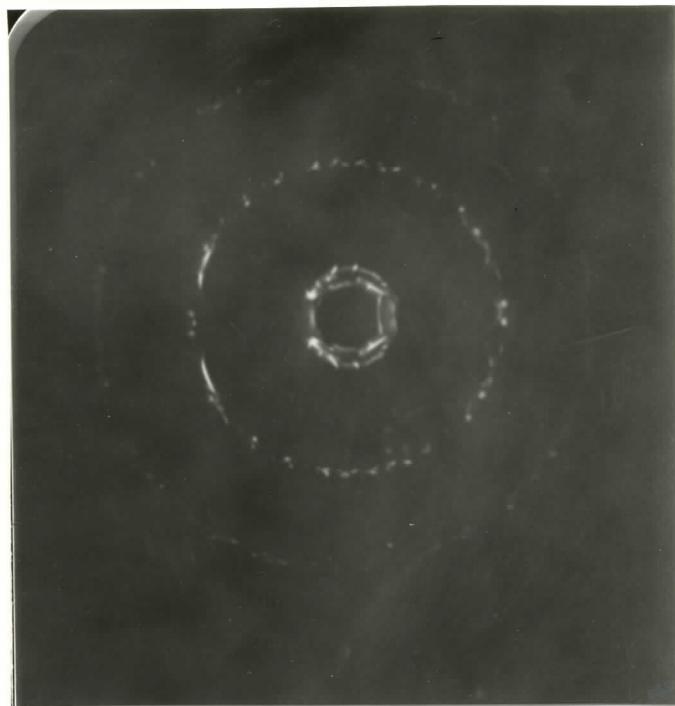
$\bar{\mu}=10^\circ$ ,  $3h$



SL. 16c

C-05A,  $\varepsilon=2^\circ$

$\bar{\mu}=10^\circ$ , 3h

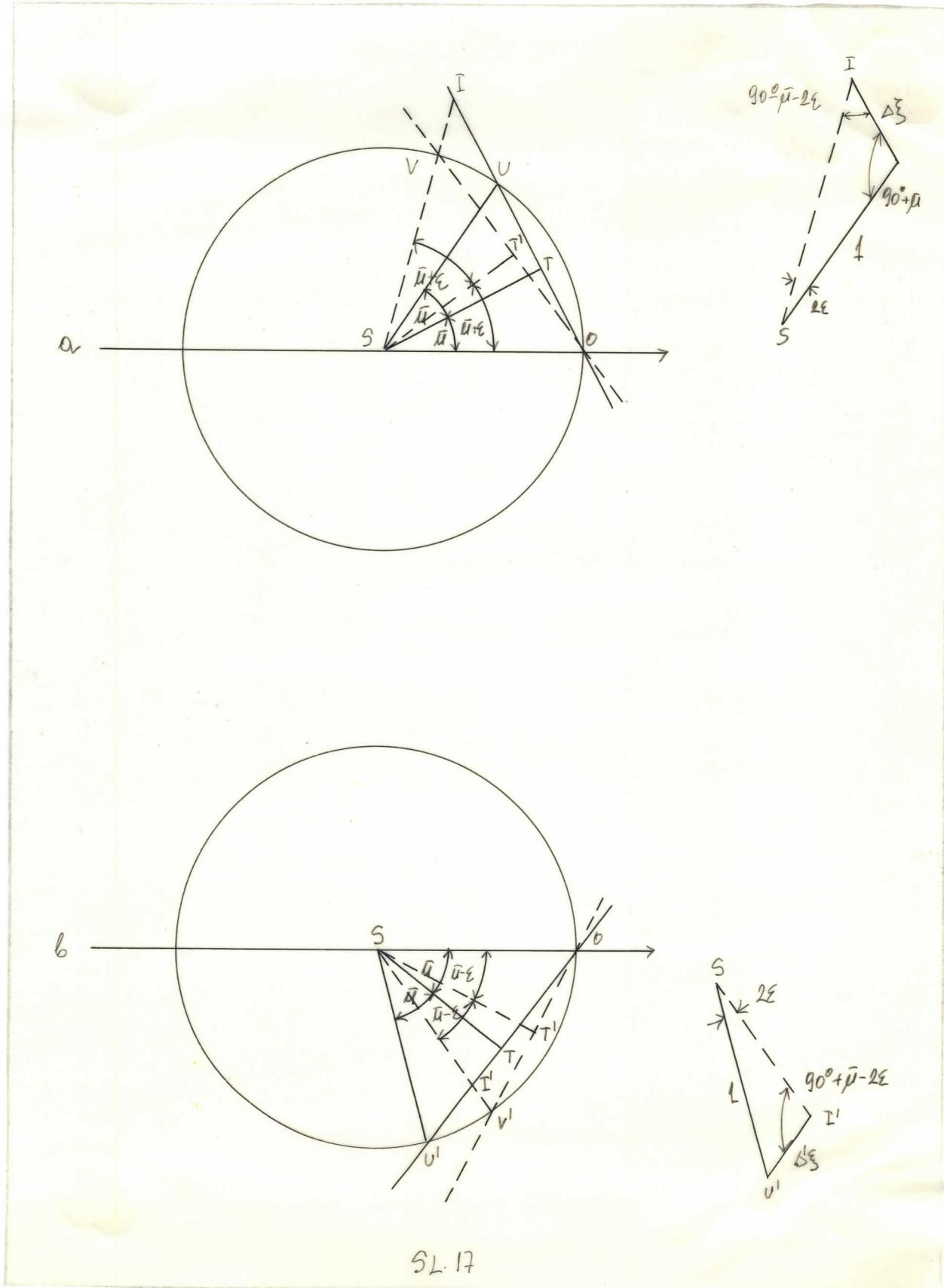


SL. 16d

C-05A,  $\varepsilon=2^\circ$

$\bar{\mu}=10^\circ$ ,  $\Delta=3\text{cm}$ , 2h

Da bi se objasnila promena u obliku i dimenziji središnjeg kruga kod orijentacionih fotografija, posmatrajmo šta se događa kad precesiona osa odstupa od paralelnosti sa x-zrakom za neki ugao  $\varepsilon$ , dijagramski prikaz je dat na sl. 17a i b.



Razmotrimo prvo sl. 17a. Kristalna osa koja stoji normalno na ravan recipročne rešetke treba da leži u pravcu ST i pravi ugao  $\bar{\mu}$  sa x-zrakom, međutim ona zbog greške  $\epsilon$  leži duž ST praveći ugao  $\bar{\mu} + \epsilon$  sa pravcem x-zraka. Zbog toga ravan recipročne rešetke ne leži duž pune linije već duž isprekidane linije i seče sferu refleksa kod V umesto kod U. Kako se refleksi koji odgovaraju ovoj ravni recipročne rešetke projektuju na film koji je paralelan tačnoj poziciji ravni recipročne rešetke OU, dobija se da se refleksi koji odgovaraju tački V pojavljuju na mestu refleksa tačke I pri korektnom položaju ravni, pa se dosledno tome ivica kružnog prostora refleksa pomera od U do I. Veličina ovog pomeranja  $\Delta\zeta = vI$  može se povezati sa greškom  $\epsilon$  ako koristimo trougao SIU koji je dat desno od sl. 17a. Primenom zakona sinusa na ovaj trougao imamo:

$$\frac{\Delta\zeta}{vI} = \frac{\sin 2\epsilon}{\sin(90^\circ - 2\epsilon - \bar{\mu})} \quad (42)$$

ili

$$\Delta\zeta = \frac{\sin 2\epsilon}{\cos(2\epsilon + \bar{\mu})} \quad (43)$$

Ako razvijemo imenilac i izvršimo neke manje transformacije dobijamo:

$$\tan 2\epsilon = \frac{\Delta\zeta \cos \bar{\mu}}{1 + \Delta\zeta \sin \bar{\mu}} \quad (44)$$

