



Univerzitetna založba
Univerze v Mariboru

Matjaž Kristl

Janja Stergar

Strukturna kemija

Navodila
za vaje



Univerza v Mariboru

Fakulteta za kemijo
in kemijsko tehnologijo

Strukturna kemija

Navodila za vaje

Avtorja

Matjaž Kristl

Janja Stergar

Maj 2026

Naslov <i>Title</i>	Strukturna kemija <i>Structural Chemistry</i>
Podnaslov <i>Subtitle</i>	Navodila za vaje <i>Laboratory Course Manual</i>
Avtorja <i>Authors</i>	Matjaž Kristl (Univerza v Mariboru, Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo) Janja Stergar (Univerza v Mariboru, Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo)
Recenzija <i>Review</i>	Mojca Slemnik (Univerza v Mariboru, Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo)
Lektoriranje <i>Language editing</i>	Ana Ambrož
Tehnična urednika <i>Technical editors</i>	Marina Bajić (Univerza v Mariboru, Univerzitetna založba) Jan Perša (Univerza v Mariboru, Univerzitetna založba)
Oblikovanje ovitka <i>Cover designer</i>	Jan Perša (Univerza v Mariboru, Univerzitetna založba)
Grafike na ovitku <i>Cover graphics</i>	Background, avtor: robert1029, pixabay.com, 2020
Grafične priloge <i>Graphic material</i>	Vsi viri so lastni, če ni navedeno drugače. Stergar, Kristl (avtorja), 2026
Založnik <i>Published by</i>	Univerza v Mariboru Univerzitetna založba Slomškovo trg 15, 2000 Maribor, Slovenija https://press.um.si , zalozba@um.si
Izdajatelj <i>Issued by</i>	Univerza v Mariboru Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo Smetanova ulica 17, 2000 Maribor, Slovenija https://fkkt.um.si , fkkt@um.si
Izdaja <i>Edition</i>	Prva izdaja
Vrsta publikacije <i>Publication type</i>	E-knjiga
Izdano <i>Published at</i>	Maribor, Slovenija, maj 2026
Dostopno na <i>Available at</i>	https://press.um.si/index.php/ump/catalog/book/1119



© Univerza v Mariboru, Univerzitetna založba
/ University of Maribor, University Press

Besedilo © Kristl, Stergar (avtorja), 2026

To delo je objavljeno pod licenco Creative Commons Priznanje avtorstva-Nekomercialno-Brez predelav 4.0 Mednarodna. / *This work is licensed under the Creative Commons Attribution-NonCommercial-NoDerivs 4.0 International License.*

Uporabnikom je dovoljeno reproduciranje brez predelave avtorskega dela, distribuiranje, dajanje v najem in priobčitev javnosti samega izvirmega avtorskega dela, in sicer pod pogojem, da navedejo avtorja in da ne gre za komercialno uporabo.

Vsa gradiva tretjih oseb v tej knjigi so objavljena pod licenco Creative Commons, razen če to ni navedeno drugače. Če želite ponovno uporabiti gradivo tretjih oseb, ki ni zajeto v licenci Creative Commons, boste morali pridobiti dovoljenje neposredno od imetnika avtorskih pravic.

<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>

CIP - Kataložni zapis o publikaciji
Univerzitetna knjižnica Maribor

54/075.8) (0.034.2)

KRISTL, Matjaž

Strukturna kemija [Elektronski vir] : navodila za vaje / Matjaž Kristl, Janja Stergar. - 1. izd. - E-publikacija. - Maribor : Univerza v Mariboru, Univerzitetna založba, 2026

Način dostopa (URL): <https://press.um.si/index.php/ump/catalog/book/1119>

ISBN 978-961-299-148-7 (PDF)

doi: 10.18690/um.fkkt.5.2026

COBISS.SI-ID 277548035

ISBN 978-961-299-148-7 (pdf)

DOI <https://doi.org/10.18690/um.fkkt.5.2026>

Cena Brezplačni izvod

Odgovorna oseba založnika Prof. dr. Zdravko Kačič
For publisher rektor Univerze v Mariboru

Citiranje Kristl, M., Stergar, J. (2026). *Strukturna kemija: Navodila za vaje*. Univerza v Mariboru, Univerzitetna
Attribution založba. doi: 10.18690/um.fkkt.5.2026

