

# Rentgenska difrakcija

Povezivanje fizikalnih svojstava sa strukturom

## STRUKTURNA KARAKTERIZACIJA

Potpuna: *položaji atoma u jediničnoj ćeliji*

Djelomična: *veličina jedinične ćelije, simetrija jedinične ćelije*

Realni strukturni parametri: *veličina kristalita i oblik, unutarnja naprezanja, defekti, superrešetke,...*

Komplementarne metode: *ED-TEM-HRTEM-RAMAN, LEED, STM, ... a pogotovo ako raspoložemo sa samo jednim ili nekoliko nanometarskih kristalita*

**Identifikacija materijala:** *svaki materijal ima svoj otisak u obliku difrakcijske slike/rentgenograma, koji je kao otisak prstiju kod čovjeka i uspoređujući sa bazom podataka relativno brzo se nađe odgovor. Ako "rentgenskog otiska" nemamo u bazi podataka, moramo "odrediti strukturu" pri čemu će nam puno pomoći kemijski sastav ili prema potrebi kemijska analiza raznim metodama.*

# Objašnjenje nekih pojmova (podsjetnik)

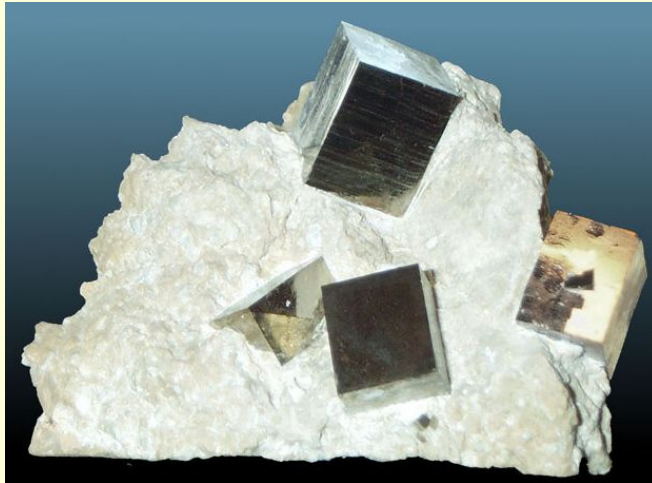
Stoljećima prije 20. stoljeća, prekrasni simetrični oblici mnogih minerala (nazvani kristalima) nađenih u prirodi ukazivali su na neko pravilno unutarnje uređenje, iako su detalji tog unutarnjeg uređenja bili potpuna nepoznanica. Isti mineral - **uvijek isti geometrijski oblik bez obzira na veličinu i lokaciju (nalazište)**



**CaCO<sub>3</sub>**



**topaz Al<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>(F,OH)<sub>3</sub>**

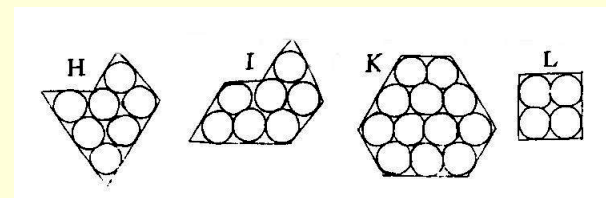
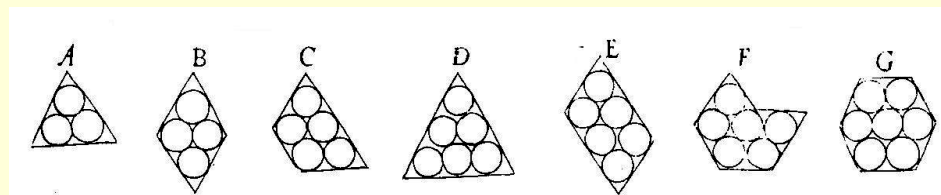
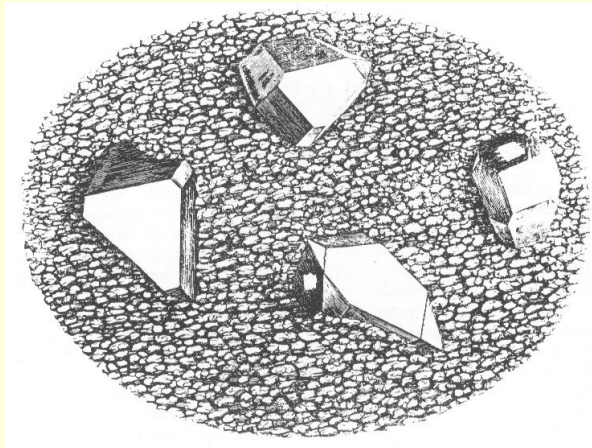


**pirit FeS<sub>2</sub>**



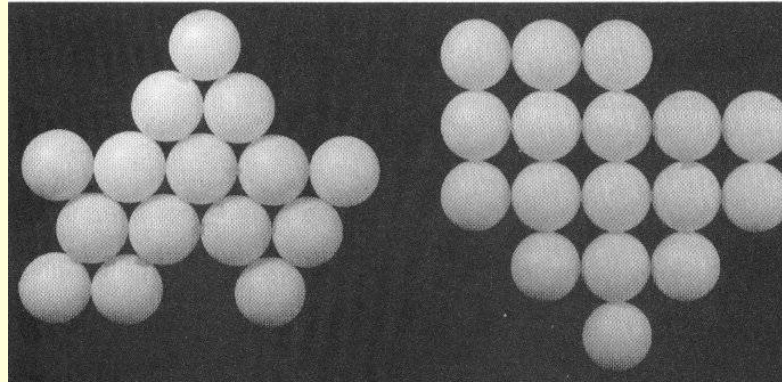
**kvarc SiO<sub>2</sub>**

- Prvi koji je pokušao povezati vanjski oblik s unutarnjim uređenjem bio je Robert Hook (poznatiji po Hookovom zakonu iz mehanike). U svojoj knjizi "*Micrographia*" (1665.g) je pokušao objasniti pravilne geometrijske oblike komadića minerala kvarca, slaganjem kuglica (zvao ih je "globule") u male nakupine raznih geometrijskih oblika čineći osnovne gradbene jedinice-ciglice, koje onda slaganjem daju vanjski izgled kristala. Nije uopće pokušao objasniti što bi te kuglice/globule predstavljale.





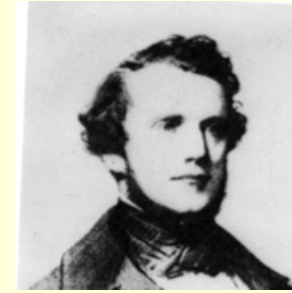
Uočimo da se unutarnje uređenje kristala ne mora odražavati na vanjskom izgledu



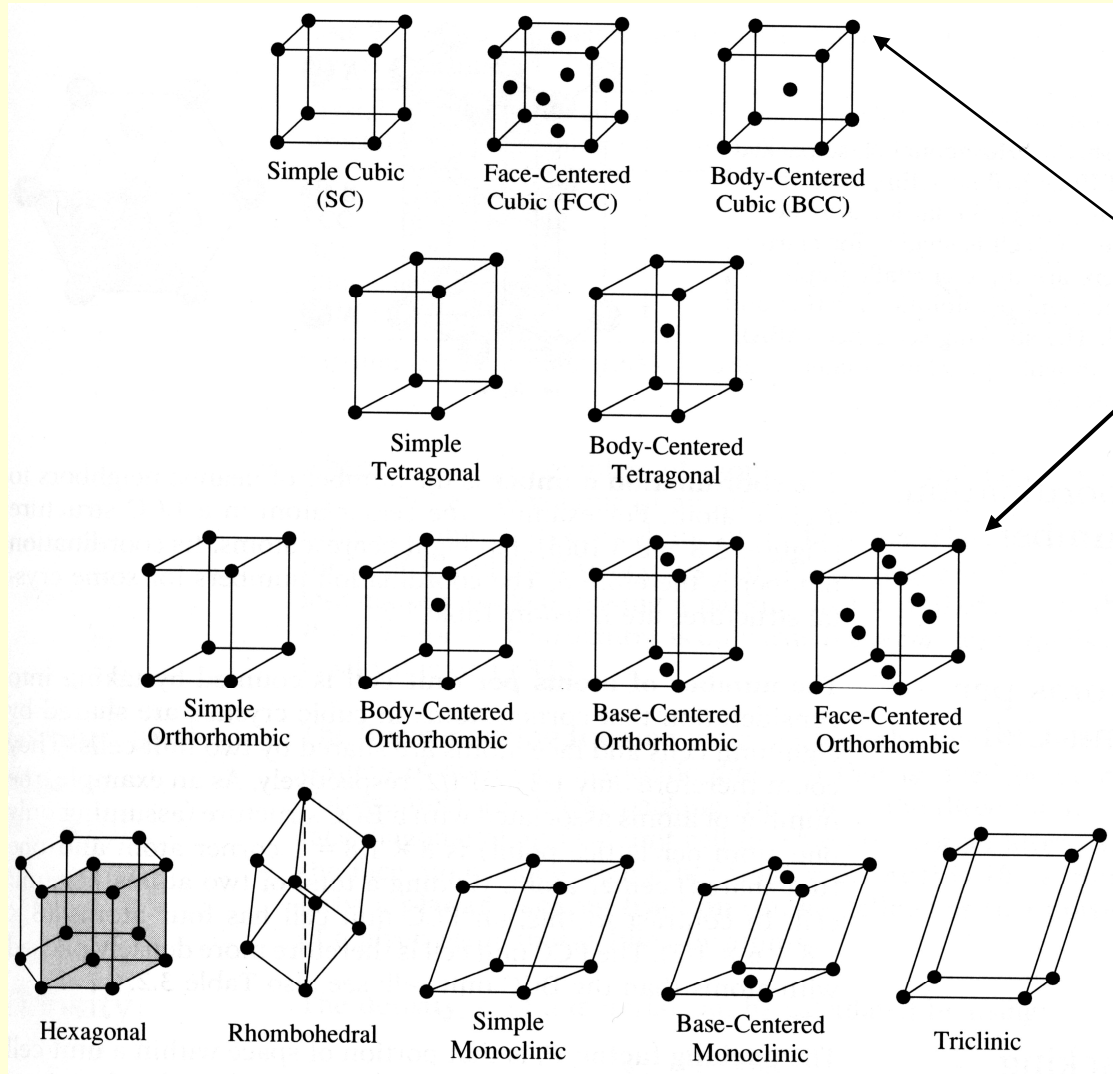
Ta činjenica se već krajem 19. stoljeća naslućivala, primjerice za metale i slitine, da bi također morali posjedovati pravilno unutarnje uređenje/raspored atoma, no tek primjenom rendgenske difrakcije (Max von Laue, 1912.g.) definitivno se ustvrdilo da se većina materijala nalazi u kristalnom stanju i da se unutarnje uređenje ne mora odražavati na vanjski izgled.

- Prvi koji je uspio prebrojiti sve moguće kombinacije slaganja kuglica u prostorne tvorevine, nazvane kristalne rešetke, bio je Francuz August Bravais, koji je 1848.g. zaključio da postoji samo 14 mogućih kombinacija, koje se danas po njemu zovu Bravaisove prostorne rešetke. U današnjoj kristalografiji možemo reći da se te Hookove kuglice /globule nazivaju **čvorovi kristalne rešetke**.

# A. Bravais 1848.g.: 14 mogućih prostornih rešetki, podijeljenih u 7 kristalografskih sistema



Auguste Bravais (1811–1863)

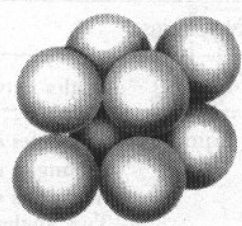
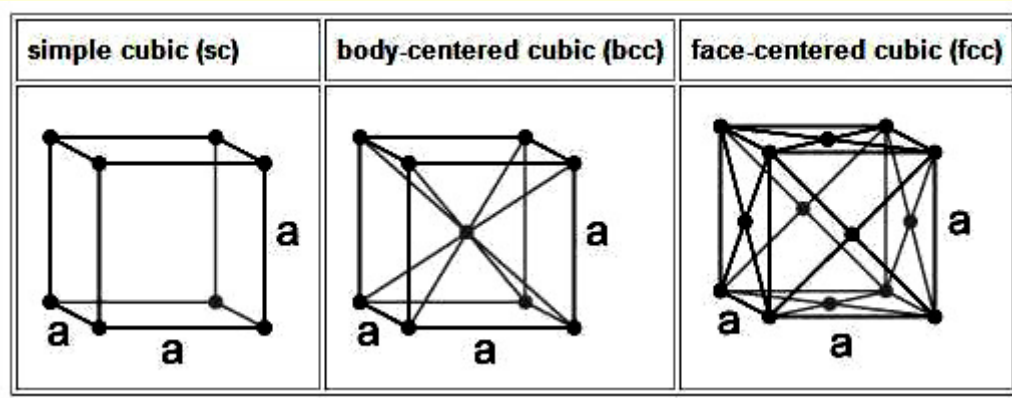


čvor kristalne rešetke

Kristalografski sustavi (kristalni razredi) (ukupno 7)	Stranice i kutevi	Bravaisove rešetke	Broj točkastih grupa
Kubični – Cubic (kocka)	$a=b=c$ $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$	P, I, F	5
Tetragonski - Tetragonal	$a=b\neq c$ $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$	P, I	7
Ortorompski - Orthorombic	$a\neq b\neq c$ $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$	P, C, I, F	7
Trigonski/romboedarski– Trigonal/Rhombohedral	$a=b=c$ $\alpha=\beta=\gamma\neq 90^\circ$ (deformirana kocka)	P ili R	5
Heksagonski - Hexagonal	$a=b\neq c$ $\alpha=\beta=90^\circ, \gamma=120^\circ$	P	3
Monoklinski - Monoclinic	$a\neq b\neq c$ $\alpha=\gamma=90^\circ\neq\beta$	P, C	3
Triklinski - Triclinic	$a\neq b\neq c$ $\alpha\neq\beta\neq\gamma\neq 90^\circ$	P	2
ukupno		<b>14</b>	<b>32</b>

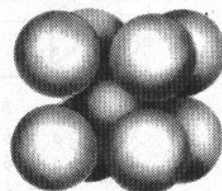
Oznake: P-primitivna ili jednostavna; I – prostorno/volumno centrirana; F – plošno centrirana; C – bazno centrirana; R - trigonska; često se koriste skraćene oznake, kao primjerice FCC za plošno centriranu kubičnu rešetku, ili BCT za volumno centriranu tetragonalnu itd.