Posmatrajmo sada sl. 17b koja predstavlja situaciju posle izvršene polovine precesionog ciklusa u odnosu na položaj sa sl. 17a. Ako i ovde na trougao SI'U' primenimo zakon sinusa imamo:

$$\frac{\Delta'\zeta}{vI} = \frac{\sin 2\epsilon}{\sin(90^\circ - 2\epsilon - \bar{\mu})} \quad (45)$$

ili

$$\Delta'\zeta = \frac{\sin 2\epsilon}{\cos(2\epsilon - \bar{\mu})}$$

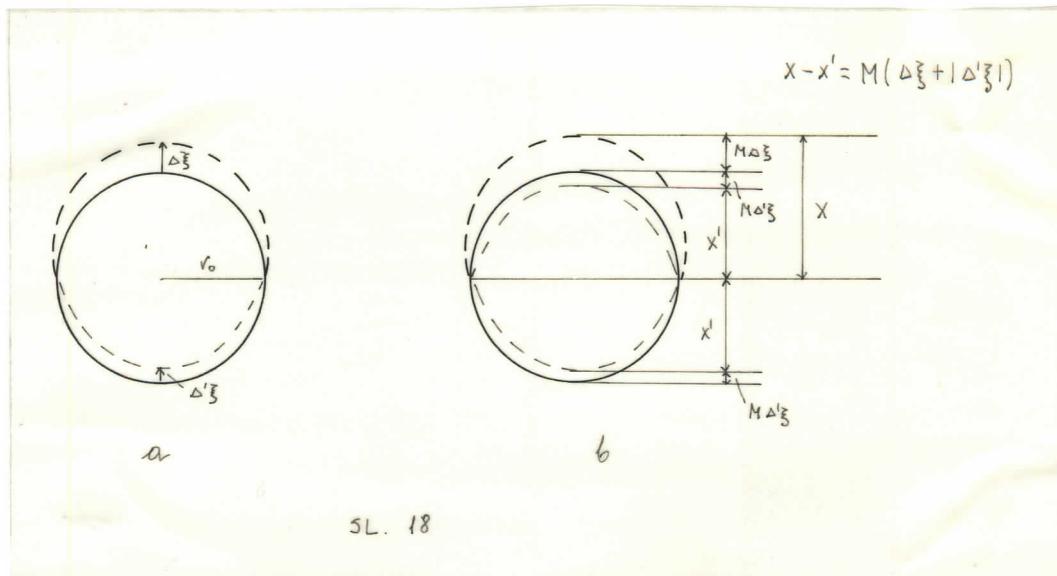
Posle razvijanja imenioca i neznatnog sredjivanja dobijamo:

$$\tan 2\epsilon = \frac{\Delta'\zeta \cos \bar{\mu}}{1 - \Delta'\zeta \sin \bar{\mu}} \quad (46)$$

Za male vrednosti precesionog ugla  $\bar{\mu}$  može se pisati da je:

$$\tan 2\epsilon \approx \Delta\zeta \approx \Delta'\zeta \quad (47)$$

Promene u spoljnom izgledu fotografije mogu da se vide na sl. 16c ili šematski prikazane na sl. 18a.



U slučaju kada nema greške centralni krug će biti pravilan (na sl. 18a predstavljen punom linijom) i poluprečnik mu je  $r_0 = M\xi_0 = M(2 \sin \bar{\mu})$ . Za  $\bar{\mu} = 10^\circ$  i  $M = 6$  cm ovaj radijus je  $r = 6 \times 2 \times 0,1737 = 2,08$  cm. No kada imamo orijentacionu grešku krug se u pravcu greške izdužuje za  $\Delta \xi$ , a nasuprot skraćuje za  $\Delta' \xi$  i postaje elipsa (na sl. 18a predstavljen isprekidanom linijom). Greška se sada može odrediti merenjem bilo  $\Delta \xi$ , bilo  $\Delta' \xi$  i izračunati iz (43) ili (45).

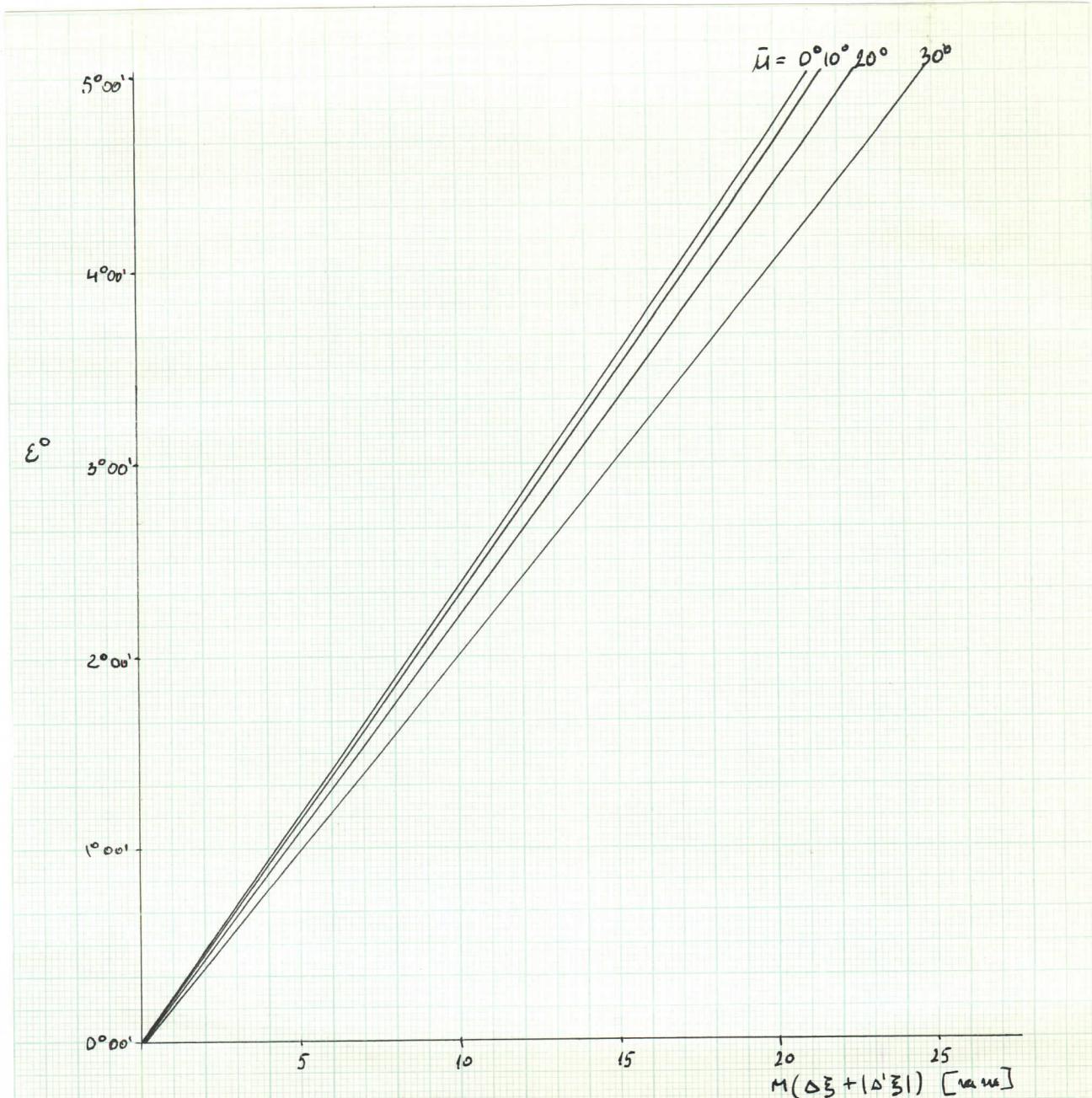
Medjutim za praktičan rad je mnogo pogodniji metod koji je razradio Ewans, on koristi u isto vreme obe veličine i  $\Delta \xi$  i  $\Delta' \xi$ , tj. njihovu sumu:

$$\Delta \xi + \Delta' \xi = \frac{\sin 2\epsilon}{\cos \epsilon (2\epsilon + \bar{\mu})} + \frac{\sin 2\epsilon}{\cos \epsilon (2\epsilon - \bar{\mu})} \quad (48)$$

$$= \sin 2\epsilon \frac{\cos(2\epsilon - \bar{\mu}) + \cos(2\epsilon + \bar{\mu})}{\cos(2\epsilon + \bar{\mu}) \cos(2\epsilon - \bar{\mu})}$$

$$= \frac{\sin 4\epsilon \cos \bar{\mu}}{\cos^2 2\epsilon - \sin^2 \bar{\mu}} \quad (49)$$

