
ATTI ACCADEMIA NAZIONALE DEI LINCEI
CLASSE SCIENZE FISICHE MATEMATICHE NATURALI
RENDICONTI

EGIZIO CORAZZA

**Determinazioni di costanti reticolari dall'angolo di
equi-inclinazione**

*Atti della Accademia Nazionale dei Lincei. Classe di Scienze Fisiche,
Matematiche e Naturali. Rendiconti, Serie 8, Vol. 43 (1967), n.1-2, p.
96-100.*

Accademia Nazionale dei Lincei

<http://www.bdim.eu/item?id=RLINA_1967_8_43_1-2_96_0>

L'utilizzo e la stampa di questo documento digitale è consentito liberamente per motivi di ricerca e studio. Non è consentito l'utilizzo dello stesso per motivi commerciali. Tutte le copie di questo documento devono riportare questo avvertimento.

*Articolo digitalizzato nel quadro del programma
bdim (Biblioteca Digitale Italiana di Matematica)
SIMAI & UMI*

<http://www.bdim.eu/>

Cristallografia. — *Determinazioni di costanti reticolari dall'angolo di equi-inclinazione* (*). Nota (**) di EGIZIO CORAZZA, presentata dal Socio G. CAROBBI.

SUMMARY. — A method is given for determining the lattice parameter along the Weissenberg rotation axis, for non-triclinic crystals. The lattice constant is derived for each layer from the equi-inclination formula, the μ angle being precisely settled on the basis of the deviations from linearity of the «central» lattice lines.

Besides, a method for enhancing the misalignment of the crystal is given, which uses oscillation photographs of the highest recordable layer line. In this way it is possible to measure practically the double of the tilt angle.

Il presente metodo consente la determinazione della costante reticolare lungo l'asse di rotazione di un cristallo avente simmetria superiore a quella triclinica, senza variare la sua posizione una volta che sia montato al goniometro di Weissenberg.

La caratteristica di questo metodo, a differenza degli altri in uso, è il poter prescindere da misure di lunghezza, eseguendo una volta per tutte la taratura del cerchio orizzontale dell'apparecchio con una sostanza standard. Particolarmente utile risulta a questo riguardo l'uso del nitrato di piombo, il quale (cubico) ha una costante reticolare $a = 7,8246 \text{ \AA}$ [1], e permette quindi la registrazione di un buon numero di stratolinee con il metodo dell'equi-inclinazione. Non dovendo eseguire misure di lunghezza sui fotogrammi, nel presente metodo non si deve tener conto delle deformazioni che subisce la pellicola durante e dopo lo sviluppo, della doppia emulsione della stessa e quindi del suo spessore, ed infine del raggio della camera.

METODO DI CENTRAGGIO.

Per poter effettuare questo tipo di fotogrammi, dalle prove condotte è emersa la necessità di centrare l'asse cristallografico di rotazione con una precisione notevole, superiore a quella ottenibile con fotogrammi di cristallo oscillante sul livello zero, come è pratica comune per tutti i centraggi all'apparecchio di Weissenberg. Questo anche perché il limitarsi all'esame dello strato zero non permette uno sfruttamento adeguato della precisione delle slitte cilindriche delle testine goniometriche, le quali permettono normalmente la

(*) Lavoro eseguito presso la Sezione di Firenze del Centro Nazionale di Cristallografia del C.N.R., Istituto di Mineralogia dell'Università.

(**) Pervenuta all'Accademia il 30 agosto 1967.

lettura dei 20' o dei 10'. Per la maggior precisione è risultato perciò molto utile, oltre che di altrettanta facilità pratica, il centrare il cristallo (preventivamente aggiustato con i normali oscillanti sul livello zero) per mezzo di fotogrammi, anch'essi di cristallo oscillante, effettuati sul livello più distante da quello equatoriale. A differenza dalle normali riprese, si è fatto uso dello schermo cilindrico di stratolinea; una sottile striscia di pellicola (2×13 cm) avvolta in carta nera o foglio di alluminio è stata disposta direttamente sulla fessura dello schermo, e tenuta in posto semplicemente con due elastici o con una molla piatta di acciaio.

Il fotogramma che si ottiene è limitato in larghezza dall'apertura, regolabile, della fessura dello schermo cilindrico, del quale resta netta l'ombra, in contrasto con la striscia centrale divenuta grigia per effetto della radiazione diffusa. Nel mezzo dell'immagine della fessura dello schermo appare la stratolinea prescelta, della quale si possono misurare con i normali metodi gli scostamenti dall'andamento rettilineo.