# Ako si na mjestu čvorova Bravaisovih rešetki zamislimo atome dobivamo realne strukture nekih elemenata



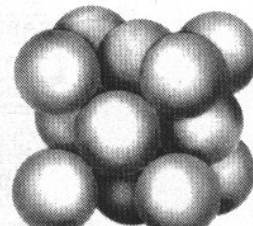
Simple cubic

$\alpha$ -Po



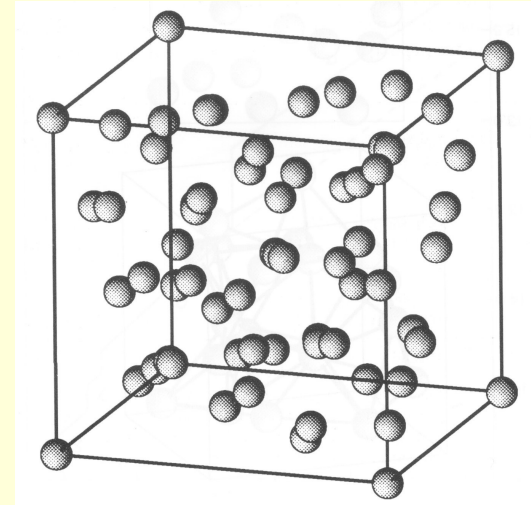
Body-centered cubic

$\alpha$ -Fe

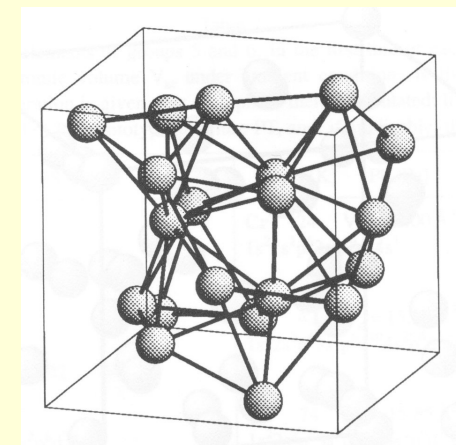


Face-centered cubic

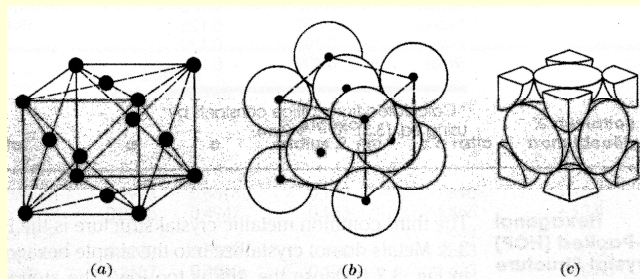
Al



Mn; cI58-Mn

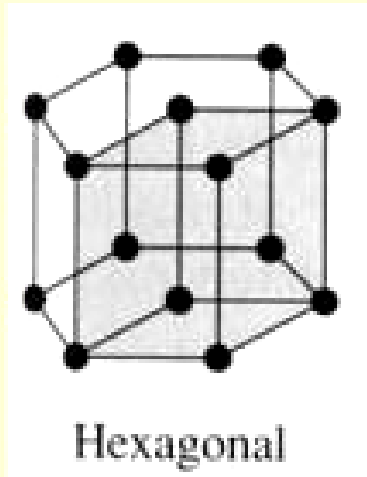


$\beta$ -Mn; cP20-Mn

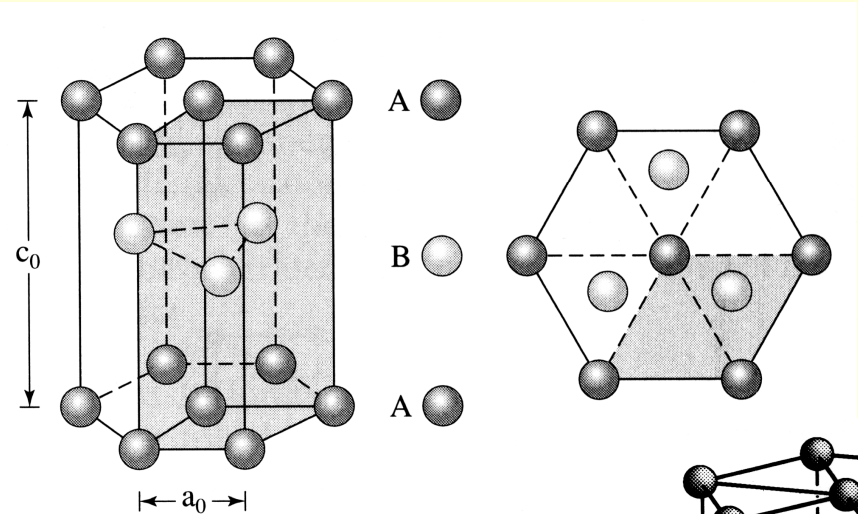


a) FCC Bravaisova rešetka; b) model krutih kuglica za FCC strukturu aluminija; c) izolirana jedinična ćelija aluminija

Jedinične ćelije broj atoma u jediničnoj ćeliji ????

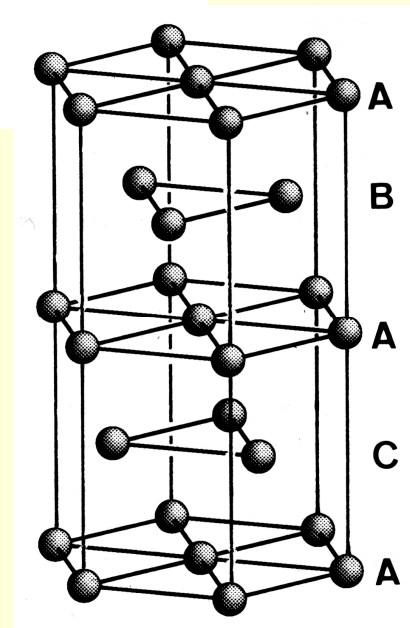


$$\mathbf{d} = \frac{2}{3} \mathbf{a} + \frac{1}{3} \mathbf{b} + \frac{1}{2} \mathbf{c}; \quad d = \sqrt{\frac{a^2}{3} + \frac{c^2}{4}}$$



$d = a \rightarrow c/a = 1,633..$  gusto pakovana  
 heksagonalna rešetka (HCP ili CPH)  
 (nije 15. Bravaisova rešetka)

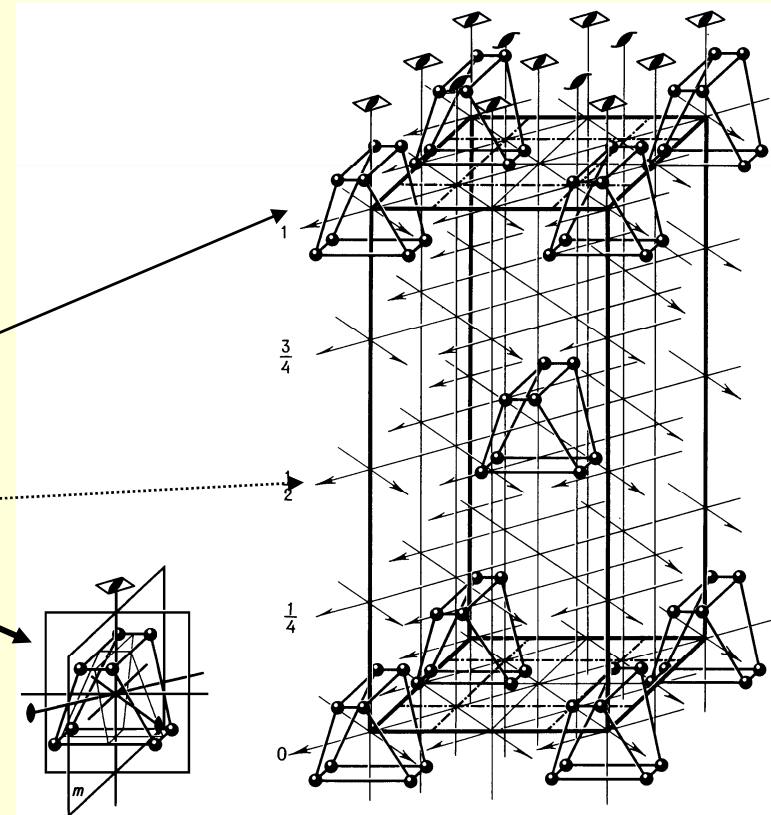
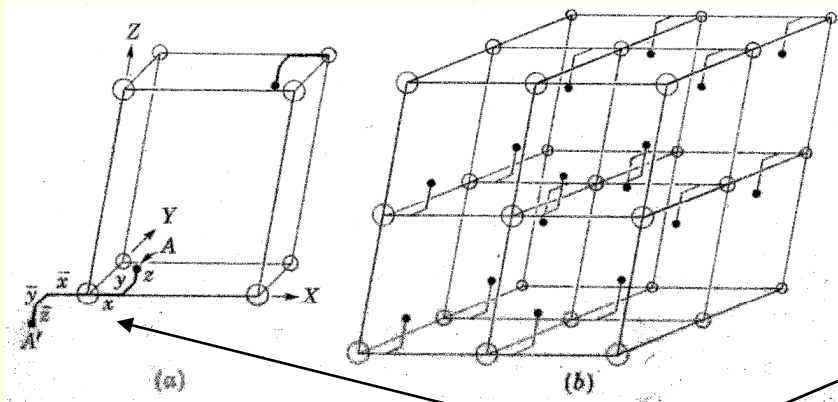
Postoji i dvostruka HCP (DHCP)  $\rightarrow$   
 Pojava se zove (politipizam-"polytypism")





Pojedini čvor kristalne rešetke možemo poistovjetiti s atomom, ili grupom atoma – dobivamo **prostornu grupu**

- Jednostavan slučaj
- Kompliciraniji slučaj



Prostorna grupa u čvoru Bravaisova rešetka je I (BCC), a prostorna grupa mora zadovoljavati operacije simetrije (moguće su i vijčana os i zrcaljenje sa pomakom)

**Ukupno 230 prostornih grupa**

**Sve su tabelirane u:**  
International Tables for Crystallography



## Zaključak

Svaki kristal, bilo u prirodi, bilo napravljen umjetno, može, odnosno još bolje, mora spadati u jednu od tih 230 prostornih grupa, u jednu od 32 točkaste grupe, u jednu od 14 Bravaisovih rešetki, odnosno u jedan od 7 kristalnih sistema.

**Napomena:** Čvorovi rešetke u 14 pojedinačni Bravaisovih rešetki mogu u principu biti zaposjednuti sa više atoma, a mogu biti i pojedinačni atomi. Ako na ta mjesta stavimo kuglice tako da se dodiruju (model tvrdih kuglica-"hard spheres model") možemo dobiti predodžbu prave strukture

Pogledom na periodički sustav elemenata i njihovih pripadnih struktura, odmah se uočava da njih oko 90% kristalizira u FCC, BCC ili HCP kristalnoj rešetki, a kod lantanida i aktinida ima i desetak dvostrukih HCP rešetki (DHCP)

1 H <sub>2</sub> HCP 0.378 0.616																	2 4K He HCP 0.356 0.580						
3 Li BCC 0.351	4 Be HCP 0.229 0.358																	5 B trig. 1.017 65.1°	6 C graphite 0.246 0.671	7 36K N <sub>2</sub> cubic 0.566	8 55K O <sub>2</sub> cubic 0.683	9 54K F <sub>2</sub> cubic 0.667	10 30K Ne FCC 0.446
11 Na BCC 0.429	12 Mg HCP 0.321 0.521																	13 Al FCC 0.405	14 Si diamond 0.543	15 P ortho. 0.331 1.048 0.438	16 S ortho. 1.046 1.287 2.449	17 113K Cl <sub>2</sub> ortho. 0.624 0.448 0.826	18 34K Ar FCC 0.532
19 K BCC 0.532	20 Ca FCC 0.559	21 Sc HCP 0.331 0.527	22 Ti HCP 0.295 0.468	23 V BCC 0.302	24 Cr BCC 0.288	25 Mn cubic 0.891	26 Fe BCC 0.287	27 Co HCP 0.251 0.407	28 Ni FCC 0.352	29 Cu FCC 0.361	30 Zn HCP 0.267 0.495	31 Ga ortho. 0.452 0.766 0.453	32 Ge diamond 0.566	33 As trig. 0.413 54.1°	34 Se hex. 0.437 0.495	35 123K Br <sub>2</sub> ortho. 0.668 0.449 0.874	36 116K Kr FCC 0.581						
37 Rb BCC 0.571	38 Sr FCC 0.608	39 Y HCP 0.365 0.573	40 Zr HCP 0.323 0.515	41 Nb BCC 0.330	42 Mo BCC 0.315	43 Tc HCP 0.274 0.439	44 Ru HCP 0.271 0.428	45 Rh FCC 0.380	46 Pd FCC 0.389	47 Ag FCC 0.409	48 Cd HCP 0.298 0.562	49 In tetr. 0.325 0.595	50 Sn tetr. 0.583 0.318	51 Sb trig. 0.451 57.1°	52 Te hex. 0.446 0.593	53 I <sub>2</sub> ortho. 0.727 0.479 0.979	54 162K Xe FCC 0.635						
55 Cs BCC 0.614	56 Ba BCC 0.502	57 La DHCP 0.377 1.217	72 Hf HCP 0.319 0.505	73 Ta BCC 0.330	74 W BCC 0.317	75 Re HCP 0.276 0.446	76 Os HCP 0.273 0.439	77 Ir FCC 0.384	78 Pt FCC 0.392	79 Au FCC 0.408	80 227K Hg trig. 0.301 70.5°	81 Tl HCP 0.346 0.552	82 Pb FCC 0.495	83 Bi trig. 0.475 57.2°	84 Po SC 0.337	85 At —	86 Rd —						
87 Fr —	88 Ra BCC 0.571	89 Ac FCC 0.531																					
58 Ce DHCP 0.368 1.186	59 Pr DHCP 0.367 1.183	60 Nd DHCP 0.366 1.180	61 Pm DHCP 0.365 1.165	62 Sm trig. 0.900 23.2°	63 Eu BCC 0.458	64 Gd HCP 0.363 0.578	65 Tb HCP 0.361 0.570	66 Dy HCP 0.359 0.565	67 Ho HCP 0.358 0.562	68 Er HCP 0.356 0.559	69 Tm HCP 0.354 0.555	70 Yb FCC 0.548	71 Lu HCP 0.351 0.555										
90 Th FCC 0.508	91 Pa tetr. 0.392 0.324	92 U ortho. 0.285 0.587 0.495	93 Np ortho. 0.666 0.472 0.487	94 Pu mono. 0.618 0.482 1.096	95 Am DHCP 0.347 1.124	96 Cm DHCP 0.350 1.133	97 Bk DHCP 0.342 1.107	98 Cf DHCP 0.339 1.102	99 Es DHCP ?	100 Fm —	101 Md —	102 No —	103 Lr —										

Structura	Broj atoma po ćeliji i koordinacijski broj	Faktor slaganja APF	Tipični metali
Primitivna kubična Simple cubic (SC)	1      6	0.52	$\alpha$ -Po
Prostorno centrirana kubična Body-centred cubic (BCC)	2      8	0.68	Fe, Ti, W, Mo, Nb, Ta, Li, Rb, K, Na, V, Cr
Plošno centrirana kubična Face-centred cubic (FCC)	4      12	0.74	Cu, Al, Au, Ag, Pb, Ni, Pt
Keksagonska gusto pakovana Hexagonal close-packed (HCP)	2      12*	0.74	Ti, Mg, Zn, Be, Co, Zr, Cd, Nd, Hf

U heksagonskoj gusto slaganoj rešetku (HCP) kristaliziraju mnogi elementi. Obično se smatra da je struktura HCP, ako se omjer  $c/a$  ne razlikuje od teorijske vrijednosti 1.633.. za više od 10%. Ako su odstupanja veća, smatra se da KB nije 12, već 6 (slajd 10).

## Povijest rentgenske difrakcije

- Röntgen 1895.g., otkriva nepoznato zračenje, nazvao je X-zrake, englesko i francusko govorno područje ("X-rays" odnosno "rayons X"); njemačko "Röntgen schtrallen", hrvatski rentgenske zrake).
- Sve do 1912.g. trajala je rasprava da li su "X-zrake" čestice ili valovi, i čak William Henry Bragg (Braggova relacija) zagovara korpuskularni oblik rentgenskih zraka, za razliku od J.J. Thompsona (otkrio elektron 1897.g.) i drugih.

Naravno, nije se znalo kako nastaju rentgenske zrake.

- Danas znamo! Podsjetimo se.

# NASTAJANJE K i L serije rendgenskih zraka

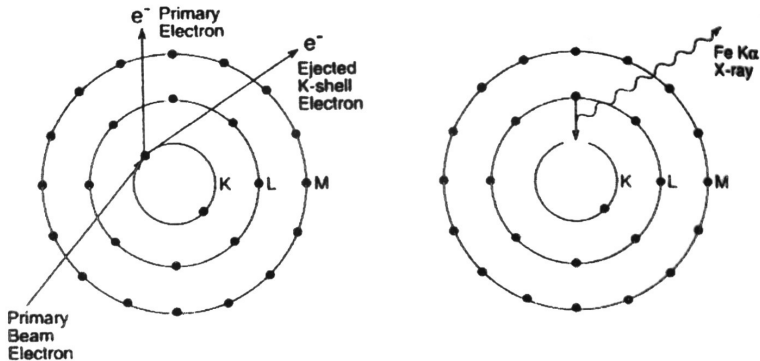


Figure 4-3. Production of characteristic x-radiation from an Fe atom. Transfer of energy of the primary beam electron ( $E_0$ ) to a K-shell electron of Fe causes the K-shell electron to be ejected, leaving the Fe atom ionized. Replacement of the K-shell electron by an L-shell electron can give rise to a photon of x-radiation of energy  $E_L - E_K$ , labeled  $FeK\alpha$  (after Potts, 1987).