Gornju jednačinu je rešio grafički za različite precesione uglove sl. 19. Sa grafika se vidi da je dovoljno meriti sumu  $M(\Delta \xi + \Delta' \xi)$  a zatim direktno čitati grešku  $\epsilon$ . Na sl. 18b data je skica ko-



SL. 19

ja pokazuje kako se pomenuta suma može meriti. Merenje se vrši na sledeći način: Najniža tačka dela gde imamo skraćenje se prebacuje na suprotnu stranu od centra, i sada je rastojanje te premeštene tačke do kraja izduženog dela tražena veličina  $M(\Delta\xi + |\Delta'\xi|)$ . Na ovaj način se može izvršiti potrebna orijentacija sa tačnošću od pet minuta koja je sasvim dovoljna.

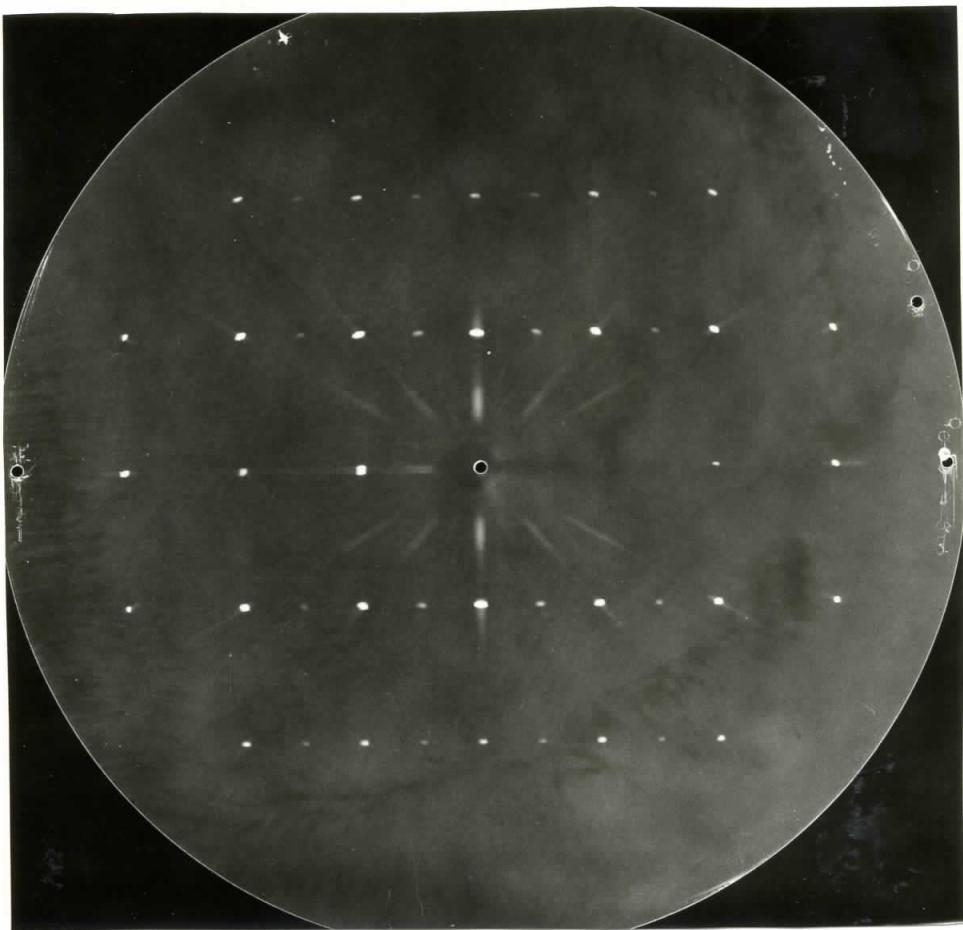
### EKSPERIMENTALNI REZULTATI

Pomoću do sada opisane Buergerove precesione metode je vršeno ispitivanje ortorombičnog kristala 1-isopropil-2-benzil-2-metil-6,7-dimetoksi-1,2,3,4-tetrahidro-izohinolin jodida, C<sub>19</sub>H<sub>22</sub>NO<sub>2</sub>J. Tokom rada monokristal je bio prvo orijentisan pomoću X-metode i napravljen je Weissenberg-ov snimak nulte slojne linije (dat na sl. 20), sa koga je utvrđen položaj ose koju smo obeležili sa b i uzeli za prvu precesionu osu. Sa Weissen-