Kazalo

1. VAJA: Podhlajene tekočine	1
Teoretske osnove	1
Namen vaje.....	2
Kemikalije in steklovina	2
Potek dela	3
Dodatno branje.....	5
2. VAJA: Kristalizacija NaCl v prisotnosti uree.....	7
Teoretske osnove	7
Namen vaje.....	8
Kemikalije in steklovina	8
Potek dela	8
Dodatno branje.....	9
3. VAJA Uporaba rentgenskega praškovega difraktometra za kvalitativno analizo vzorcev	11
Teoretske osnove	11
Namen vaje.....	15
Kemikalije in steklovina	15
Potek dela	15
4. VAJA: Določanje sestave binarnega vzorca z uporabo rentgenskega praškovega difraktometra	17
Teoretske osnove	17
Namen vaje.....	19
Kemikalije in steklovina	19
Potek dela	19
Literatura.....	21

1. VAJA:

Podhlajene tekočine

Teoretske osnove

Teočine ne zmrznejo vedno pri svoji teoretični temperaturi zmrzišča (npr. voda pri 0 °C), če nimajo na razpolago ustreznih kristalizacijskih jeder. Vodo, ohlajeno pod temperaturo zmrzišča, imenujemo *podhlajena* voda. Če znižujemo temperaturo čiste vode, ta lahko še nekaj časa ne zmrzne, tudi če jo ohladimo globoko pod ničlo. Če v podhlajeno vodo vržemo kristalček ledu, bo voda v trenutku začela zmrzovati in se spreminjati v led. Ta ledeni kristalček vodnim molekulam »posreduje informacijo«, kako se pravilno urediti, da lahko nastane led. Tudi druge trdne snovi lahko delujejo kot kristalizacijska jedra in povzročijo *heterogeno nukleacijo* – hitro zmrzovanje podhlajene vode. Zelo čisto vodo v zelo čisti posodi lahko ohladimo do temperature približno -48 °C, ko nastopi *homogena nukleacija*.



Slika 1: Zamrzovanje podhlajene vode

Vir: lasten.

Namen vaje

Raziskati podhlajevanje vode. Ugotoviti, do katere temperature lahko vodo podhladimo, ne da bi zmrznila, kako se pri podhlajevanju obnašajo različne vrste vode (demineralizirana, vodovodna, mineralna), kako predhodno prekuhavanje vpliva na zamrzovanje vode ter ugotoviti vpliv dodatka različnih kristalizacijskih jeder.

Kemikalije in steklovina

- demineralizirana voda
- vodovodna voda
- mineralna voda
- led
- tehtnica
- NaCl
- zrno peska
- steklena palčka
- električni grelnik
- magnetno mešalo
- več manjših čaš (100 - 150 mL)

- plastična posoda
- dve plastenki volumna 500 mL
- digitalni termometri
- laboratorijske žličke
- urno steklo

Potek dela

1. del vaje: Zamrzovanje demineralizirane vode

Na začetku vaje napolnite dve plastenki s prostornino 500 mL z demineralizirano vodo in ju previdno položite v zamrzovalnik za približno 1 uro in 45 minut. Po pretečenem času ju previdno vzamite iz zmrzovalnika, pri tem pa se izogibajte stresanju in sunkovitim gibom.

Z eno od plastenk nato močno udarite po delovnem pultu. Gibanje molekul poveča verjetnost za homogeno nukleacijo in povzroči zmrzovanje podhlajene vode. Vsebinsko druge plastenke previdno v tankem curku zlijte v večje urno steklo, na katerega ste predhodno položili košček ledu. Podhlajena tekočina ob stiku z ledom zmrzne v obliki »kapnika«. Dokumentirajte in komentirajte opažanja.

2. del vaje: Podhlajevanje različnih vzorcev vode

V tri steklene čaše nalijte približno 30 mL demineralizirane, vodovodne in mineralne vode. Pripravite 400 mL nasičene raztopine NaCl (topnost NaCl v vodi je pri sobni temperaturi približno 36 g / 100 g H₂O). Natehtajte preračunano maso NaCl in ji dodajte preračunan volumen vode, pri čemer upoštevajte 10 % prebitek NaCl. Raztopino mešajte na magnetnem mešalu vaj 15 minut. Na dnu čaše mora ostati prebitek neraztopljene snovi – v nasprotnem primeru dodajte še nekaj NaCl.