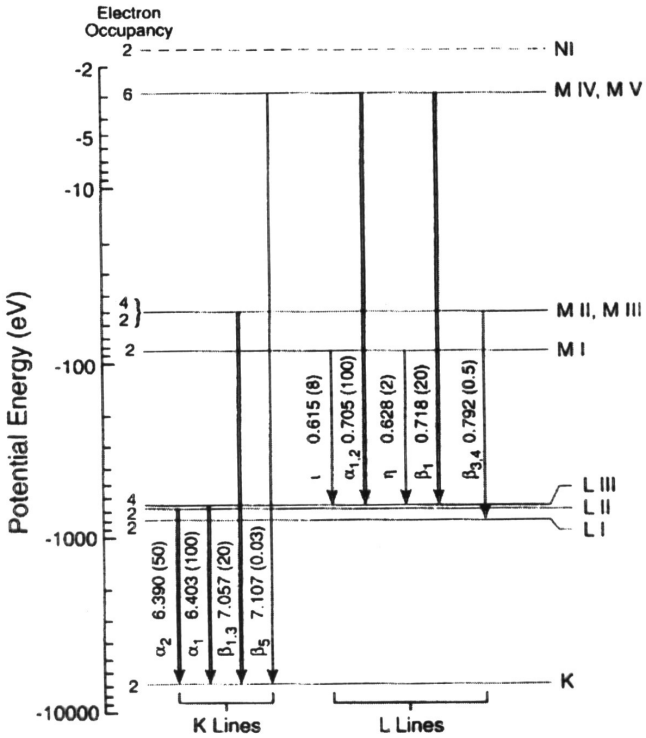
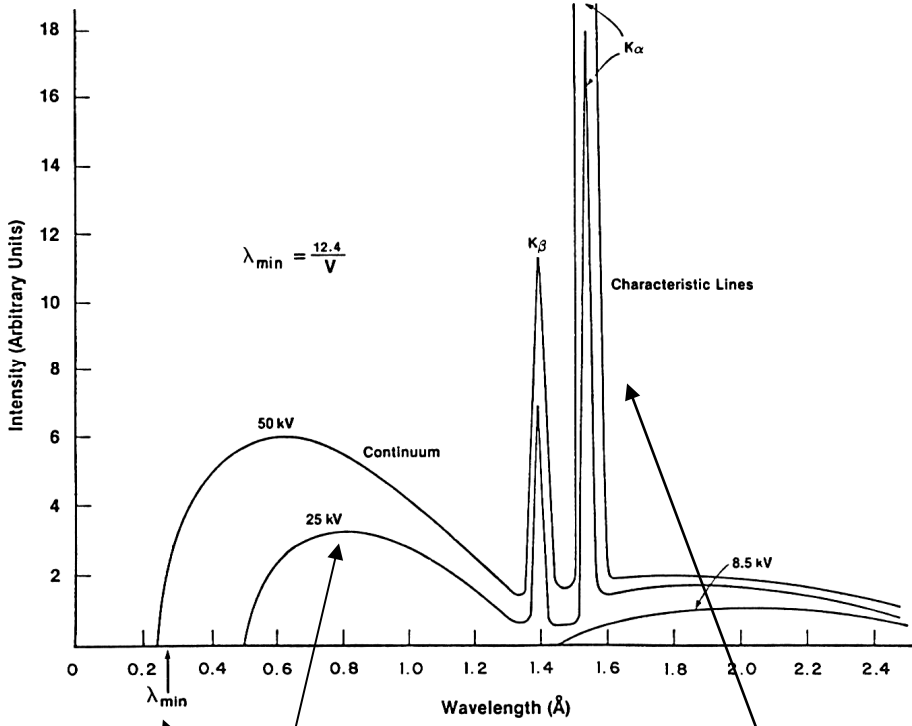


Figure 4-4. Characteristic emission lines of Fe. Relative intensities of lines are represented by the thickness of the arrows that represent electron transitions (after Potts, 1987).



"Bijeli spektar"

Karakteristične zrake

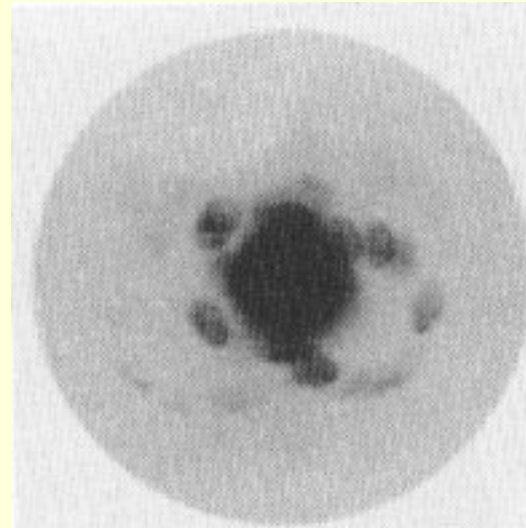
$\lambda_{\min}$

ovisi o naponu rent. cijevi

## Povijest rentgenske difrakcije-nastavak

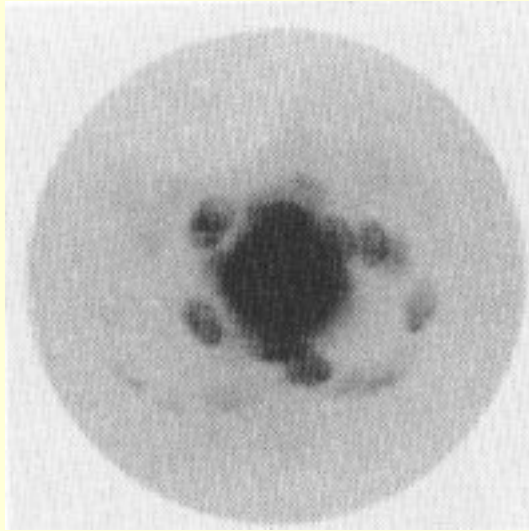
- Max von Laue-a M. Laue (mladi profesor u grupi prof. Sommerfelda), pristalica valne prirode rentgenskih zraka, 1912.g. dolazi na ideju da ako su to valovi vrlo kratkih valnih duljina ( $10^{-10}$ - $10^{-11}$  nm ), sa odgovarajućom "optičkom rešetkom" moglo bi se napraviti pokus difrakcije. U to vrijeme pretpostavka  $\lambda \approx 10^{-10}$ m kao i razmak atoma.

- Radi pokus na CuS ("jer se baš našao u laboratoriju"- poznato je da vrlo lako dobivaju veliki monokristali) i dobiva difrakcijsku sliku. W.H. Bragg i dalje tvrdio da promatrana zacrnjenja na filmu dolaze od "čestica koje prolaze kroz kanale između atoma u kristalnoj rešetki" .

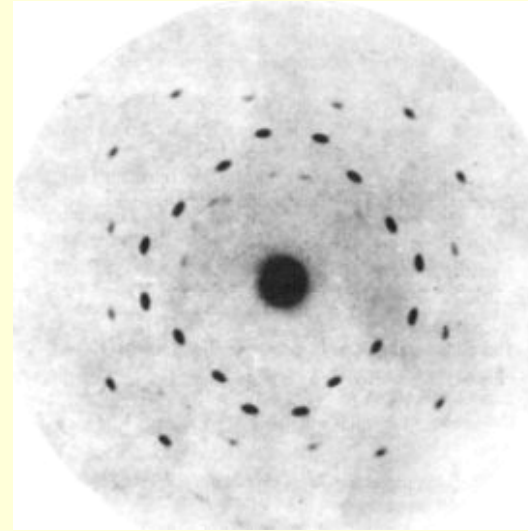


CuS





CuS

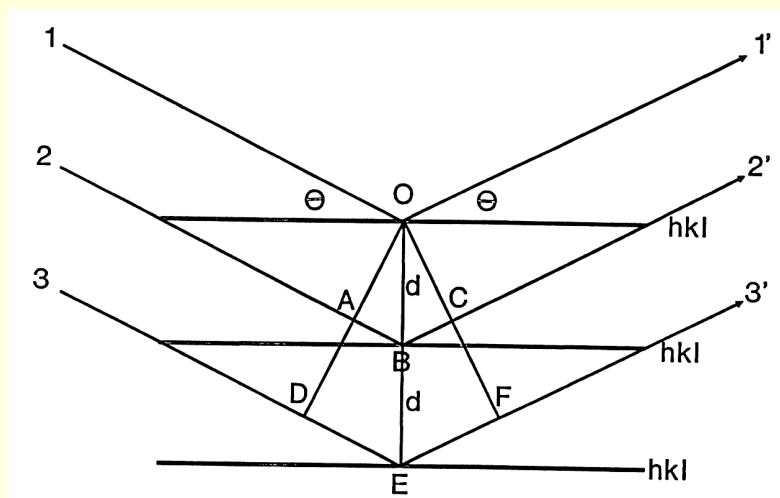


ZnS

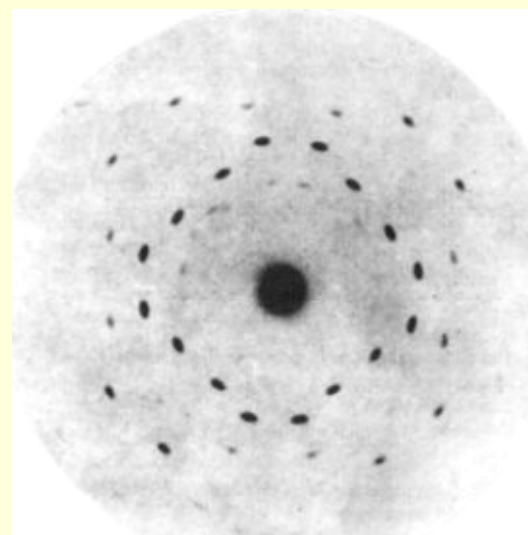
Laue 8.6.1912. pokazuje 12 difrakcijskih slika (difraktograma) na sastanku Bavarske akademije znanosti.

No Laueovo objašnjenje tih slika bilo je toliko nerazumljivo, da njegovi povijesni eksperimenti na njegovu žalost praktički nisu pobudili nikakvu pažnju. Naime Laue je pogrešno pretpostavio da su difraktirani snopovi nastali interferencijom fluorescentnih zraka. Njegove matematičke proračune/ objašnjenja nitko ne uspijeva razumjeti.

- Međutim, promatrajući Laueove slike, William Lawrence Bragg (sin od William Henry Bragga) je uočio da su spotovi na fotografskoj ploči eliptičkog oblika, kao što je se zastoru vidi oblik svjetlosnog snopa reflektiranog na zrcalu.
- To opažanje je nakon 7 mjeseci kasnije rezultiralo svjetski poznatom Braggovom jednažbom ( $n\lambda = 2d_{hkl} \sin\theta$ ) pomoću koje se moglo jednostavno povezati razmak  $d_{hkl}$  između susjednih ravnina skupa  $(hkl)$  u kristalu i difrakcijskog kuta, tako da se Laue praktički u tom kontekstu skoro više i ne spominje. Max von Laue dobio je je Nobelovu nagradu za fiziku 1914. g. "za otkriće difrakcije rentgenskih zraka u kristalu", a W.H Bragg i W.L. Bragg 1915.g. "za analizu kristalne strukture pomoću rentgenskih zraka" (W.L. Bragg je tada imao 25 godina i ostao je najmlađi znanstvenik koji je ikada dobio Nobelovu nagradu).



$$2 d_{hkl} \sin\theta = n \lambda$$



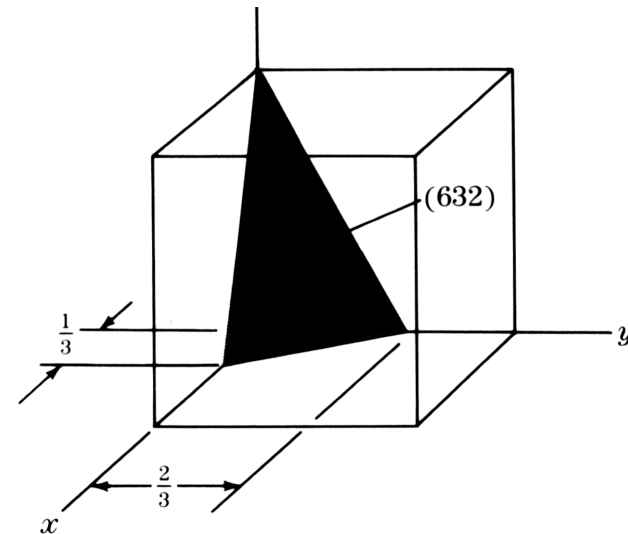
## Millerovi indeksi

- ▷ Ravnine se označavaju s 3 cijela broja u okruglim zagradama:  $(hkl)$  ili *tz. Millerovim indeksima*.
- ▷  $h$ ,  $k$  i  $l$  su najmanji cijeli brojevi koji zadovoljavaju relaciju:

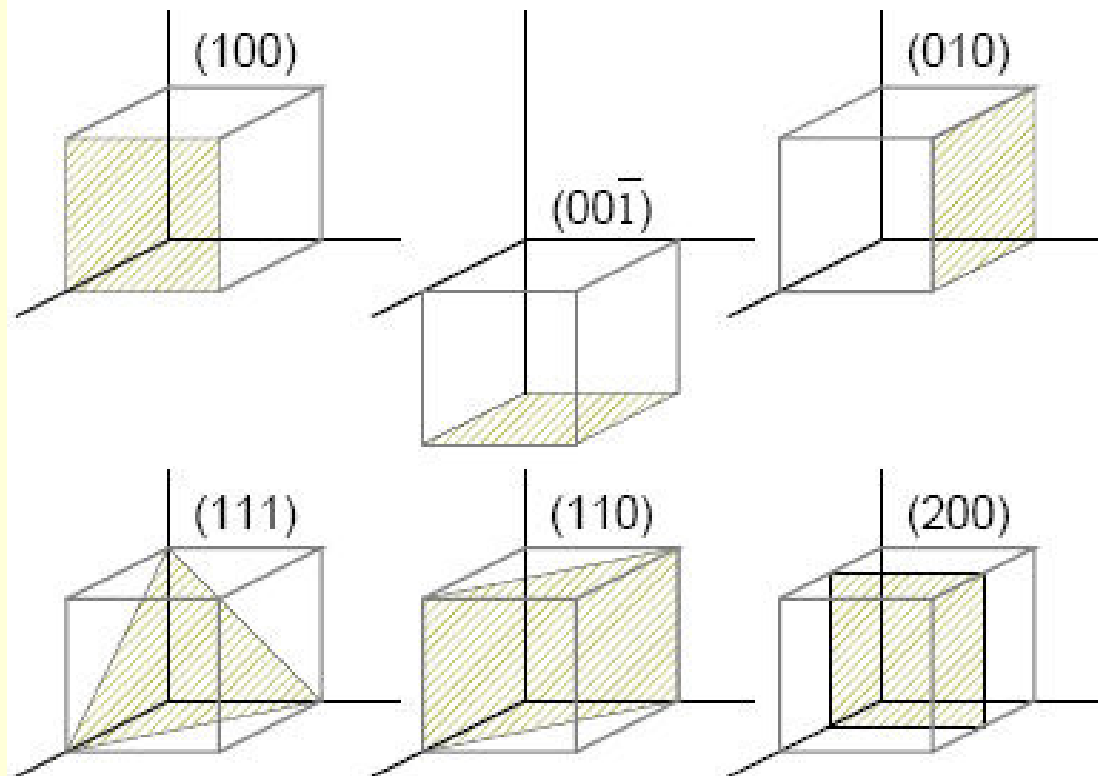
$$\frac{1}{s_1} : \frac{1}{s_2} : \frac{1}{s_3} = h : k : l$$

gdje su  $s_1$ ,  $s_2$  i  $s_3$  odsječci što ih ravnina čini na kristalografskim osama.