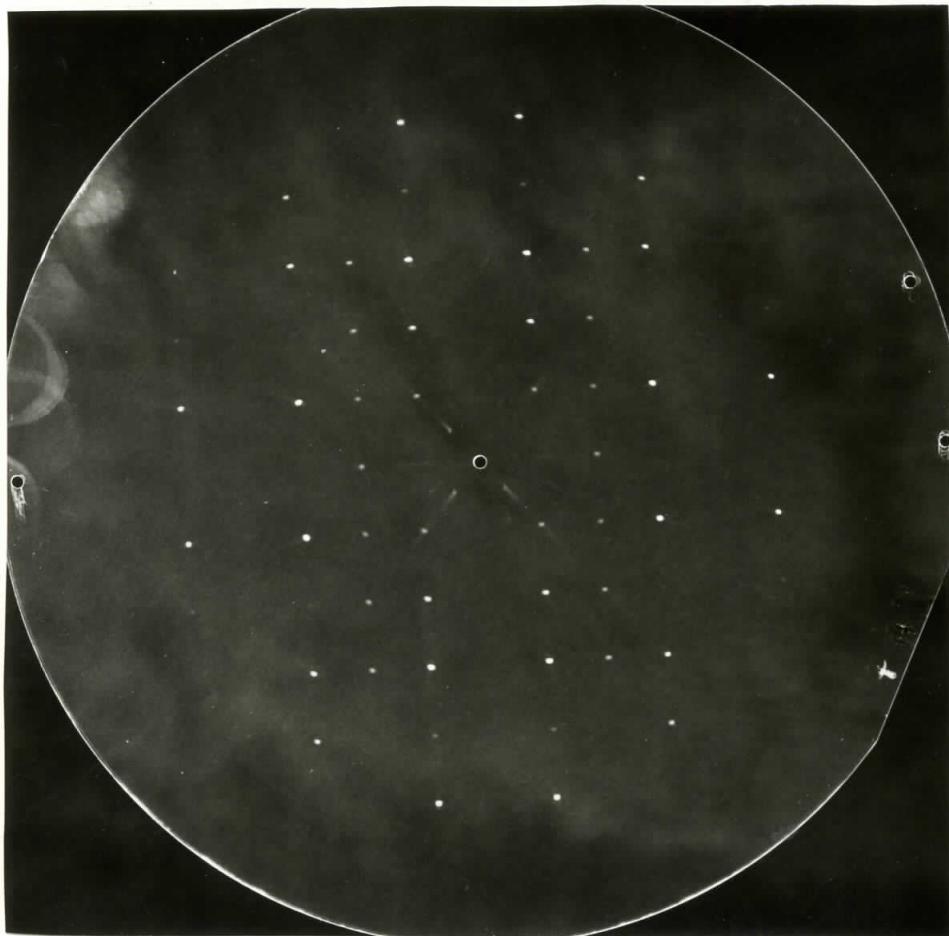


SL. 20

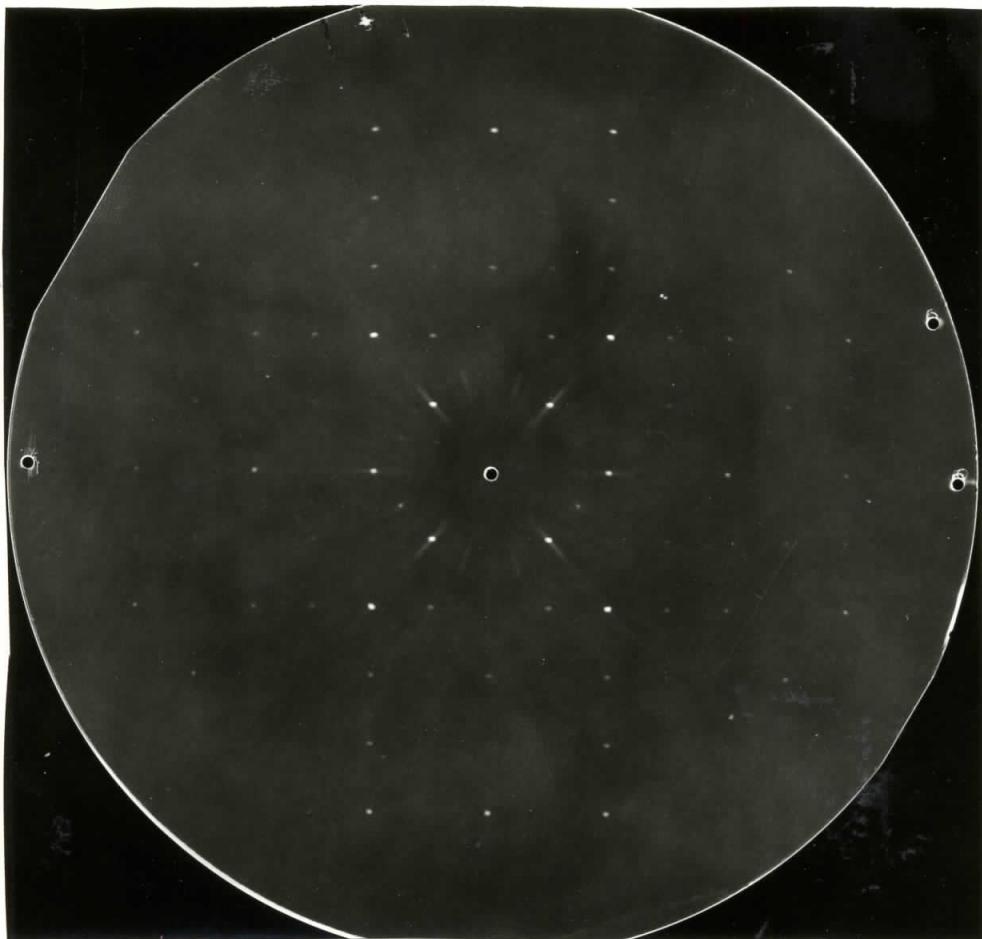
berg-ovog snimka je i procenjena dužina ove ose ( $b=36,2\text{\AA}$ ). Tada je goniometarska glava sa kristalom preneta na precesionu kamjeru, tako da je b-osa precesiona, a zatim je izvršena korekcija orijentacije pomoću orijentacione fotografije (data na sl.16a). Posle ovoga je izvršeno snimanje od nulte do pete ravni recipročne rešetke pri b-osi kao precesionoj. Snimci su dati na sl.21a, b,c,d,e i f. A veličine:  $\mu$ ,  $r_s$ , S, M $\zeta$ , za sve fotografije su



SL. 21a  
NULTA RAVAH R.R.  
b-OSA, 12h



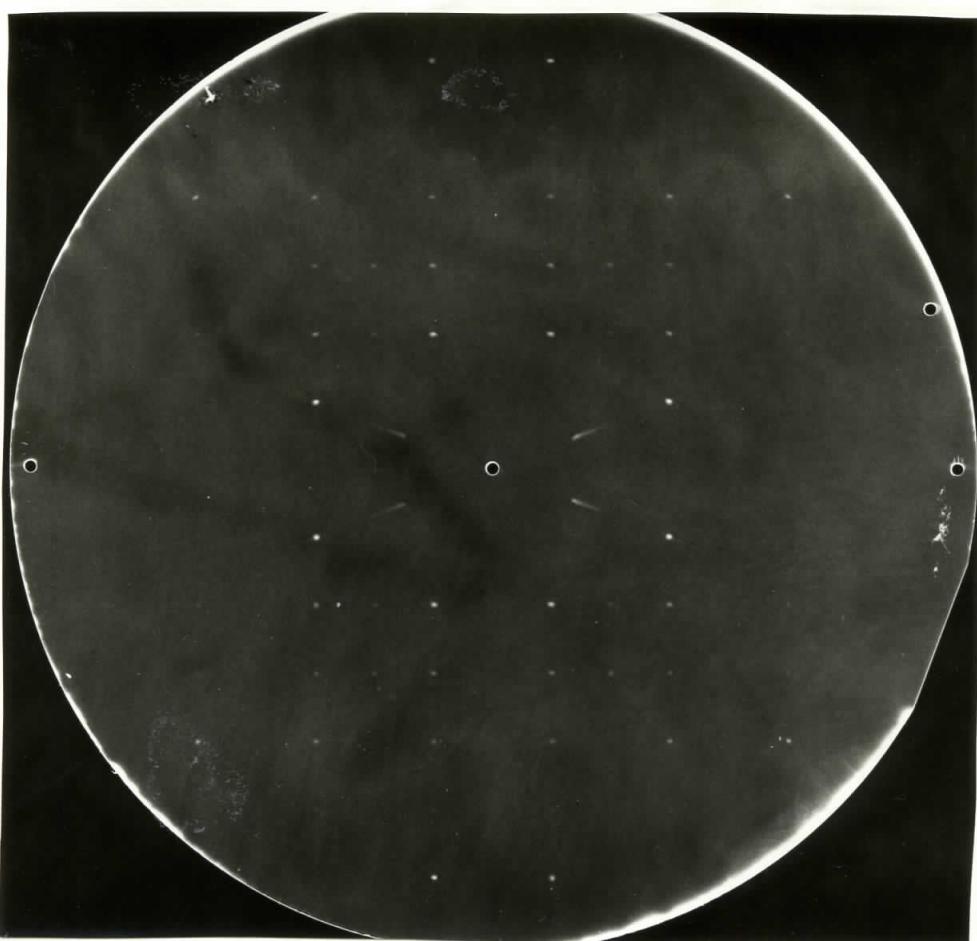
SL. 21b  
PRVA RAVAH R.R.  
b-OSA, 12h



SL. 21 c

DRUGA RAVAN R.R.