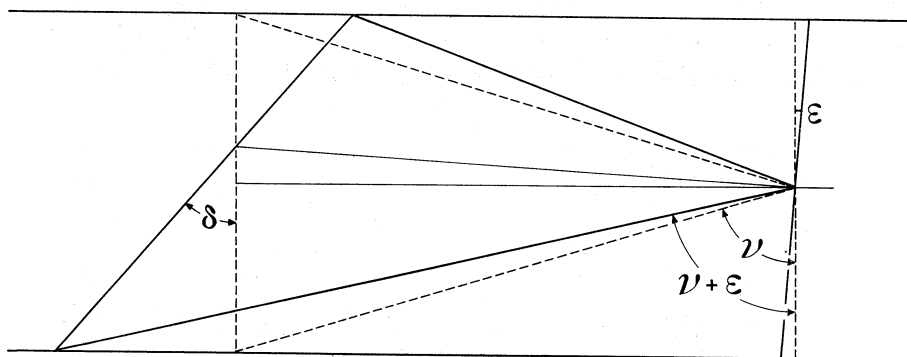


Fig. 1. — Amplificazione dell'errore in funzione di ν .

Come si può vedere nella fig. 1, viene in questo modo esagerato l'angolo di disorientamento del cristallo, amplificando la deviazione angolare ϵ dell'asse dello stesso ad un valore δ ricavabile dalla stessa figura:

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{\operatorname{tg} \epsilon (1 + \operatorname{tg}^2 \nu)}{1 - \operatorname{tg}^2 \nu \operatorname{tg}^2 \epsilon}.$$

Poiché in pratica si tratta di angoli ϵ piccoli, il denominatore si può approssimare ad 1, essendo $\operatorname{tg}^2 \epsilon$ trascurabile; ne risulta che per un errore angolare ϵ costante (del cristallo e della stratolinea equatoriale), l'angolo misurato su un fotogramma di stratolinea superiore sarà tanto più esagerato quanto maggiore è l'angolo ν . Infatti ciò che interessa è di avere il più alto possibile l'angolo ν , senza che la tecnica di ripresa in sé abbia una particolare importanza, tanto che potrebbe essere preferibile la geometria di « raggio normale » se non vi fosse l'inconveniente dell'allungamento delle macchie che cresce proporzional-

mente a $\operatorname{tg} \nu$; è perciò preferibile usare la tecnica dell'equi-inclinazione, in quanto è quella che offre il miglior compromesso fra l'altezza ν del livello sull'equatore e l'allungamento delle macchie, sempre presente ma molto più ridotto che con gli altri metodi.

In particolare, facendo l'esempio di un errore ε di 1° , si avrà un'amplificazione di tale angolo ad un valore $\delta = 2^\circ$ per un angolo ν di circa 45° , mentre si raggiunge un δ di $2,5^\circ$ per un ν di circa 50° , angoli ben raggiungibili con i moderni goniometri, i quali permettono inclinazioni μ di oltre $\pm 50^\circ$.

MISURA DELLA COSTANTE.

Quando l'angolo del goniometro differisce anche di piccole quantità dall'angolo di equi-inclinazione, i riflessi aventi piccola coordinata Υ (le notazioni in questo articolo sono le stesse che in Buerger [2]) si trovano fuori dalla posizione corretta, portando così un errore nel fattore di Lorentz. In particolare le stratolinee «centrali» ($\Upsilon = 2\omega$ per la maggior parte degli strumenti) risultano scostarsi dalla forma rettilinea come nella fig. 164 di Buerger: nel caso in cui l'angolo di posizionamento del goniometro sia maggiore di

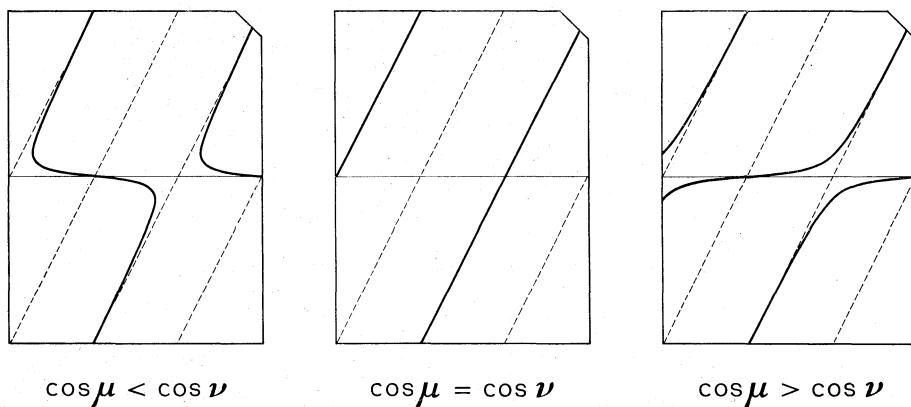


Fig. 2. - Andamento delle stratolinee «centrali» per un angolo μ rispettivamente troppo piccolo, corretto, troppo grande.