Dimenzije/stranice kristalne ćelije uzimaju se da imaju jediničnu duljinu ("1")



## Millerovi indeksi



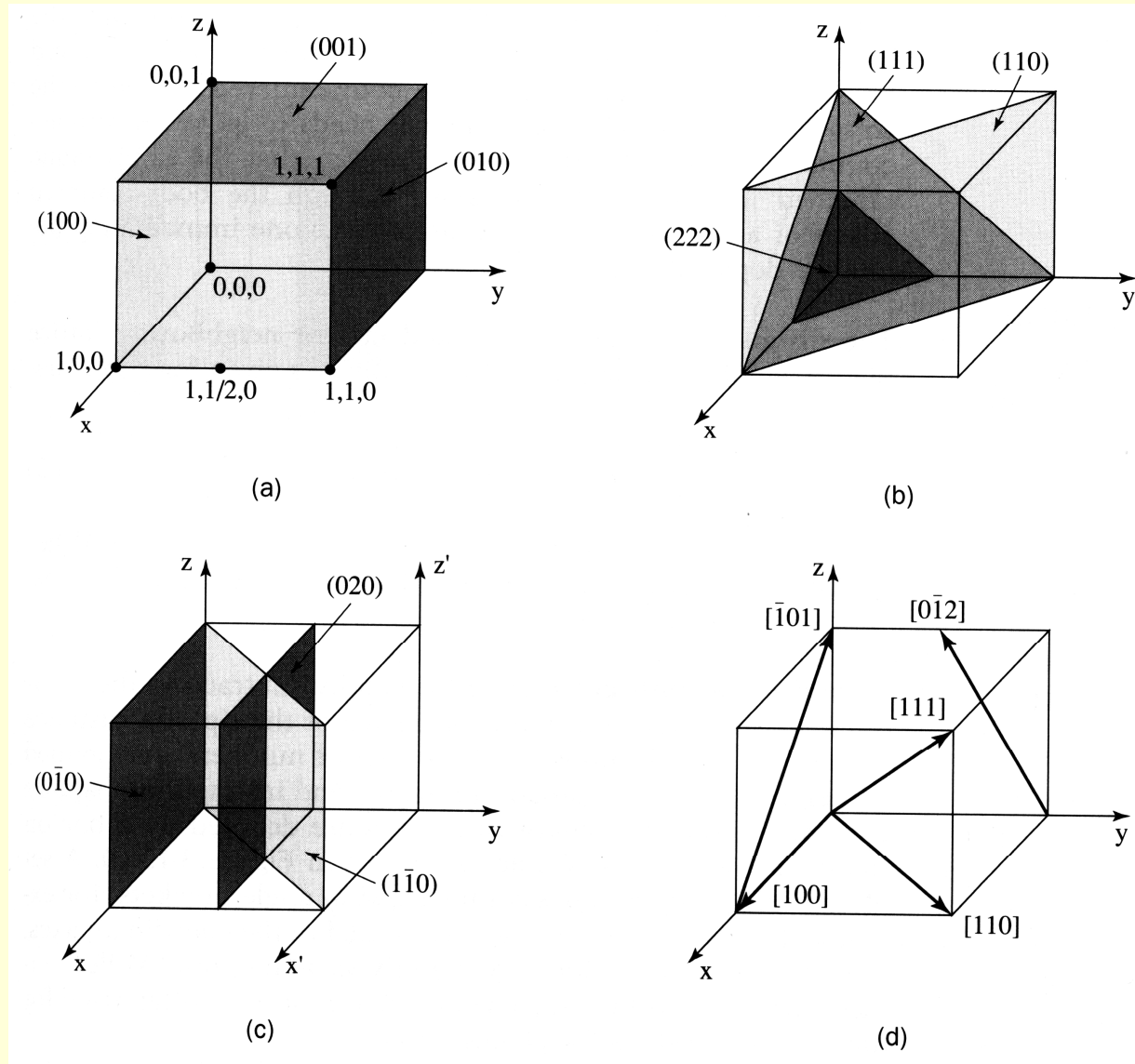
Millerovi indeksi za neke ravnine u kubnim kristalima

▷ Kod odsječaka na negativnoj strani osi, umjesto da je koristi negativni cijeli broj stavlja se crta iznad broja.  
Dakle npr.  $-3 \Rightarrow \bar{3}$ .

▷ Ako je kristalna rešetka simetrična, kao npr. kubna rešetka, veći broj ravnina je ekvivalentan, te se takav skup označava vitičastim zagradama:

$$\{100\} \equiv (100), (010), (001), (\bar{1}00), (0\bar{1}0), (00\bar{1}).$$

Oznake ravnina  $(hkl)$ ;  
sve ekvivalentne  $\{hkl\}$ ;



- Oznake smjerova  $[hkl]$
- svi ekvivalentni  $\langle hkl \rangle$



$$2 d_{hkl} \sin\theta = n \lambda$$

$$d_{hkl} = \frac{a_0}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

$d_{hkl}$  je razmak između ravnina (hkl)  
 $a_0$  je parametar jedinične ćelije

Crystal system	$\frac{1}{d_{hkl}^2}$
Isometric	$\frac{1}{a^2} (h^2 + k^2 + l^2)$
Tetragonal	$\frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$
Orthorhombic	$\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}$
Hexagonal:	
Hexagonal indices	$\frac{4}{3a^2} (h^2 + hk + k^2) + \frac{l^2}{c^2}$
Rhombohedral indices	$\frac{1}{a^2} \frac{(h^2 + k^2 + l^2) \sin^2 \alpha + 2(hk + kl + lh)(\cos^2 \alpha - \cos \alpha)}{1 - 2 \cos^3 \alpha + 3 \cos^2 \alpha}$
Monoclinic	$\frac{\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} - \frac{2hk \cos \gamma}{ab}}{\sin^2 \gamma} + \frac{l^2}{c^2} \quad (\text{first setting})$ $\frac{\frac{h^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} - \frac{2hl \cos \beta}{ac}}{\sin^2 \beta} + \frac{k^2}{b^2} \quad (\text{second setting})$
Triclinic	$\frac{\frac{h^2}{a^2} \sin^2 \alpha + \frac{k^2}{b^2} \sin^2 \beta + \frac{l^2}{c^2} \sin^2 \gamma + \frac{2hk}{ab} (\cos \alpha \cos \beta - \cos \gamma)}{1 - \cos^2 \alpha - \cos^2 \beta - \cos^2 \gamma + 2 \cos \alpha \cos \beta \cos \gamma}$ $+ \frac{2kl}{bc} (\cos \beta \cos \gamma - \cos \alpha) + \frac{2lh}{ca} (\cos \gamma \cos \alpha - \cos \beta)$



$$2 d_{hkl} \sin\theta = n \lambda$$

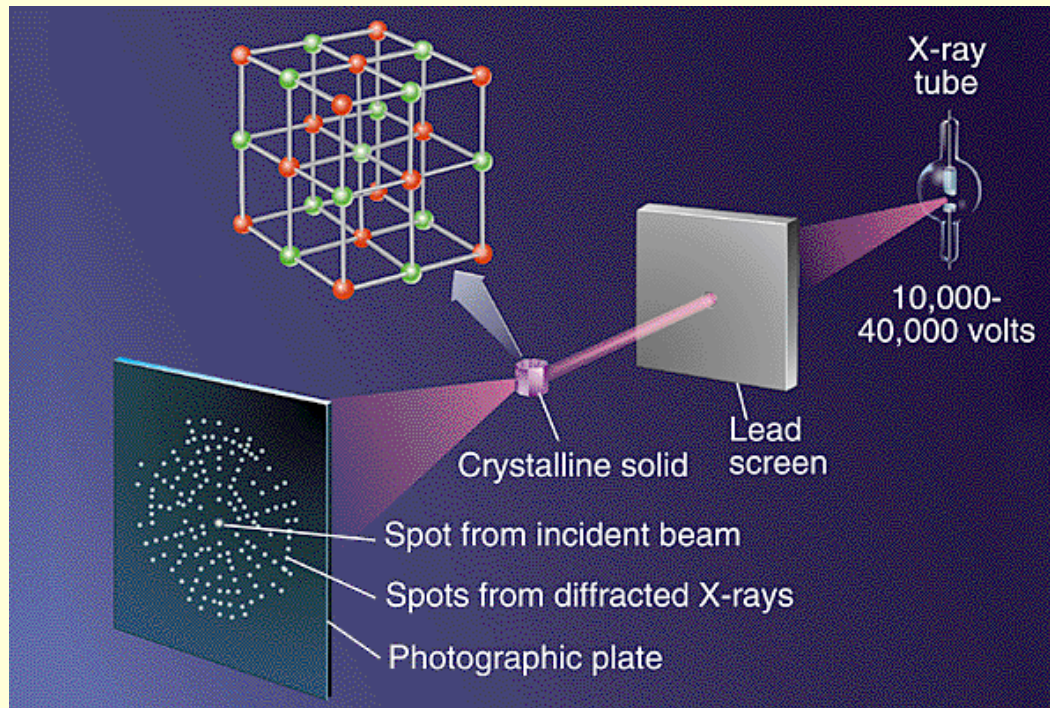
## Tri varijable-tri metode

a) **Laueova metoda:** uzorak je monokristal, kut je konstantan,  $\lambda$  promjenljiva

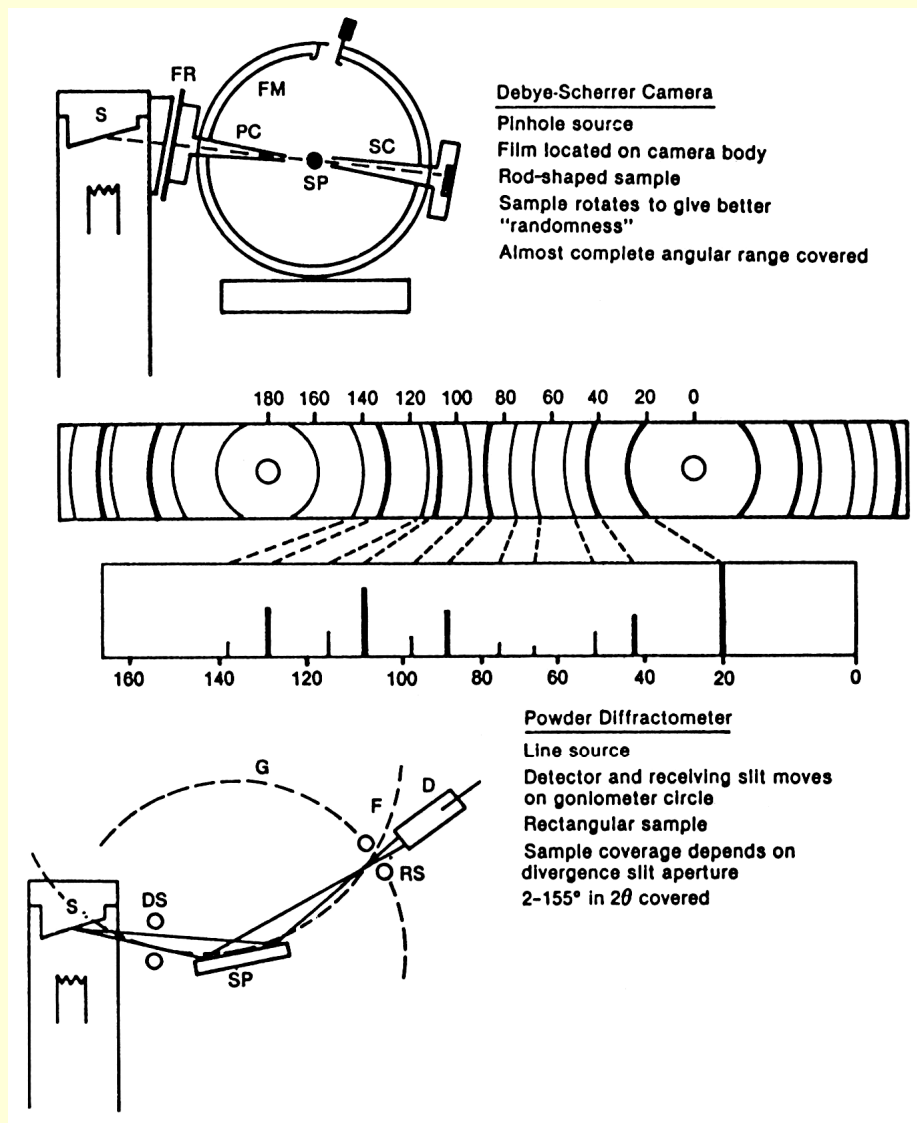
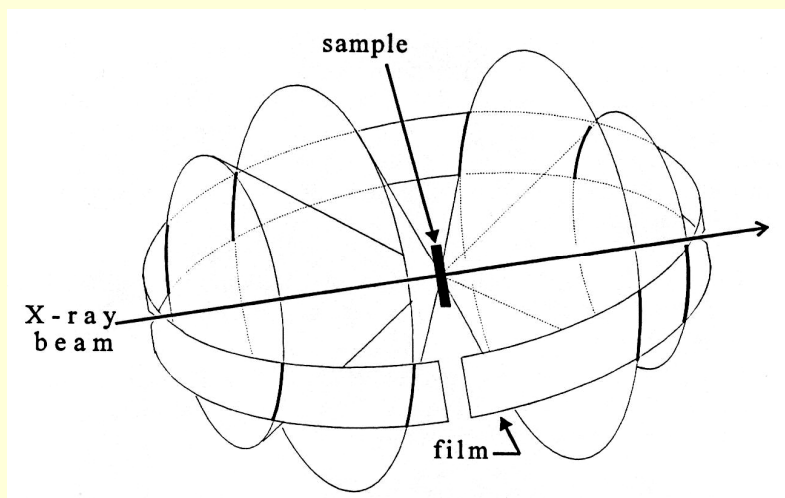
b) **metoda monokristala:** uzorak je monokristal,  $\lambda$  je konstantna, mijenja se kut tako da kristal oscilira oko određene osi, primjerice  $\pm 15^\circ$ .

c) **Debye-Scherreova metoda ili metoda praška:**

uzorak je polikristal,  $\lambda$  je konstantna, mijenja se kut uslijed toga što u polikristalima imamo uvijek vrlo veliki broj kristalita svih mogućih orijentacija tako da neki u svakom trenutku zadovoljavaju Braggovu relaciju (uzorak se vrlo često još dodatno okreće).



# Debye-Scherreova metoda ili metoda praška



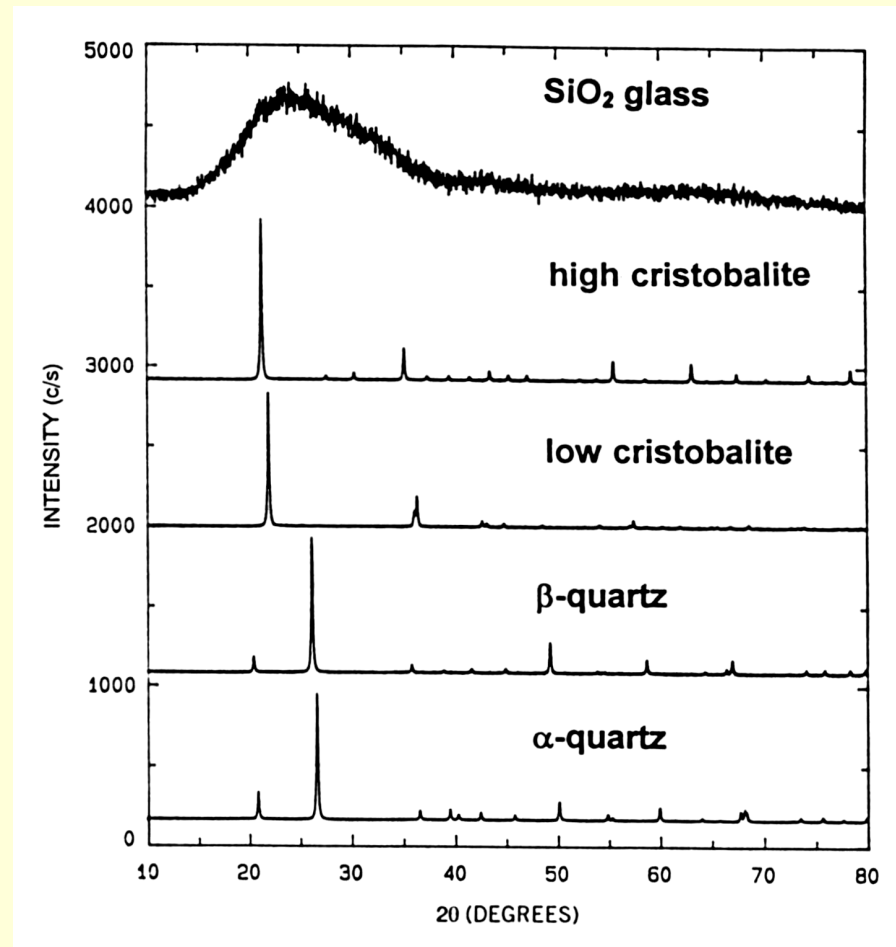
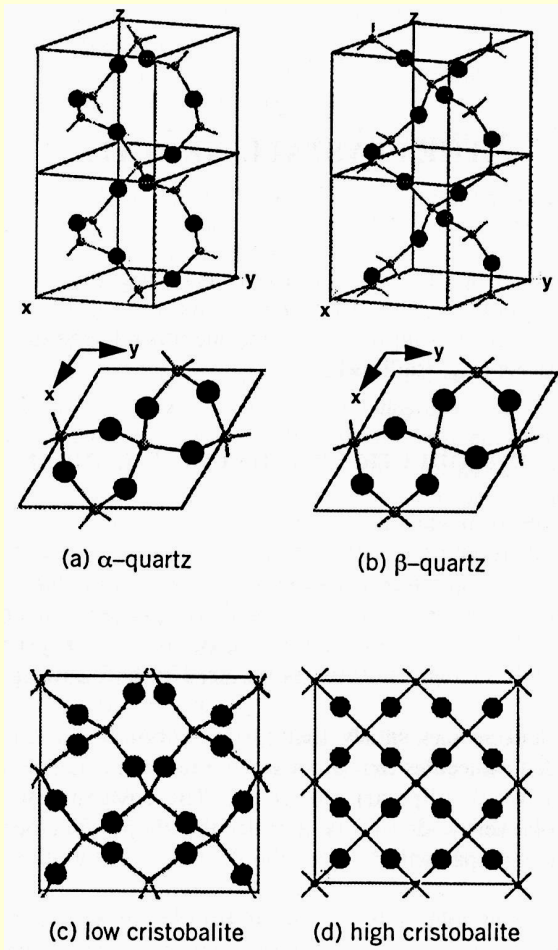
Kutna brzina uzorka:  $\theta$ /sek  
 Kutna brzina detektora:  $2\theta$ /sek