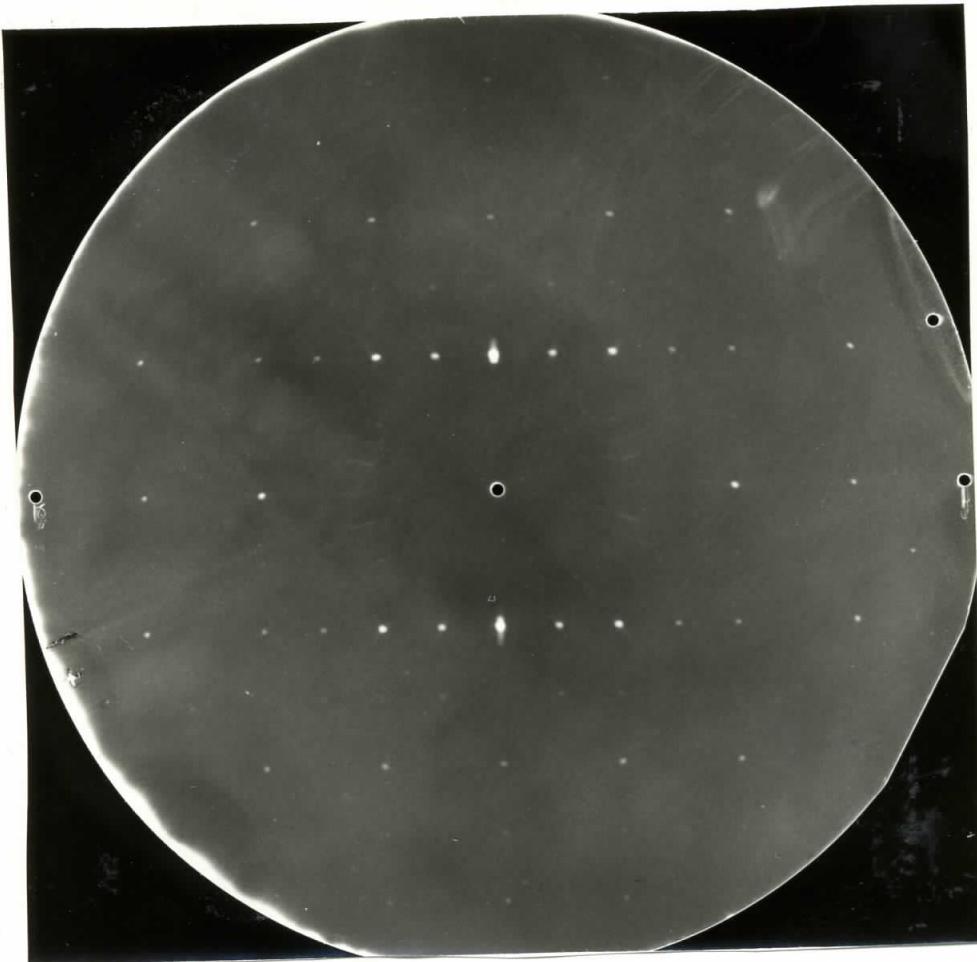
6-05A, 12h



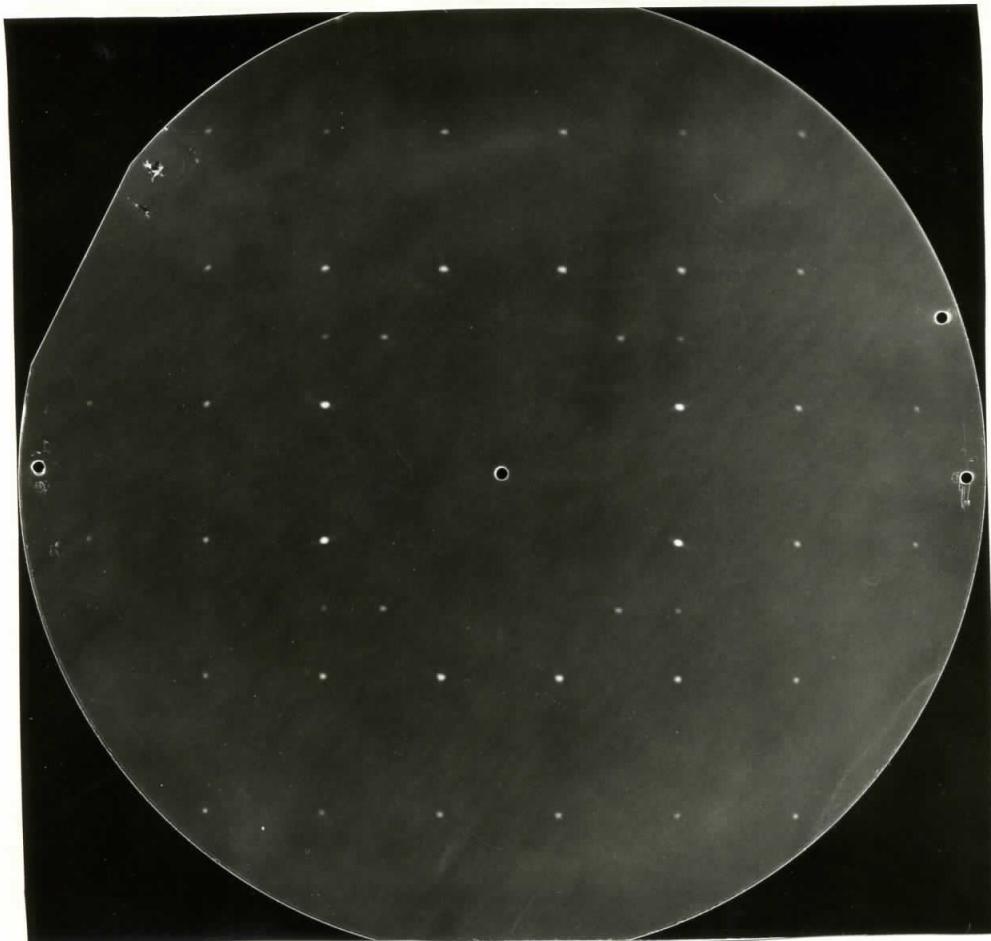
SL. 21 d

TREĆA RAVAN R.R.

6-05A, 12 h



SL. 21e  
ČETVRTA RAVAN L.R.  
b-OSA, 12h



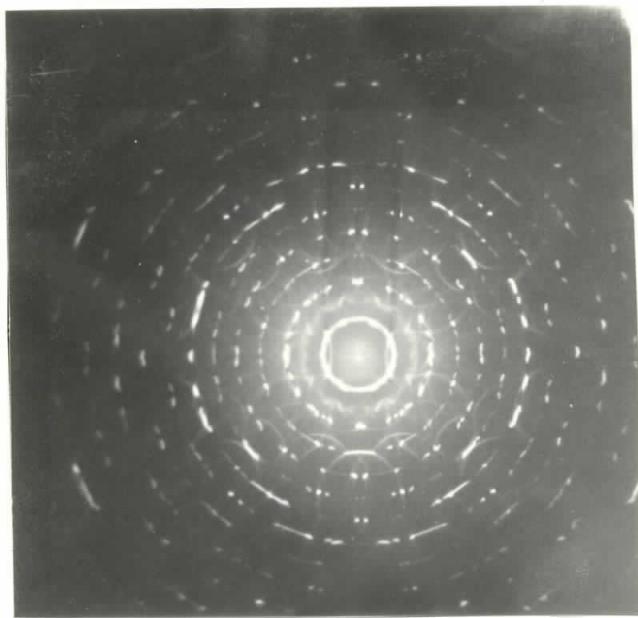
SL. 21f  
PETA RAVAN L.R.  
b-OSA, 12h

date u Tabeli 1. Primer kupasto-osne fotografije za b-osu kao precesionu i za  $\bar{\mu} = 10^\circ$  pri rastojanju film-kristal ( $s=3\text{cm}$ ) dat je na sl.22. Treba napomenuti da su svi snimci pravljeni sa CuK zračenjem pri 35KV i 25mA.