quello di equi-inclinazione si ha $\cos \mu > \cos \nu$, cioè si tende verso la geometria detta di «cono piatto»; viceversa per angoli minori di quello di equi-inclinazione, per i quali $\cos \mu < \cos \nu$, ci si avvicina verso il caso del «raggio normale». È da notare che per uno scostamento infinitesimo dalla condizione di equi-inclinazione ($\cos \mu = \cos \nu$) il punto d'intersezione fra la retta $\Upsilon = 0$ e la curva $d = 0$ (che nell'equi-inclinazione coincide con $\Upsilon = 2\omega$) si sposta della quantità finita $\omega = \pm 90^\circ$, ed è su questo che si basa la sensibilità del metodo (fig. 2).

Dalle figg. 132, 160 e 164 di Buerger (dalle quali è derivata la fig. 2) si nota che al variare dell'inclinazione è pure variabile la pendenza del flesso delle stratolinee centrali nel punto di intersezione con la retta $\Upsilon = 0$ (punto di incidenza del raggio diretto). Sarebbe però quanto mai disagiata fare la misura della pendenza di tale flesso in una zona che spesso per ragioni strumentali è in ombra e dove i riflessi sono quanto mai radi.

Sayre [3] ha dato una correzione quantitativa per risalire al μ corretto, dagli scostamenti dei riflessi dalla linea retta:

$$d\mu = \frac{\xi}{\zeta} d\omega,$$

la quale può ritenersi sufficientemente precisa per angoli piccoli, come accade praticamente.

Come notato da Sayre, per i fotogrammi di orientazione è conveniente restringere il più possibile il campo di traslazione della pellicola in modo da raccogliere solo pochissimi riflessi della stratolinea centrale interessata: normalmente sono sufficienti tre-quattro riflessi, oppure solo due quando si ricorra all'uso di una sagoma trasparente che abbia tracciate le rette $\Upsilon = 0$ e $\Upsilon = 2\omega$. Con un numero molto piccolo di fotogrammi (2 — 3 in media) e con pose brevissime (pochi minuti) si arriva a rendere pressoché perfetto l'allineamento dei riflessi. È opportuno estendere le misure a tutte le stratolinee registrabili con l'apparecchio, allo scopo di disporre del massimo numero di dati, ed anche perché si ha una maggiore precisione del metodo per stratolinee alte, come è evidente dalla relazione che regola l'equi-inclinazione (Buerger, pag. 293):

$$(1) \quad \mu_e = \sin^{-1} \left(\frac{\zeta}{2} \right).$$

Poiché la maggior parte degli apparecchi commerciali ha il cerchio orizzontale diviso in gradi, con due noni che danno il decimo (6 minuti), è possibile contenere l'errore di lettura entro qualche minuto primo. L'errore sulla costante reciproca risulta:

$$d\zeta = 2 \cos \mu d\mu,$$

cioè facendo il caso favorevole di una costante di 10 \AA , e di un errore $d\mu$ di $3'$ sul 10° livello, l'errore sulla costante risulta $0,007 \text{ \AA}$.

Una volta che per ogni livello si sia trovato il μ di equi-inclinazione, e lo si sia corretto degli errori strumentali in base alla taratura del cerchio, si risale immediatamente alla costante reticolare sull'asse di rotazione per mezzo della formula (1) sopra riportata.

Dai vari valori della costante così ottenuti si può risalire ad un valore medio, attribuendo a ciascuna determinazione un peso crescente al crescere di μ , in modo da tener conto della variazione di sensibilità del metodo, a cui si è già accennato. Naturalmente, come si è notato all'inizio di questo articolo,

è necessario ricorrere ad una preventiva taratura del cerchio con uno standard, allo scopo di ovviare ad errori non correggibili con l'attuale geometria dell'apparecchio: eccentricità dell'asse verticale, imprecisioni nella divisione del cerchio, spostamento dello zero, cristallo non giacente sull'asse verticale.

BIBLIOGRAFIA.

- [1] *International Tables for X-ray Crystallography*, vol. III, Kynoch Press, Birmingham (1962).
- [2] M. J. BUERGER, *X-ray Crystallography*, John Wiley, New York (1942).
- [3] D. SAYRE, *A method for setting the equi-inclination angle*, «Acta Cryst.», 7, 516 (1954).