Praktički svi laboratoriji fizike čvrstog stanja imaju barem 1 rentgenski difraktometar

Metoda praška: PMF (Fizički odsjek, Kemijski odsjek, Geološki odsjek), IRB

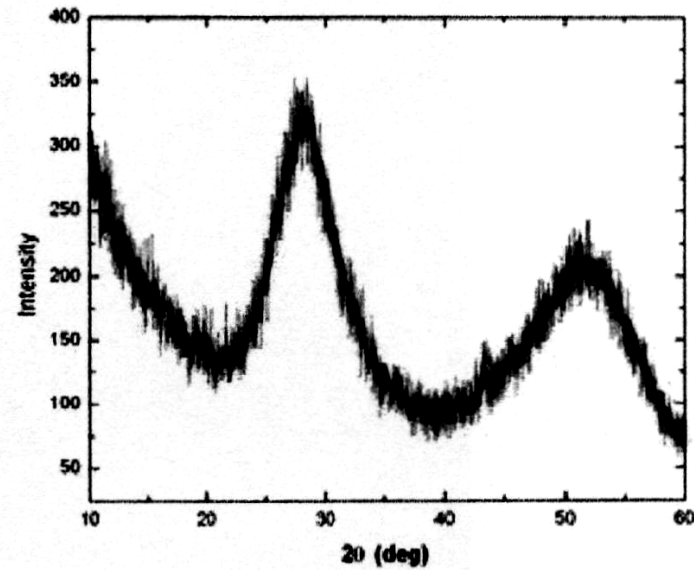
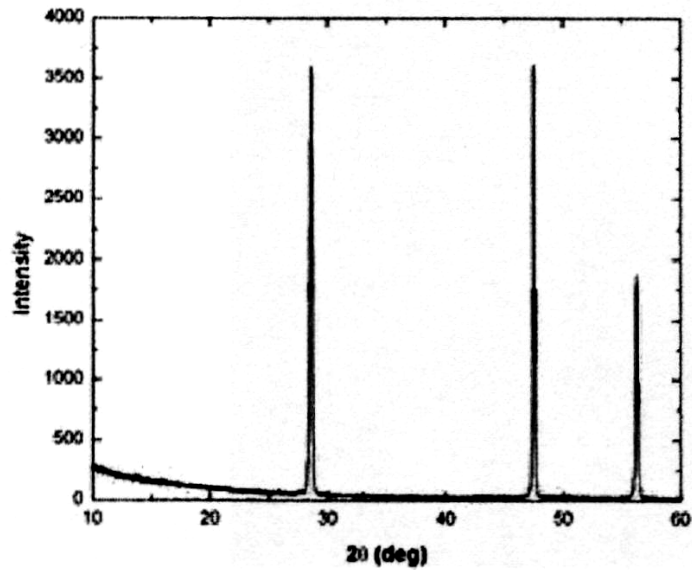
Za monokristale: Kemijski odsjek PMF-a, IRB



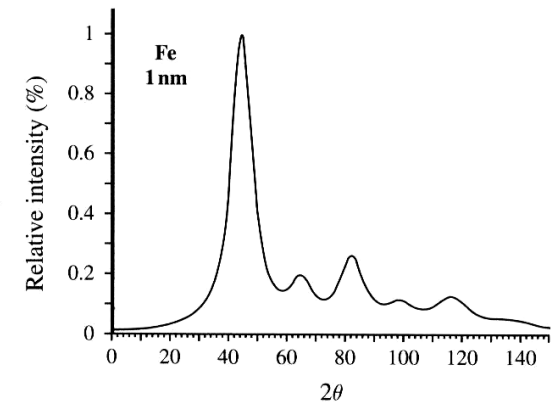
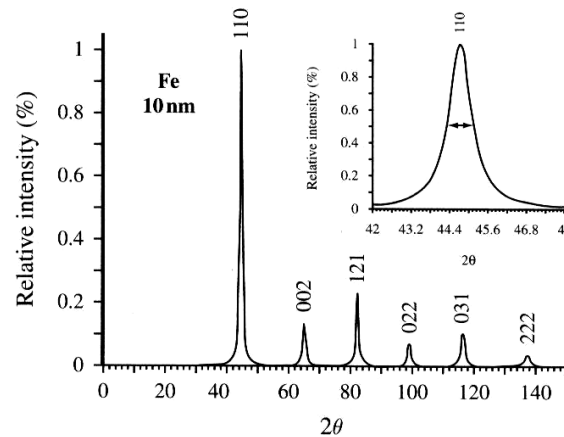
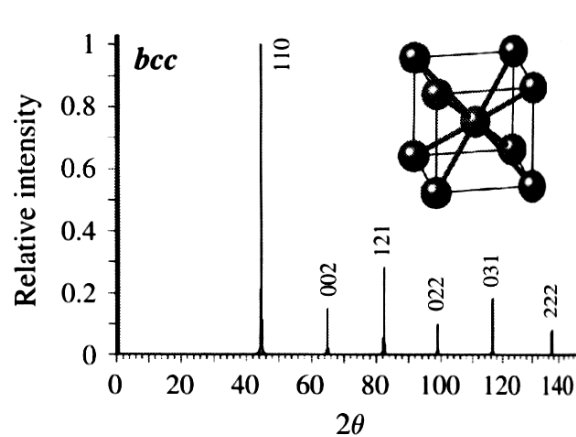


Uočiti: **položaji difrakcijskih linija ovise samo** o veličini elementarne ćelije  
**intenzitet linija ovisi o položaju atoma** unutra elementarne ćelije





*Tipični spektri difrakcije rentgenskih zraka na potpuno kristaliničnom uzorku polikristaliničnog silicija (lijevo) i potpuno amorfnom uzorku*



Rendgenske difrakcijske slike uzorka Fe (d kristalita  $\approx$  500 nm, 10 nm, 1nm)  
Amorfna struktura ili nanokristalna struktura -HRTEM!!!



Što se sve može zaključiti pomoću rendgenske difrakcije (samo nekoliko najvažnijih činjenica):

A) Indeksiranje linija (Millerovi indeksi) i položaj linija  $\Rightarrow$  **veličina jedinične ćelije** (promjena veličine elementarne ćelije uzrokuje promjene položaja linije).

B) Analizom Millerovih indeksa linija  $\Rightarrow$  **tip Bravaisove rešetke**

C) Intenzitet linija  $\Rightarrow$  **položaj atoma** u elementarnoj ćeliji.

## Intenzitet difrakcijskih linija

Redom:

intenzitet raspršenja na jednom elektronu zasniva se na Thompsonovoj reklaciji iz 1906.g) za intenzitet ( $I_{\tau}$ ) raspršenja EMV na jednom elektronu i glasi

$$I = \frac{I_0}{r^2} \left[ \frac{e^2}{m_e c^2} \right] (1 + \cos^2(2\theta)) / 2$$

**Atomski faktor raspršenja  $f_0$ :**

dimenzije atoma reda veličine valne duljine rentgenskih zraka, znači

$BC-AD$  uvijek  $< \lambda$

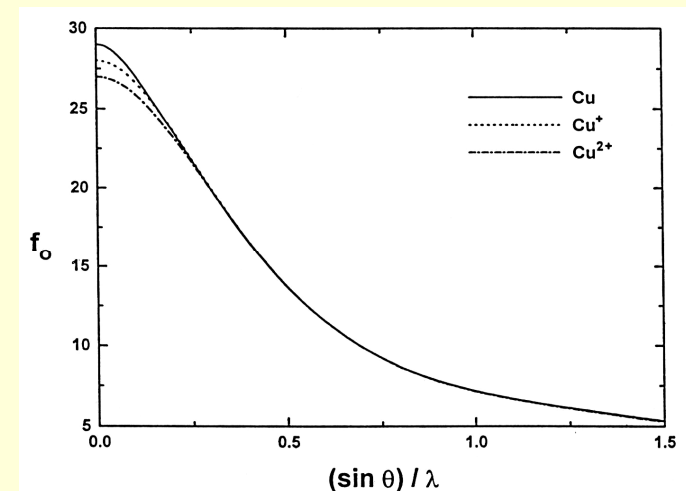
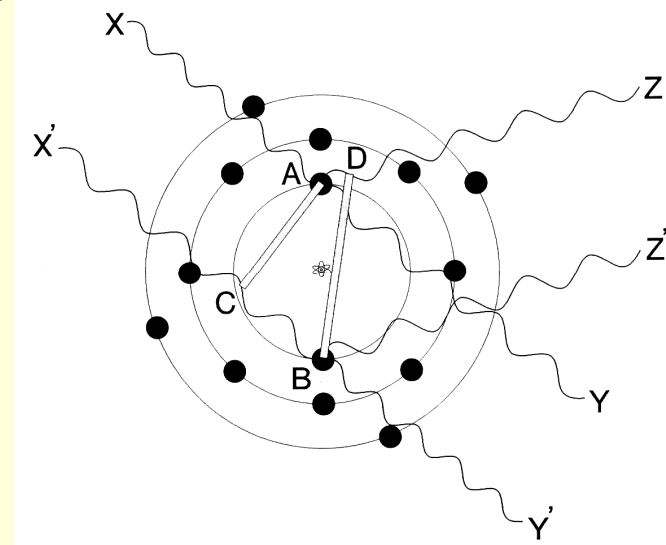
interferencija uvijek prije destruktivna nego konstruktivna

$f_0$  smjeru upadnog snopa = broj elektrona puta  $I$

za bakar

Vrijednosti tabelirane u

*International Tables of Crystallography*



## Utjecaj toplinskog titranja

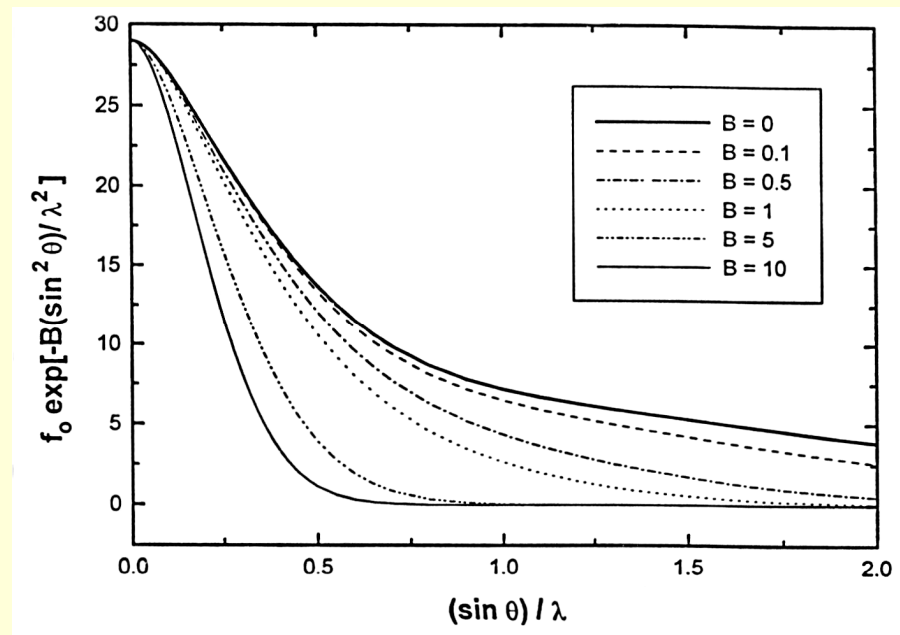
No atomi titraju u rešetci oko položaja ravnoteže, čime se atomi čine prividno većima pa dolazi da jačeg gašenja atomskog raspršenja. To se opisuje pomoću parametra

$$B=8\pi^2U^2$$

koji se zove Debye-Wallerov faktor i direktno je povezan s srednje kvadratnom vrijednošću  $U^2$  amplitude vibracije atoma. Kako amplitude titranja ovisi o temperaturi, time se povećava  $B$  i to utječe na atomski faktor raspršenja preko relacije

$$f = f_0 [-B\sin^2\theta/\lambda^2]$$

*Vrijednosti također tabelirane u  
International Tables of Crystallography*



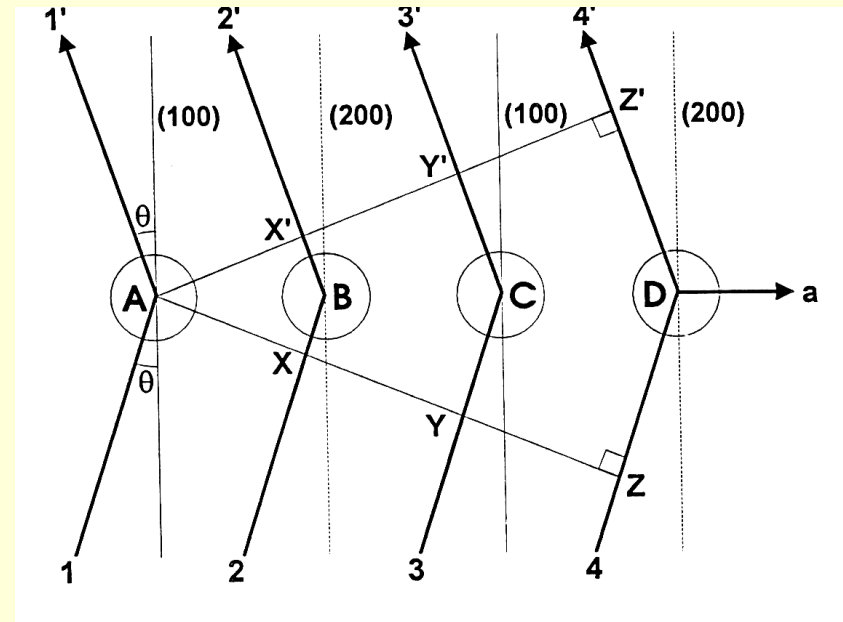
## Strukturni faktor raspršenja

jedinična ćelija u principu sadrži više atoma tako da te treba uzeti u obzir moguće interferentne efekte između atoma unutar ćelije.

A, B, C i D su atomi: jedinična ćelija  
 $AC = 5.112 \text{ \AA}$ , i privremeno zanemarimo atom B.  
 $d_{100} = 5.112 \text{ \AA}$ : konstruktivna interferencija ( $\lambda = 2 d_{hkl} \sin \theta$ ):

$$1.5406 = 2 \times 5.112 \sin \theta \rightarrow \theta = 8.6670$$

dobivamo  $\sin \theta / \lambda = 0.1$  i iz krivulje za neutralni Cu atom  $f_0 = 27.5$ . Ako bi se uzorak sastojao samo od atoma A i C, ukupni intenzitet zračenja pod kutom  $\theta = 8.6670$  bio bi  $2 \times 27.5 = 55$  jedinica i pripisan bi bio raspršenju na ravnini (100).