TABELA 1

$$b = 36,2 \text{ \AA}$$

RAVAN R.R. n	MJ <sub>n</sub> [cm]	S [cm]	V <sub>S</sub> [cm]	$\bar{\mu}$ [ $^\circ$ ]
0	0	3,23	1,5	25
1	0,26	3,08	1,5	20
2	0,51	2,48	1,5	20
3	0,76	2,8	2	20
4	1,02	2,4	2	20
5	1,27	2,64	2,5	20



SL. 22

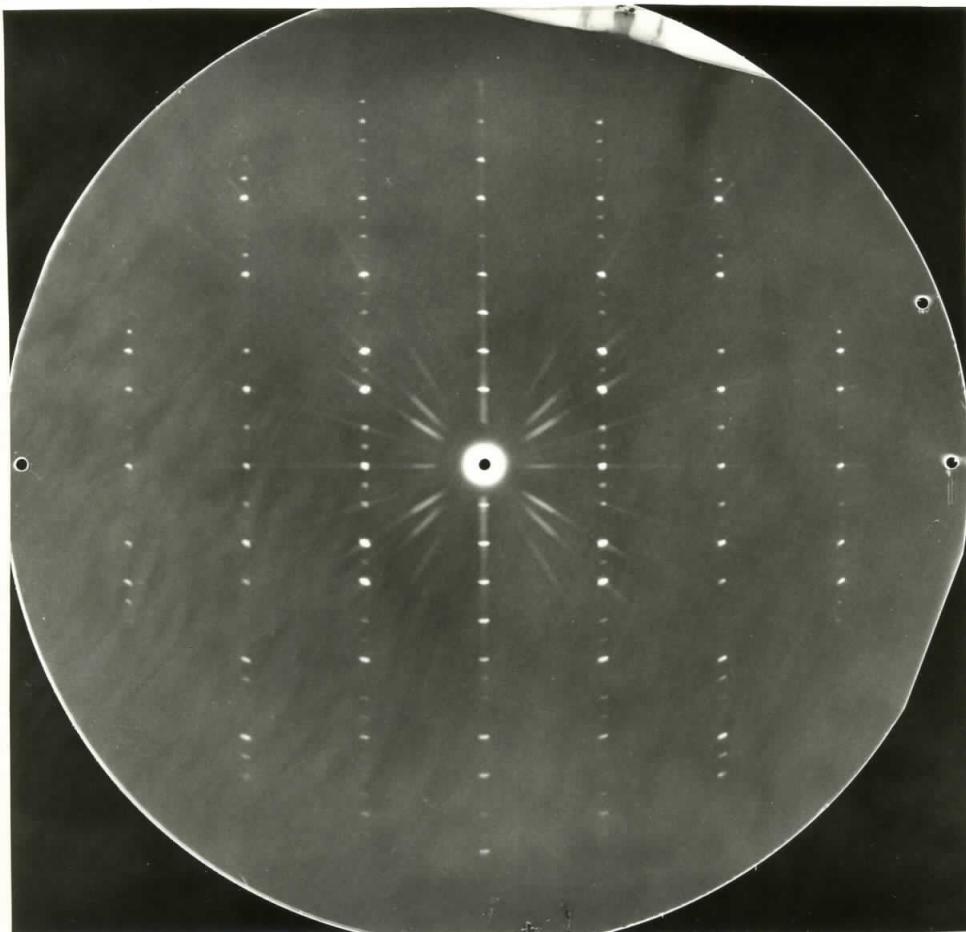
Sa snimka nulte ravni se određuje veličina c-ose ( $c=10,24 \text{ \AA}$ ), a zatim se okreće kristal za  $90^\circ$  pomoću doboša (2), tako da je sada c-osa precesiona. I u ovom slučaju je korekcija orijenta-

cije vršena pomoću orijentacione fotografije (sl.16b), a zatim je izvršeno snimanje od nulte do druge ravni recipročne rešetke pri c-osi kao precesionoj. Snimci su dati na sl.23a,b i c. A veličine  $\bar{\mu}$ , r, S i  $M_{\text{J}_u}$  u Tabeli 2. Primer kupasto-osne fotografije za ovaj slučaj pri  $\bar{\mu}=10^\circ$  i s=3cm je dat na sl. 24. Na sl.25 je prikazan integracioni snimak nulte ravni recipročne rešetke za c-osu kao precesionu, snimljen pri 11 integracionih ciklusa.

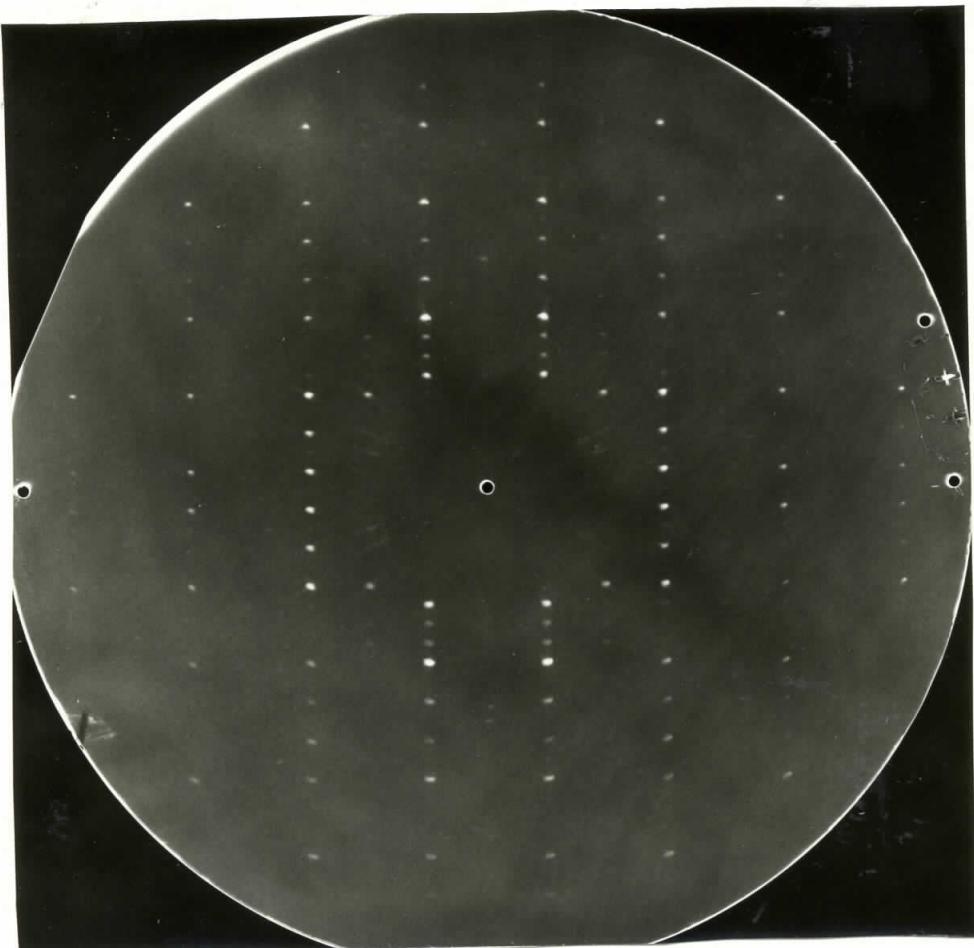
TABELA 2

$$c = 10,14 \text{ \AA}$$

RAVAN R.R. n	$M_{\text{J}_u} [\text{cm}]$	S [cm]	$r_s [\text{cm}]$	$\bar{\mu} [{}^\circ]$
0	0	3,13	1,5	25
1	0,90	2,57	2,0	20
2	1,81	2,48	3,0	20

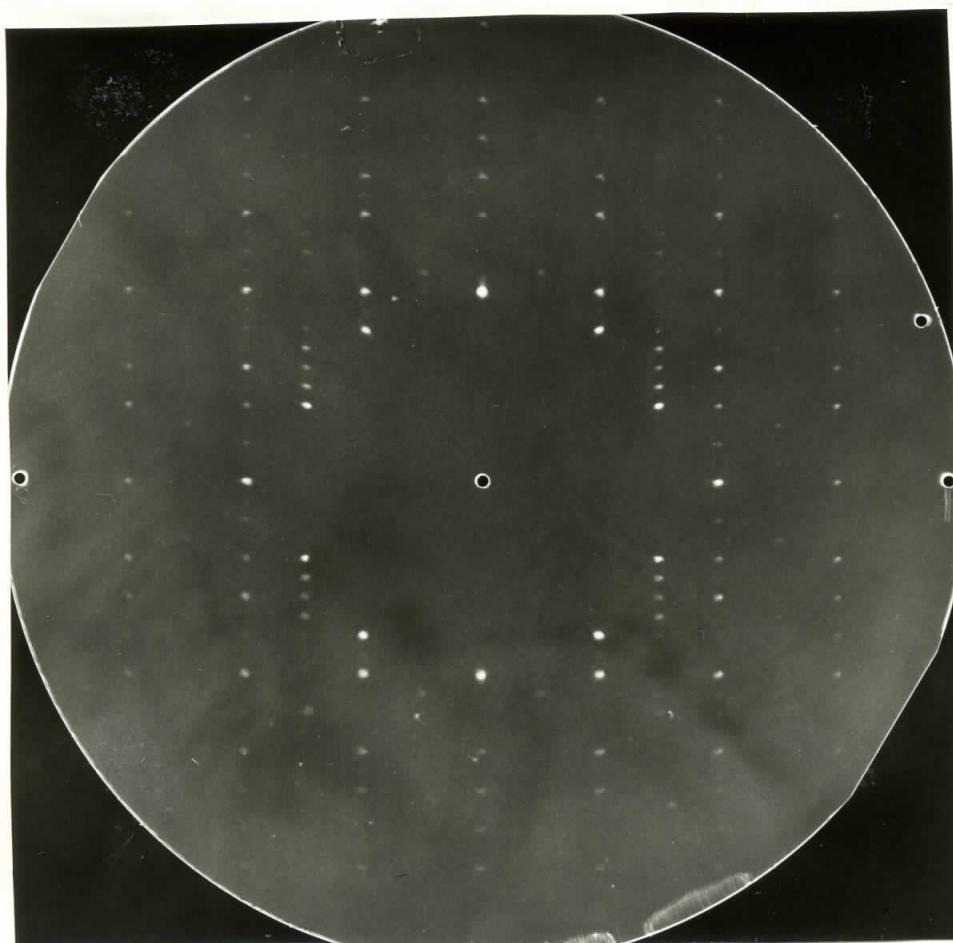


SL. 23a  
NULTA RAVAN R.R.  
C-OSA, 12h



SL. 23 b

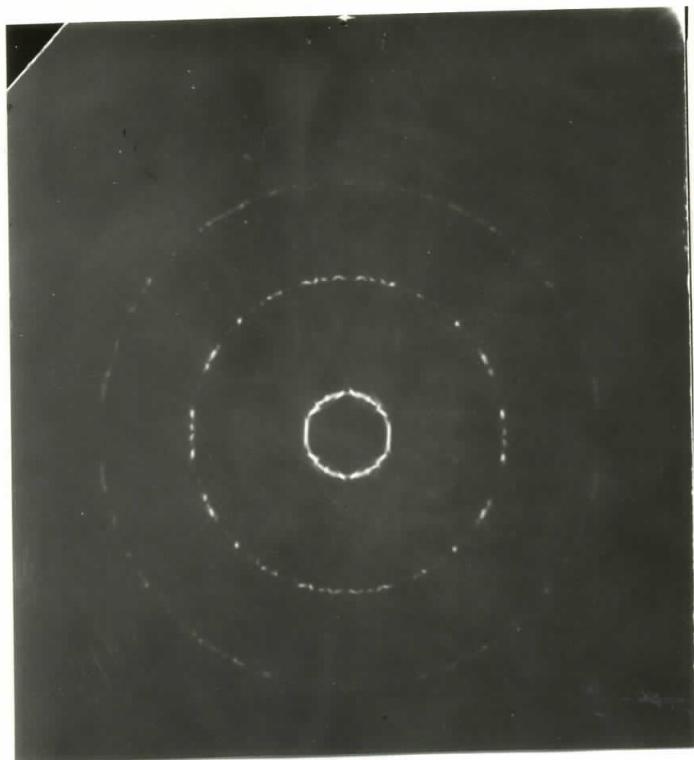
PRVA RAVAH R.R.  
C-OSA, 12h



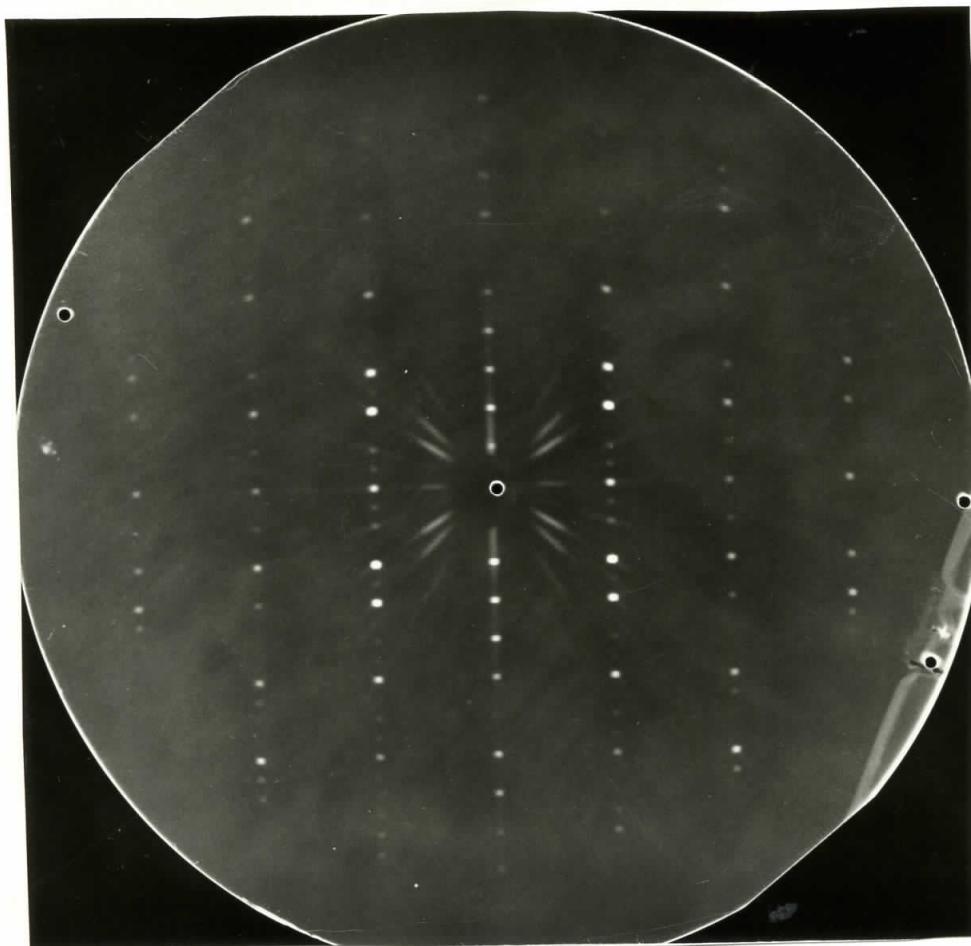
SL. 23 c

DRUGA RAVAN R.R.  
C-OSA, 12h

-37-



SL. 24



SL. 25

Pošto se na opisan način dobiju precesioni snimci ravni recipročne rešetke za dve precesione ose (b i c), ovi snimci se lako indeksiraju pošto predstavljaju neiskriviljenu sliku ravni recipročne rešetke. A zatim se utvrđuju uslovi koje zadovoljavaju indeksi. U slučaju kristala koji se ispituje zadovoljeni su sledeći uslovi:

hkl: nema uslova

okl: k=2n

hol: l=2n

hko: h=2n

hoo: h=2n

oko: k=2n

ool: l=2n

Na osnovu ovih uslova u Internacionalnim tablicama na strani 61 se vidi da je prostorna grupa Pbca.

U cilju dobijanja tačnijih vrednosti za parametre kristalne celije (a, b i c) na snimcima nultih ravni je izvršen veći broj merenja i podaci su zatim obradjeni na računaru. Rezultat je dat na sl. 26a, b, c i d.