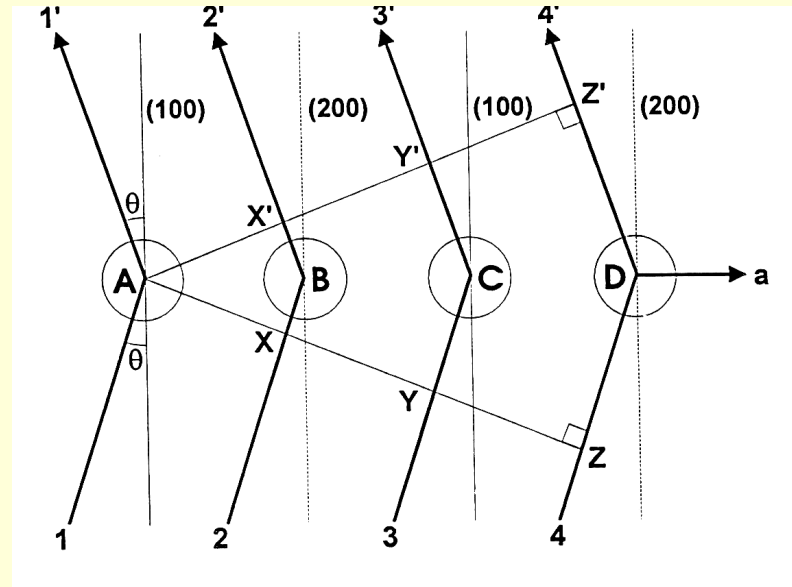
Međutim, u stvarnosti nije tako. Na slici vidimo da postoji atom B, na pola puta između A i C.

## Strukturni faktor $F_{hkl}$

Trokut YCY', za konstruktivnu interferenciju, ima točno duljinu  $\lambda \Rightarrow$  trokut XBX' ima onda  $\lambda/2$ , te su zrake 2' i 4' potpuno izvan faze sa zrakama 1' i 3'.  
 isti atomi  $\rightarrow$  isti atomski faktor raspršenja  $\Rightarrow$  potpuno gašenje. Znači, za takvu kristalnu rešetku refleks (100) neće postojati. Kažemo da ćemo imati ispunjen uvjet za **sistematsko gašenje**.

Uočimo: ako atom B nije Cu već neki drugi, recimo Al, nećemo imati ispunjen uvjet za potpuno gašenje, ali intenzitet za linije (100) će biti jako slab

Ravnina (200):  $d_{200} = 2.556 \text{ \AA}$ , iz Braggove jednačbe  $1.5406 = 2 \times 2.556 \sin \theta \rightarrow \theta = 17.540^\circ$   
 $1.5406 = 2 \times 2.556 \sin \theta$



Intenzitet linije (200): za  $\theta = 17.540^\circ$  iz krivulja za  $\sin \theta / \lambda = 0.2$ , intenzitet je 26 jedinica, odnosno za 4 atoma  $4 \times 26 = 104$  nekih jedinica, dakle vrlo jaki refleks.

**Općenito: strukturni faktor**

$$F_{hkl} = \sum_{j=1}^m f_j \exp [2\pi i (hx_j + ky_j + lz_j)]$$

koji je kompleksni broj,  $x_j$ ,  $y_j$ ,  $z_j$  su položaji atoma u ćeliji, a kvadrat odnosno  $F_{hkl}$  množen sa

konjugirano kompleksnim brojem  $F_{hkl}^*$  daje intenzitet hkl linije ( $I_{hkl}$ ).  $I_{hkl} = |F_{hkl}|^2$

Sistematska gašenja

Pogledajmo primjer kristalne rešetke NaCl koja ima 8 atoma po ćeliji. Ako je prvi atom lociran na 0,0,0 onda svi ostali imaju slijedeće koordinate:

Na+	0,0,0	1/2, 1/2, 0	1/2, 0, 1/2	0, 1/2, 1/2
Cl-	1/2,1/2,1/2	0, 0, 1/2	0, 1/2, 0	1/2, 0, 0

Uvrštavanjem u  $F_{hkl}$  može se pokazati da se pojavljuju slijedeći slučajevi:

1) h, k, l svi neparni

$F = 4f_{Na} - 4f_{Cl}$  ..... slabi refleksi (da je kojim slučajem  $f_{Na} = f_{Cl}$ ,  $F = 0$ )

2) h,k,l svi parni

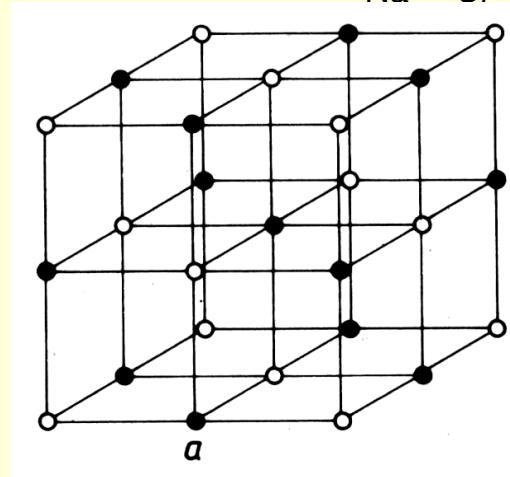
$F = 4f_{Na} + 4f_{Cl}$  jaki refleksi

3) h, k, l 2 parna, jedan neparni

$F = 0$

4) h, k, l 2 neparna, jedan parni

$F = 0$



Općenito za FCC rešetku pojavljuju se samo svi parni ili svi neparni Millerovi indeksi (nema miješanih): 111, 200, 220, 311, 400, 331, 420, ..

Za BCC  $\Sigma$ Millerovih indeksa je paran broj: 110, 200, 211, 220, 310, 222, ..

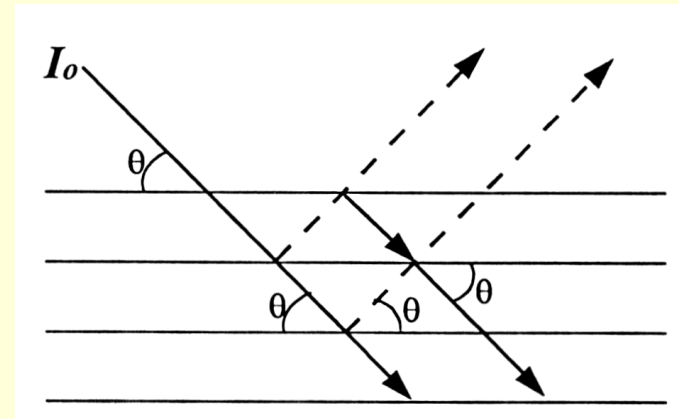


## Geometrijski faktori

Multiplicitet (mnogostrukost) Braggovih refleksa: Primjerice kubična rešetka ima 6 ekvivalentnih (100) ravnina, dakle 6 različitih kristalnih orijentacija doprinositi će intenzitetu raspršenja, tako da je promatrani intenzitet ustvari  $M \times I_{hkl}$ , konkretno za liniju (100)  $M=6$ , za sistem ravnina (110)  $M=12$ .

**Ekstinkcija ("extinction"):** Svaki puta kada se snop "reflektira" na nekoj ravnini, dolazi do pomaka u fazi za  $\pi/2$ , nakon dvije refleksije imamo pomak za  $\pi$  te se vraćajući ponovo prema unutrašnjosti zrake susreću sa upadnim snopom potpuno van faze i dolazi do destruktivne interferencije, čime se smanjuje intenzitet upadnog snopa i kao krajnji rezultat i intenzitet

difraktiranog snopa. Smanjenje intenziteta se nastoji ublažiti tako da se kristali mrve ne bi li dubina prodiranja rentgenskih zraka bila što manja. Međutim ako se smrve kristali ispod 1 mm, dolazi do neželjenih pojava (proširenja linija, o tome više kasnije). Međutim i u najboljim slučajevima gubi se do 25% u promatranom intenzitetu.



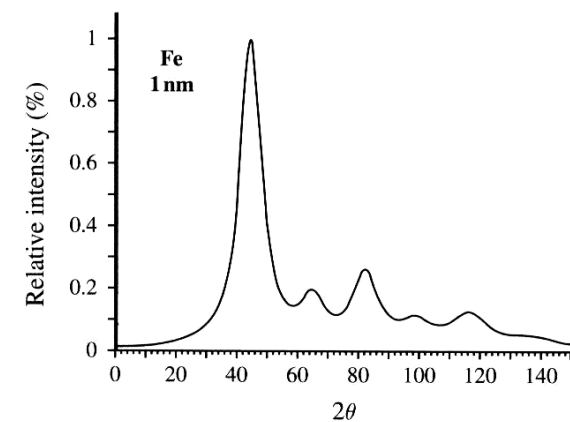
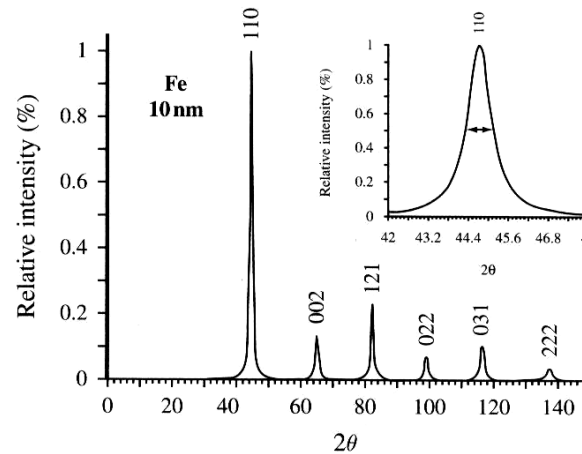
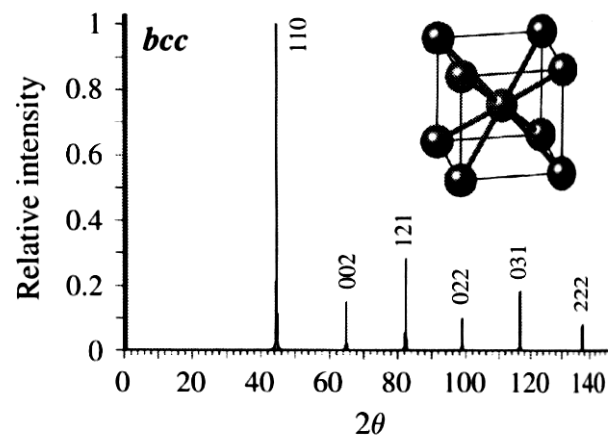
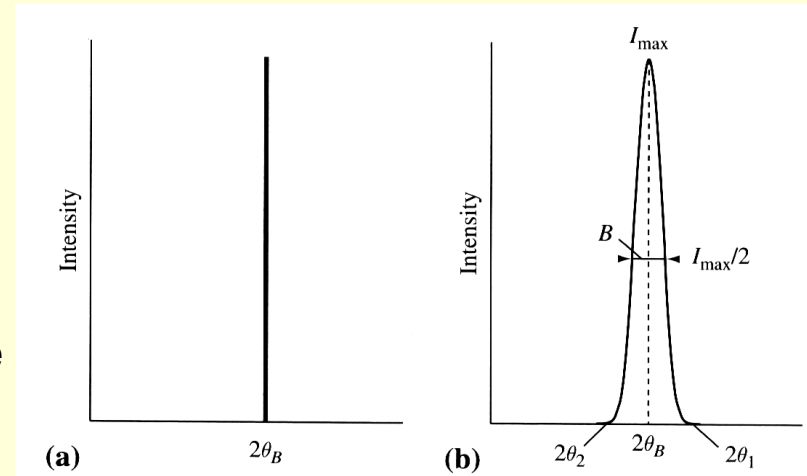
## Fizički faktori

### Smanjenje veličine kristalita

Idealni profil maksimuma/refleksa je  $\delta$ -funkcija. On se proširuje uslijed prirodne širine rentgenskih zraka (u manjoj mjeri) te instrumentalne postavbe (primjerice divergentnost rentgenskog snopa) u većoj mjeri. Ako to zanemarimo, profil se proširuje kad se kristaliti smanje ispod 500 nm ("particle size broadening").

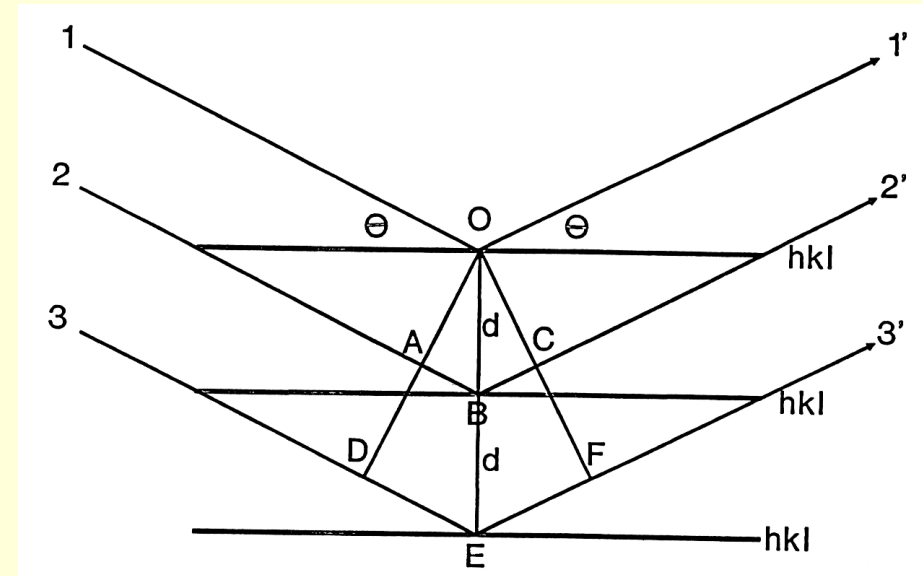
Definiramo poluširinu maksimuma ("the full width at half maximum"-FWHM) kao kutno područje širine maksimuma na pola visine  $B = \omega(2\theta)$  - naravno u radijanima.

Pogledajmo ponovo difrakcijski slike Fe s različitim veličinama kristalita. Položaji linija i međusobni omjer intenziteta se ne mijenja ali se mijenja širina linija. **Zašto?**



Za  $ABC = \lambda \Rightarrow$  konstruktivna interferencija

Za  $ABC = \lambda/2 \Rightarrow$  destruktivna interferencija; svaki par ravnina točno poništava međusobna susjedna raspršenja (1-2, 3-4, 5-6,...) ... t.z. Braggovo poništenje refleksije.



Zakrenemo uzorak tako da je  $ABC = 1.1\lambda$  (ili  $0.1\lambda$ )  $\Rightarrow DEF = 2.2\lambda$  odnosno  $0.2\lambda$ , itd., za šestu ravninu  $0.5\lambda$ , znači 1. i 6. ravnina su u uvjetima destruktivne interferencije, tako i par ravnina 2 i 7, 3 i 8, itd..

**Nema Braggove refleksije za takov kut** jer će svaka zraka naći svog "partnera" udaljenog za pet ravnina s kojim će se poništiti.

Znači imamo Braggovu refleksiju samo za kut za koji vrijedi za  $ABC = \lambda$  (**oštra linija**)

Zakrenemo uzorak sada tako da je  $ABC = 1.001\lambda$  (ili  $0.001\lambda$ )  $\Rightarrow$   $DEF = 2.002\lambda$  odnosno  $0.002\lambda$ , itd., za 1. i 501. ravninu  $= 500 \times 0.001\lambda = 0.5\lambda$ , znači 1. i 501. ravnina su u uvjetima destruktivne interferencije, te tako i par ravnina 2. i 502., itd.. **Nema Braggove refleksije za takov kut** jer će svaka zraka naći svog "partnera" udaljenog za 500 ravnina s kojim će se poništiti.

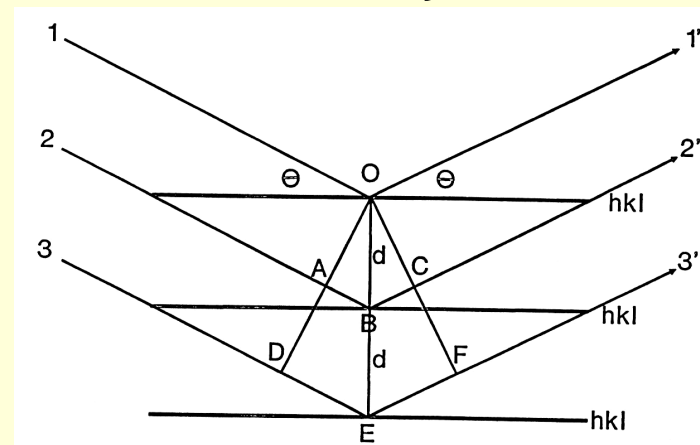
Za  $ABC = 1.001\lambda$  to će biti ravnine 1. i 5001., 2. i 5002., itd

Znači imamo Braggovu refleksiju samo za kut za koji vrijedi za  $ABC = \lambda$  (**oštra linija**).

Za **dovoljno debeli kristal** imat ćemo samo refleksiju za uvjet  $ABC = \lambda$ .

U našem slučaju, ako je kristal tanak, nema 501. ravnine, i imat ćemo za  $ABC = 1.001\lambda$  (ili  $0.001\lambda$ ) određeni intenzitet refleksije, ali naravno slabije nego za  $ABC = \lambda$ .

Time smo objasnili zašto se linije proširuju za tanke kristalite.



# Scherrerova relacija

Uslijed smanjenja veličine kristalita, profil se počinje proširivati kad se kristaliti smanje ispod 500 nm ("particle size broadening").

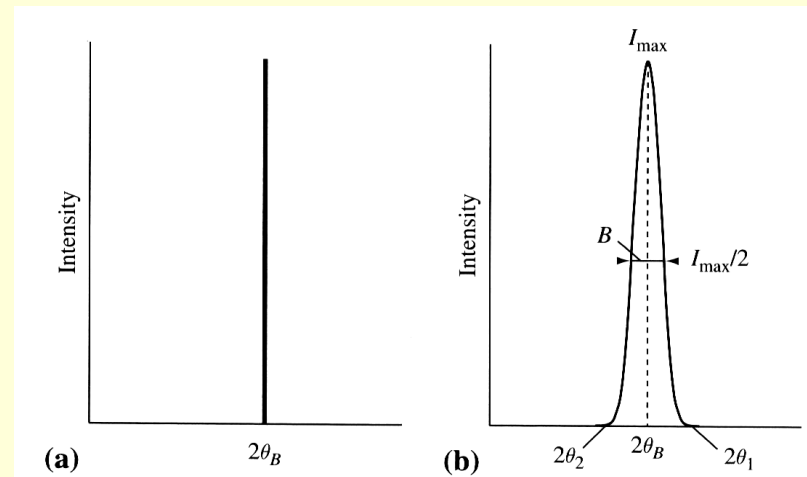
Za već spomenutu poluširinu na pola maksimuma FWHM) ("the full width at half maximum"- označimo ju sa  $B = \omega(2\theta)$ ), relativno jednostavnim računom dobiva se veza između debljine kristalita  $t$  i mjerene poluširine  $\omega_{mjer}$  (Scherrerova relacija)

$$t_{aprox} = \frac{K\lambda}{\omega_{mjer} \cos \theta}$$

$$t_{prakt} = \frac{K\lambda}{\omega_{stv} \cos \theta}$$

$K$  je korekcijski faktor  $\approx 0.9$ ; ako se uzimamo u obzir i instrumentalni profil  $\omega_{inst}$ , koristi se relacija

$$\omega_{stv}(2\theta) = \omega_{mjer}(2\theta) - \omega_{ins}(2\theta) \Rightarrow$$



Za kristalite oko 50 nm poluširina je oko 0.2 stupnja,  
za kristalite od 10 nm poluširina je oko 1 stupanj.

U praksi se na taj način mogu mjeriti/procjenjivati veličine čestica do nekoliko nm, uz uvjet da ne postoje naprezanja koja dodatno proširuju maksimum. Za mjerenje instrumentalnog profila se obično uzima prašak (standard) veličina čestica koje ne utječu na proširenje i koje nemaju unutarnjih naprezanja, primjerice  $\text{LaB}_6$ . Proširenje linija sa smanjenjem veličina kristalita ima za posljedicu, da u graničnom slučaju koji puta ne možemo razlikovati između ekstremno sitne nanokristalne strukture i amorfnog materijala i treba "pomoć" elektronskog mikroskopa.



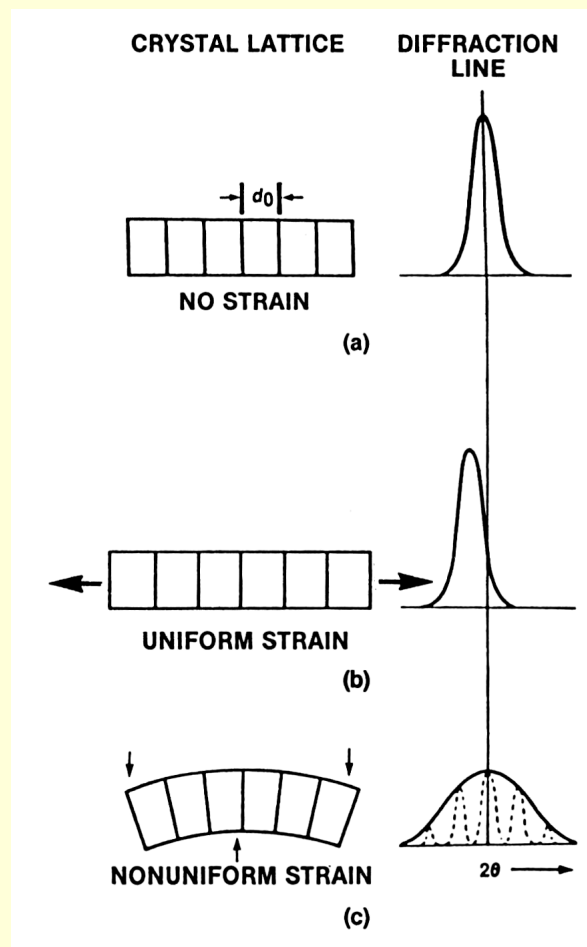
## Rezidualno naprezanje i deformacija

### Jednoliko makro naprezanje.

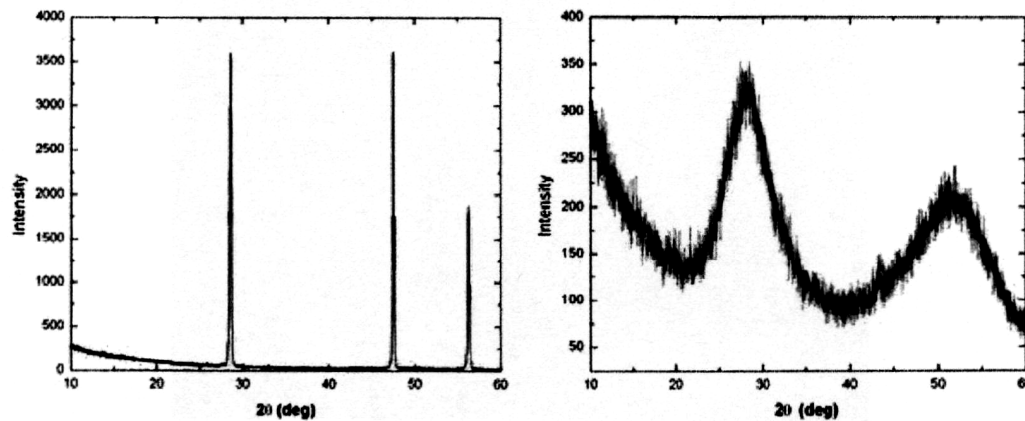
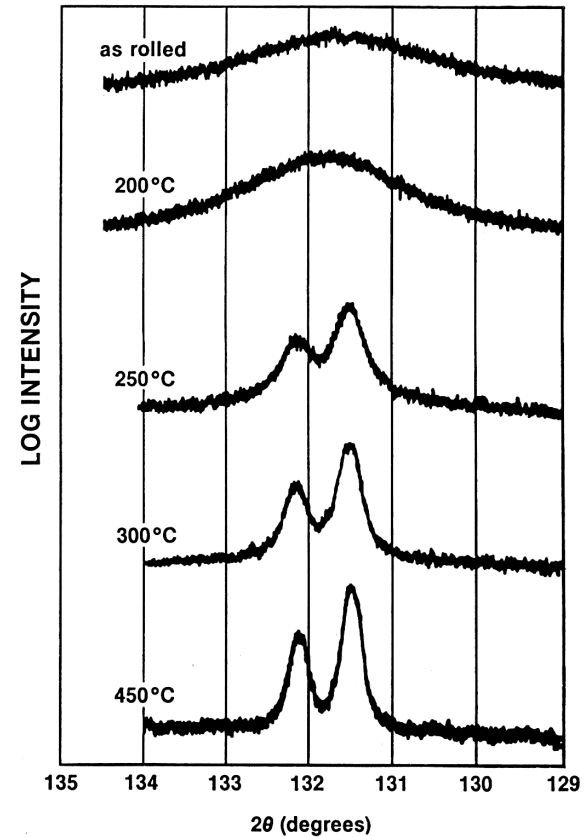
Ako je naprezanje jednoliko (bilo rastezanje bilo kompresija), pojava se zove makro naprezanje i uzrokuje pomak linije (prema Braggovoj jednadži ( $2 d_{hkl} \sin\theta = n \lambda$ ) bez deformacije (proširenja) difrakcijske linije

### Nejednoliko mikro naprezanje

Proširenje (poluširina) u ovisnosti o nejednolijoj elastičnoj  $\varepsilon$  ("strain") deformaciji  $\omega_\varepsilon = 4\varepsilon \operatorname{tg}\theta$



Primjer valjanog uzorka mjedi gdje se pojavljuje vrlo prošireni maksimum uslijed uvedenih naprezanja, koja pak grijanjem postepeno nestaju, što se dobro vidi izoštravanjem Braggovih maksimuma. Ako je struktura tako deformirana da je uređenje dugog reda poništeno, govorimo o amorfnom materijalu. No treba biti oprezan prilikom promatranja Braggovog maksimuma "na prvi pogled" i ne brzopleto zaključivati radi li se o kristalinom ili amorfnom materijalu. Potrebno je obratiti pažnju ne samo na proširenje već i na kutno područje. Za "as-rolled" uzorak se proširenje se proteže otprilike preko kutnog područja 130 do 134 stupnja, dok se "amorfni" maksimum, primjerice za amorfni  $\text{SiO}_2$  proteže preko kutnog područja od oko 25 do 35 stupnjeva.



Tipični spektri difrakcije rentgenskih zraka na potpuno kristaliničnom uzorku polikristaliničnog silicija (lijevo) i potpuno amorfnom uzorku

## Istovremeni utjecaj na oblik linije smanjenja kristalita i unutarnjeg naprezanja

Sherreova relacija  $t_{\text{prakt}} = \frac{K\lambda}{\omega_{\text{stv}} \cos \theta} \quad \omega \sim 1/\cos \theta$

Za naprezanja  $\omega_{\varepsilon} = 4\varepsilon \operatorname{tg} \theta \quad \omega_{\varepsilon} \sim \operatorname{tg} \theta$

te se promatranjem/analizom (dekonvolucija) širine profila u ovisnosti o Braggovom kutu mogu razdvojiti te dvije pojave (nije jednostavno: potrebno je veliko iskustvo).

To potvrđuje i slijedeća tablica

Najtipičniji uzroci odstupanja difrakcijskog maksimuma od idealnog oblika i položaja

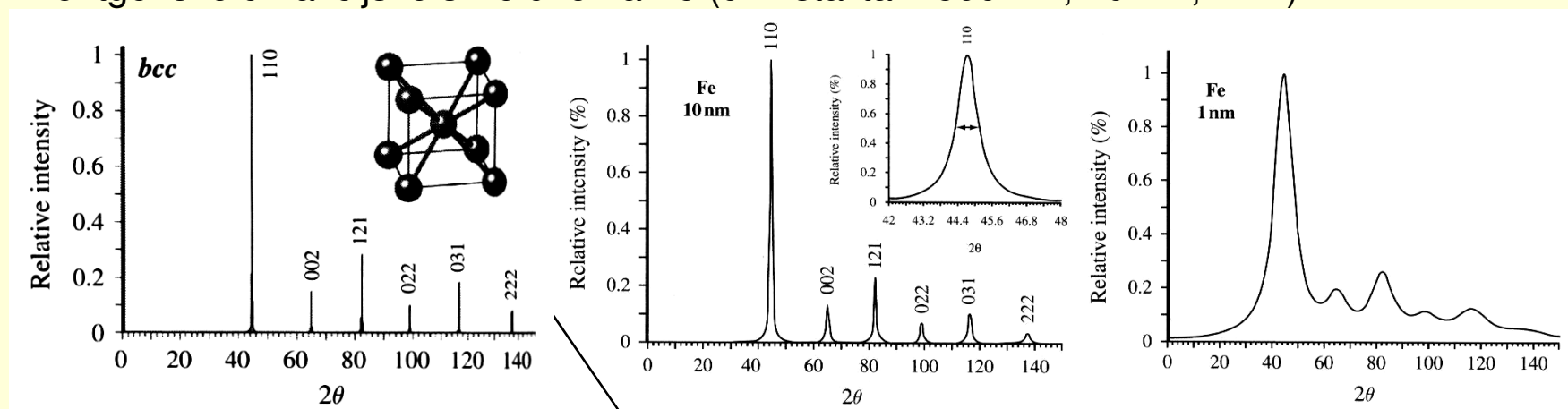
	pomak	proširenje	asimetrični oblik	anizotropno proširenje	oblik
Dislokacije		+	+	+	+
Greške u slijedu mrežnih ravnina <i>Stacking faults</i>	+	+	+	+	+
Srastanje <i>Twinnings</i>	+	+	+	+	+
Unutarnja naprezanja dugog doseg <i>Long-range internal stresses</i>	+		+		
Granice zrna	+	+			
Mikronaprezanja/Mikrodeformacije		+			
Podgranice <i>Sub-boundaries</i>	+	+			
Unutarnja naprezanja	+				
Koherentne deformacije	+	+	+		
Kemijske heterogenosti	+	+	+		
Točkasti defekti					+
Precipitati i inkluzije			+		+
Veličina kristalita < 1 $\mu$ m		+		+	+

## Definicija kristalnog materijala

"Kristalna struktura je pravilan raspored atoma ili molekula u kristalnoj rešetki koja pokazuje translacijsku invarijantnost" – ali to vrijede za savršeni monokristal.

Nanokristali: koliko možemo smanjivati veličinu nanokristala da možemo za neki materijal tvrditi da je još uvijek kristaliničan?

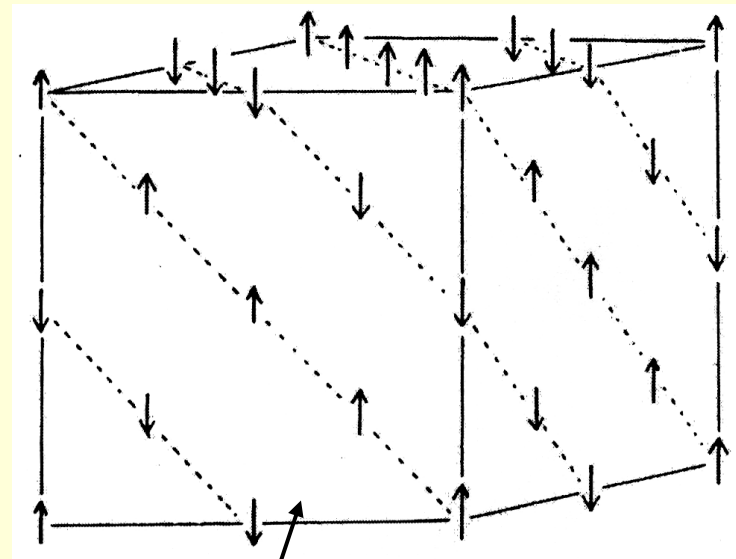
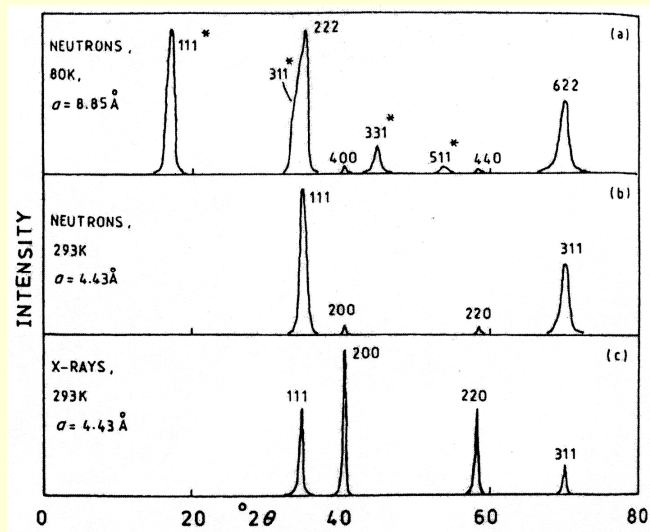
Rentgenske difrakcijske slike uzorka Fe (d kristalita  $\approx$  500 nm, 10 nm, 1 nm)



Preporuka Međunarodne udruge kristalografa ("International Union of Crystallographers") da se dobrim kristalnim materijalom može smatrati **"bilo koji materijal koji pokazuje bitno ("essentially") diskretnu difrakcijsku sliku"**.