Na osnovu ovih rezultata se zaključuje da su parametri celije kristala  $C_{22}H_{30}NO_2J$ :

$$a = 11,766 \pm 0,005 \text{ \AA}$$

$$b = 36,287 \pm 0,013 \text{ \AA}$$

$$c = 10,258 \pm 0,003 \text{ \AA}$$

da je molekulska težina 467,396, gustina  $1,4176 \text{ g/cm}^3$  i ranije utvrđena prostorna grupa Pbca.

DATA SET NO. 1

NUMBER OF CYCLES IS 1

NR.	LENGTH	GRID	L/G	DELTA	DELTA**2
1	15.76	2	7.8800	-.0180	.000325
2	31.26	4	7.8150	.0470	.002205
3	47.08	6	7.8467	.0153	.000234
4	63.06	8	7.8825	-.0205	.000422
5	15.78	2	7.8900	-.0280	.000786
6	31.50	4	7.8750	-.0130	.000170
7	47.08	6	7.8467	.0153	.000234
8	63.08	8	7.8850	-.0230	.000531
9	94.16	12	7.8467	.0153	.000234
10	62.78	8	7.8475	.0145	.000209
11	94.54	12	7.8783	-.0164	.000268
12	15.76	2	7.8800	-.0180	.000325
13	31.46	4	7.8650	-.0030	.000009
14	47.14	6	7.8567	.0053	.000028
15	62.80	8	7.8500	.0120	.000143
16	94.16	12	7.8467	.0153	.000234
17	15.66	2	7.8300	.0320	.001021
18	31.54	4	7.8850	-.0230	.000531
19	47.10	6	7.8500	.0120	.000143
20	63.06	8	7.8825	-.0205	.000422

AVERAGE VALUE = 7.8619576

3\*SIGMA=1 .06336093

AVERAGE AND DEVIATION OF THIS SET= .1310326+- .0000531

SL. 26 a

DATA SET NO. 2

NUMBER OF CYCLES IS 2

NR.	LENGTH	GRID	L/G	DELTA	DELTA**2	
1	20.50	8	2.5625	-.0132	.000173	
2	30.64	12	2.5533	-.0040	.000016	
3	35.78	14	2.5557	-.0064	.000041	
4	10.14	4	2.5350	.0143	.000205	
5	20.42	8	2.5525	-.0032	.000010	
6	30.62	12	2.5517	-.0023	.000005	
7	50.92	20	2.5460	.0033	.000011	
8	71.48	28	2.5529	-.0035	.000012	
9	5.10	2	2.5500	-.0007	.000000	
10	10.12	4	2.5300	.0193	.000374	
11	20.30	8	2.5375	.0118	.000140	
12	30.56	12	2.5467	.0027	.000007	
13	51.12	20	2.5560	-.0067	.000044	
14	71.26	28	2.5450	.0043	.000019	
15	20.50	8	2.5625	-.0132	.000173	
16	30.59	12	2.5492	.0002	.000000	
17	40.82	16	2.5513	-.0019	.000004	
18	51.30	20	2.5650	-.0157	.000245	
19	71.48	28	2.5529	-.0035	.000012	
20	81.66	32	2.5519	-.0025	.000006	
21	5.10	2	2.5500	-.0007	.000000	
*	22	10.04	4	2.5100	.0369	.001365
*	23	20.42	8	2.5525	-.0032	.000010
*	24	30.48	12	2.5400	.0093	.000087
*	25	51.02	20	2.5510	-.0017	.000003
*	26	71.22	28	2.5436	.0058	.000033
*	27	10.04	4	2.5100	.0369	.001365
*	28	20.34	8	2.5425	.0068	.000047
*	29	30.56	12	2.5467	.0027	.000007
*	30	51.04	20	2.5520	-.0027	.000007
*	31	71.34	28	2.5479	.0015	.000002
*	32	20.42	8	2.5525	-.0032	.000010
*	33	30.52	12	2.5433	.0060	.000036

AVERAGE VALUE = 2.5493336

3\*SIGMA=1 .02286846

AVERAGE AND DEVIATION OF THIS SET= .0424889+- .0000154

SL 26 6

DATA SET NO. 3

NUMBER OF CYCLES IS 1

NR.	LENGTH	GRID	L/G	DELTA	DELTA**2
1	36.08	4	9.0200	-.0017	.000003
2	36.04	4	9.0100	.0083	.000068
3	72.30	8	9.0375	-.0192	.000370
4	36.00	4	9.0000	.0183	.000333
5	72.16	8	9.0200	-.0017	.000003
6	35.98	4	8.9950	.0233	.000541
7	72.24	8	9.0300	-.0117	.000138
8	35.96	4	8.9900	.0283	.000798
9	72.26	8	9.0325	-.0142	.000203
10	36.02	4	9.0050	.0133	.000176
11	72.08	8	9.0100	.0083	.000068
12	36.04	4	9.0100	.0083	.000068
13	72.26	8	9.0325	-.0142	.000203
14	36.02	4	9.0050	.0133	.000176
15	72.30	8	9.0375	-.0192	.000370
16	36.04	4	9.0100	.0083	.000068
17	72.16	8	9.0200	-.0017	.000003
18	36.12	4	9.0300	-.0117	.000138
19	72.32	8	9.0400	-.0217	.000473
20	36.12	4	9.0300	-.0117	.000138

AVERAGE VALUE = 9.0182571

3\*SIGMA=1 .04533388

AVERAGE AND DEVIATION OF THIS SET= .1503043+- .0000380

SL. 26 C

C22-H30-N-O2-I

RECIPROCAL CELL PARAMETERS AND DEVIATIONS

A**.13103+-0.0005	ALFA= 90.00+-0.00	COS= 0.00000	SIN= 1.00000	COS2= 0.0000000	SIN2= 1.0000000
B**.04249+-0.0002	BETA= 90.00+-0.00	COS= 0.00000	SIN= 1.00000	COS2= 0.0000000	SIN2= 1.0000000
C**.15030+-0.0004	GAMMA= 90.00+-0.00	COS= 0.00000	SIN= 1.00000	COS2= 0.0000000	SIN2= 1.0000000
V**.000837	G** 1.000000				

DIRECT CELL PARAMETERS AND DEVIATIONS

A=11.766+-0.005	ALFA= 90.00+-0.00	COS= 0.00000	SIN= 1.00000	COS2= 0.0000000	SIN2= 1.0000000
B=36.287+-0.013	BETA= 90.00+-0.00	COS= 0.00000	SIN= 1.00000	COS2= 0.0000000	SIN2= 1.0000000
C=10.258+-0.003	GAMMA= 90.00+-0.00	COS= 0.00000	SIN= 1.00000	COS2= 0.0000000	SIN2= 1.0000000
V= 4379.67	G= 1.000000				

BRUTTO FORMULA

C 22 - H 30 - N 1 - O 2 - I 1

MOL. WEIGHT= 467.396  
DENSITY(CALCD)= 1.4176 G/ML IF Z= 8  
LIN. ABSORPTION COEFFICIENTS  
FOR CU RADIATION = 119.940 1/CM  
FOR MO RADIATION = 14.343 1/CM

F000=1904

LITERATURA:

1. Martin J. Buerger - The precession method in x-ray crystallography, John Wiley and Sons, Inc New York, 1964
2. Martin J. Buerger - The photography of the reciprocal lattice. ASXRED Monograph No. 1, 1944
3. The STOE Buerger Precession Goniometer Model 3.15.1 Instruction Manual

SADRŽAJ:

	Strana
Teorija precesionog metoda	1
Zapisivanje viših ravni recipročne rešetke	3
Ograničenja prilikom snimanja viših ravni	4
Izdvajanje željenih ravni	6
Odredjivanje $\beta$	7
Odredjivanje intenziteta	11
Lorentz-ov faktor	11
Apsorpcija	15
Precesioni aparat	16
Postavljanje precesionog aparata ispred rendgenske cevi	21
Integraciona kaseta	22
Praktičan rad	23
Eksperimentalni rezultati	30
Literatura	43