## Neutronska difrakcija

Glavna razlika prema rentgenskoj: rentgenske zrake se raspršuju na elektronima, a neutroni na jezgrama-različiti intenziteti ali Braggovi kutevi isti. S obzirom da neutroni posjeduju magnetski dipolni moment, interagiraju s nesparenim elektronima te se raspršuju ne samo na jezgri već i na nesparenim elektronima, primjerice "vide" antiferomagnetsko uređenje (MnO, FeO i NiO).



Za XRD struktura je nepromijenjena na svim temperaturama i daje isti položaj linija kao neutronska raspršenja Néelove temperature (samo su linije različitog intenziteta)

Smanjenjem temperature ispod Néelove dolazi do antiferomagnetskog uređenja kojeg rentgenske zrake "ne vide"; dok u slučaju neutronska imamo sada dvostruko veću jediničnu/elementarnu ćeliju te ravnina (111) postaje sada (222) u elementarnoj ćeliji dvostruko veće stranice odnosno 8 x većeg volumena.



## Elektronska difrakcija

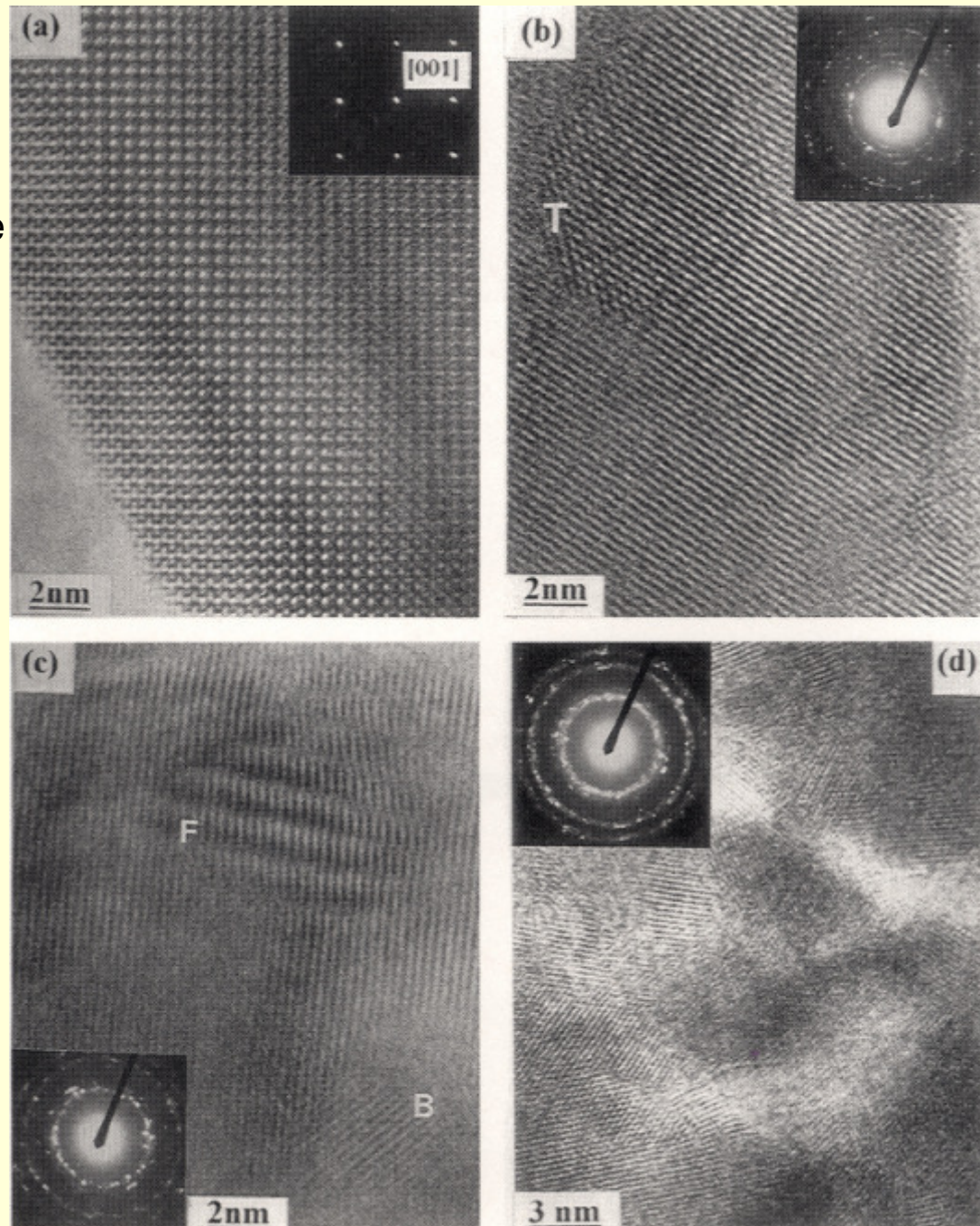
Valna duljina elektrona u elektronskom mikroskopu ovisi o primijenjenom naponu ubrzanja  $V$  i može se izračunati aproksimativnom relacijom

$$\lambda = \sqrt{\frac{1.5}{V}} \text{ (nm)}. \text{ Znači u 200 kV EM}$$

$$\lambda \approx 0.0027 \text{ nm}$$

U osnovi nema razlike u usporedbi s XRD osim što je valna duljina manja i automatski je onda i kutno područje manje ( $2 d_{hkl} \sin\theta = n \lambda$ ). To pak ima posljedice na točnost i preciznost mjerenja tako da je u tom pogledu XRD daleko nenadmašena tehnika. Nezgodna pojava je također tzv. sekundarna difrakcija, do koje dolazi kada se difraktirani snop na prvim ravninama počinje ponašati kao upadni snop za slijedeće ravnine, uslijed čega se pojavljuju dodatni maksimumi, što djeluje zbunjujuće prilikom identifikacije, te je uslijed toga također nemoguće točno odrediti intenzitet koji je nužno potreban da bi se moglo odrediti nepoznatu strukturu.

Primjer legiranja 2.5 g  $ZrO_2$  i 0.5 g  $Y_2O_3$ : može se pomoću elektronske difrakcije pratiti smanjenje kristalita od 200 nm do ispod 10 nm, od tipične difrakcijske slike monokristala (insert na slici **a**) do Debye-Scherrerovih prstenova na insertu slike **d**.



Uspoređivanjem poznatih i nepoznatih difraktograma može se identificirati materijal (element, slitina ili spoj), odnosno ako smo sintezom dobili novis spoj/strukturu može se proučavanjem difraktograma (položaj i intenzitet linija) pomoću odgovarajućih matematičkih metoda odgonetnuti struktura.

Sve objavljene strukture skupljaju se u "International Center for Diffraction Data"-ICDD, Pennsylvania, USA, (prije JCPDS) koje pomažu u rutinskim preliminarnim mjerenjima određivanja struktura/faza u nekom materijalu.

Primjer za Ni-Zr (za taj binarni sistem kartica se zove "ICDD-PDF No. 50-1095") je na slijedećoj stranici.

50-1095

Wavelength= 1.5418

NiZr	2 $\theta$	Int	h	k	l
Nickel Zirconium	27.969	12	0	2	1
	35.773	100	0	4	0
	38.470	18	1	3	0
	42.229	21	0	4	1
	43.953	47	0	0	2
	45.584	9b	0	5	0*
	56.451	9	2	0	0
	58.407	17	0	4	2
	60.077	18	1	3	2
	72.098	14	1	5	2
	76.154	12	1	1	3

Rad.: CuK $\alpha$   $\lambda$ : 1.5418 Filter: d-sp: Diff.

Cut off: Int.: I/Cor.:

Ref: Patt, M., State Univ. of New York, Binghamton, NY, USA, Dissertation, (1993)

Sys.: Orthorhombic S.G.: Cmcm (63)

a: 3.257(6) b: 9.944(1) c: 4.118(4) A: 0.3275 C: 0.4141

 $\alpha$ :  $\beta$ :  $\gamma$ : Z: 4 mp:

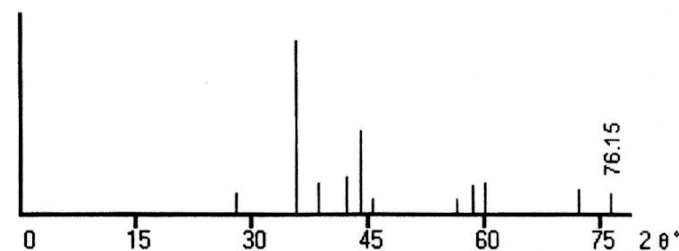
Ref: Ibid.

Dx: 7.466 Dm: SS/FOM: F<sub>10</sub> = 2 (0.177, 28 )

B Cr type. C.D. Cell: a=4.118, b=9.944, c=3.257, a/b=0.4141, c/b=0.3275, S.G.=Amam(63).

~Not permitted by space group.

Silicon. PSC: oC8. Mwt: 149.92. Volume[CD]: 133.37.

© 2001 JCPDS-International Centre for Diffraction Data. All rights reserved  
PCPDFWIN v. 2.2

71-0543 Zirconium Nickel	Zr2 Ni7	2.09	2.00	2.34M
51-0772 Nickel Zirconium	Ni10 Zr7	2.39	2.40	2.26O
51-0771 Nickel Zirconium	Ni10 Zr7	2.24	2.37	6.19O
50-1095 Nickel Zirconium	Ni Zr	2.51	2.06	2.14O
49-1690 Nickel Zirconium	Ni2 Zr3	2.33	2.63	2.55X
47-1027 Nickel Zirconium	Ni10 Zr7	2.38	2.24	2.30O
41-0898 Nickel Zirconium	Ni Zr2	2.36	2.50	2.17C
40-1035 Nickel Zirconium	Ni42 Zr58	2.33	2.63	2.03C
38-1170 Zirconium Nickel	Zr2 Ni	2.54	1.32	2.05T
37-0925 Nickel Zirconium	Ni7 Zr2	2.01	1.93	2.36C
37-0924 Nickel Zirconium	Ni5 Zr	2.01	1.93	2.36C
35-1398 Nickel Zirconium	Ni3 Zr	2.00	1.12	2.12H
33-0963 Nickel Zirconium	Ni11 Zr9	2.27	2.21	1.29T
29-0946 Nickel Zirconium	Ni3 Zr	2.03	2.16	2.31H
26-1291 Nickel Zirconium	Ni7 Zr2	2.09	2.00	2.44M
22-0758 Nickel Zirconium	Ni7 Zr2	2.25	1.32	1.87M
19-0857 Nickel Zirconium	Ni Zr2	2.53	2.05	2.04T
12-0478 Nickel Zirconium	Ni Zr	2.46	2.02	2.04O
12-0413 Nickel Zirconium	Ni Zr	2.03	1.76	1.24X
10-0229 Nickel Zirconium	Ni5 Zr	2.02	2.36	1.93C



# Analiza krede za pisanje!

## Wikipedia:

Blackboard chalk is a substance used for drawing on rough surfaces, as it readily crumbles leaving particles that stick loosely to these surfaces. Although traditionally composed of natural chalk, modern blackboard chalk is generally made from the mineral gypsum (calcium sulfate), often supplied in sticks of compressed powder traditionally about 10 cm long.

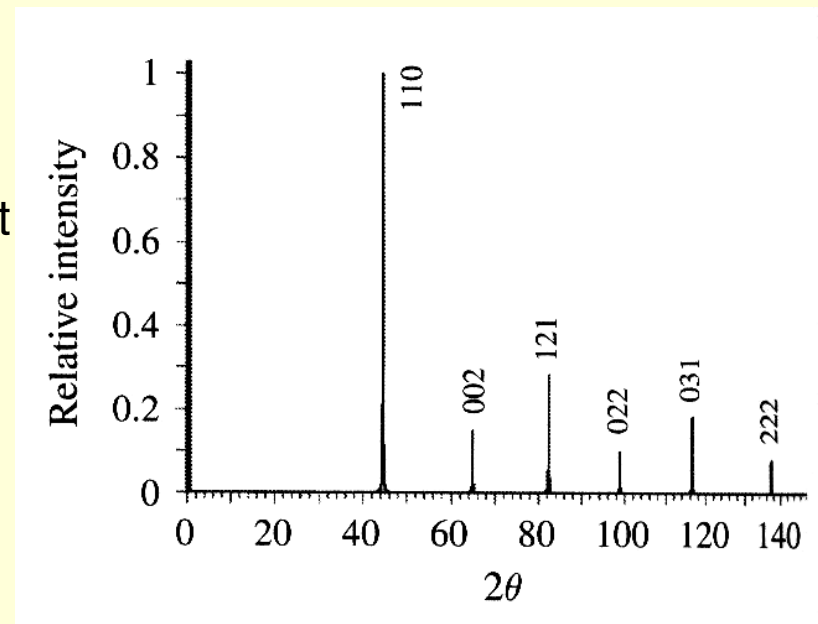
**Gypsum** is a very soft mineral composed of calcium sulfate dihydrate, with the chemical formula  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  - Crystal system: monoclinic

**Calcium sulfate** is a common laboratory and industrial chemical - Crystal system: orthorhombic

ICDD-PDF 33-0311 – sintetički gips

ICDD-PDF 37-1496 – gips (mineral)

ICDD-PDF 33-0311 – sintetički kalcij sulfat



Nove napredne metode  
u istraživanju materijala  
srijeda, 25.11., IRB, I krilo

<i>Satnica</i>	<i>Naslov predavanja</i>	<i>Predavač/ica</i>
9:00 - 9:20	<b>NMR/NQR čvrstog stanja: principi i primjena u proučavanju materijala</b>	Dalibor Paar
9:20 - 9:40	<b>SQUID magnetometar - osjetljivost za sve materijale</b>	Krešo Zadro
9:40 - 10:00	<b>Napredna EPR spektroskopija u istraživanju materije: Mogućnosti na IRB-u</b>	B. Rakvin M. Kveder
10:00 - 10:20	<b>Mikrovalna ispitivanja materijala</b>	Miroslav Požek
10:20 - 10:40	<b>Izotopni sastav laganih elemenata otkriva povijest materijala</b>	Zvezdana Roller
<i>Pauza za kavu</i>		
11:00 - 11:20	<b>ARPES - novi sjaj stare tehnike</b>	Petar Pervan
11:20 - 11:40	<b>FE SEM u znanosti o materijalima</b>	Mira Ristić
11:40 - 12:00	<b>STM - pretražna tunelirajuća mikroskopija</b>	Marko Kralj
12:00 - 12:20	<b>Photo-thermal deflection spectroscopy for optical characterization of thin films</b>	Jordi Sancho-Parramon
12:20 - 12:40	<b>Spektroskopska elipsometrija</b>	Hrvoje Zorc
12:40 - 13:00	<b>CRDS kao dijagnostička metoda procesa u plazmi pri gradnji nano struktura</b>	Slobodan Milošević
<i>Pauza za ručak</i>		
14:20 - 14:40	<b>Dielektrična spektroskopija u fizici kondenzirane materije</b>	Tomislav Ivek
14:40 - 15:00	<b>Mossbauerova spektroskopija i primjene</b>	Svetozar Musić
15:00 - 15:20	<b>Sinkrotronska SAXS/DSC/WAXD metoda karakterizacije nanokompozitnih materijala</b>	Aleksandra Turković
15:20 - 15:40	<b>IBIC - metoda za 3D mikroskopiju transporta naboja u poluvodičima</b>	Milko Jakšić
15:40 - 16:00	<b>Spektroskopija pozitronske anihilacije u istraživanjima materijala</b>	Damir Bosnar
<i>Pauza za kavu</i>		
16:20 - 16:40	<b>Laplace DLTS</b>	Ivana Capan
16:40 - 17:00	<b>Mapiranje recipročnog prostora metodom difrakcije X zračenja: metoda za ispitivanje nano-objekata u kristalnoj matrici.</b>	Maja Buljan
17:00 - 17:20	<b>TOF ERDA: Nuklearna metoda za multielementno dubinsko profiliranje</b>	Zdravko Siketić
17:00 - 17:40	<b>Određivanje veličine čestica laserskom difrakcijom</b>	Neda Vdović
17:40 - 18:00	<b>GISAXS i XRR - kada, kako, zašto?</b>	Pavo Dubček