Belo plastično posodo do 2/3 višine napolnite z ledom, ki ste ga predhodno fino zdrobili, in dodajte 150 mL nasičene raztopine NaCl. S termometrom izmerite temperaturo pripravljene hladilne mešanice. Temperatura mora doseči vsaj $-13\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Nato v belo plastično posodo vstavite manjše čaše z demineralizirano, vodovodno in mineralno vodo. Namestite jih tako, da bo led ob vseh straneh čaš, saj bo tako dosežena čim nižja temperatura okolice. V vsako čašo vstavite termometer, pritrjen na stojalo, pri

čemer se termometer ne sme dotikati stene ali dna čaše. Spremljajte potek spreminjanja temperature v vseh treh čašah. Zabeležite, do katere temperature lahko vodo podhladite, ne da bi nastopila kristalizacija ter spremljajte tudi čas. Opazujte, kako se temperatura spremeni ob kristalizaciji. Vsako meritev izvedite v dveh paralelkah! Dokumentirajte in komentirajte opažanja.

3. del vaje: Podhlajevanje predhodno prekuhanih vzorcev vode

Ponovite drugi del vaje z demineralizirano, vodovodno in mineralno vodo, ki ste jo predhodno prekuhali (naj vre vsaj 5 minut) in nato ohladili na sobno temperaturo v večji čaši z vodovodno vodo.

V tri steklene čaše nalijte približno 30 mL prekuhane in ohlajene demineralizirane, vodovodne in mineralne vode.

Belo plastično posodo do 2/3 višine napolnite s fino zdrobljenim ledom in dodajte 150 mL nasičene raztopine NaCl, ki jo še dodatno posolite z NaCl (kuhinjska sol). S termometrom izmerite temperaturo pripravljene hladilne mešanice. Temperatura mora doseči vsaj $-13\text{ }^{\circ}\text{C}$.

V pripravljeno posodo vstavite manjše čaše s prekuhano demineralizirano, vodovodno in mineralno vodo. Namestite jih tako, da bo led ob vseh straneh čaš in da bo temperatura okolice čim nižja. V vsako čašo vstavite termometer, pritrjen na stojalo, pri čemer se termometer ne sme dotikati stene ali dna čaše. Spremljajte potek spreminjanja temperature v vseh treh čašah. Zabeležite, do katere temperature in v kolikšnem času lahko vodo podhladite, ne da bi nastopila kristalizacija. Opazujte, kako se temperatura spremeni ob kristalizaciji.

Dokumentirajte in komentirajte opažanja. Rezultate primerjajte z rezultati, dobljenimi v drugem delu vaje.

4. del vaje: Vpliv raznih dodatkov na kristalizacijo

Belo plastično posodo do 2/3 višine napolnite s fino zdrobljenim ledom in dodajte trdni NaCl (kuhinjska sol), v razmerju 1:1. S termometrom izmerite temperaturo nastale mešanice. Temperatura mora doseči vsaj $-12\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Tri čaše z demineralizirano vodo na mešanici led - sol ohladite do temperature vsaj $-3\text{ }^{\circ}\text{C}$ oziroma $-5\text{ }^{\circ}\text{C}$ (lahko tudi nižje, vendar pazite, da ne pride do spontane kristalizacije). V prvo čašo dodajte majhen košček ledu in opazujte dogajanje. V drugo čašo dodajte zrno peska in opazujte dogajanje. V tretji čaši poskusite sprožiti kristalizacijo z mešanjem s stekleno palčko.

Dogajanja si pri vseh delih vaje zapisujte, beležite in opažanja komentirajte.

Dodatno branje

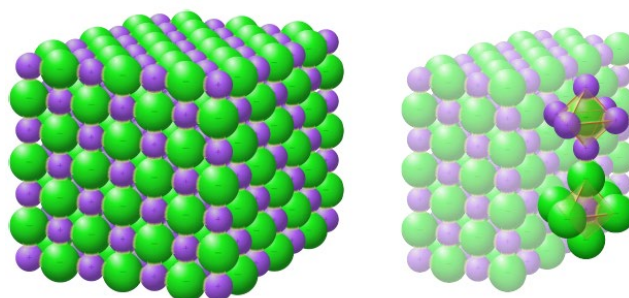
- Krnc, K. Izbrani termodinamični poskusi : znižanje ledišča vode s soljo in podhlajena voda, 2014., Repozitorij Univerze v Ljubljani (<https://repozitorij.uni-lj.si/IzpisGradiva.php?lang=slv&id=29738>) [Dostopano februar 18, 2026].
- Tournier, R. F. Homogeneous nucleation of phase transformations in supercooled water. *Physica B: Condensed Matter*, 579 (2020) 411895. <https://doi.org/10.1016/j.physb.2019.411895>
- Li, T., Donadio, D., Russo, G., Galli, G. Homogeneous ice nucleation from supercooled water. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 13(44) (2011) 19807–19813. <https://doi.org/10.1039/C1CP22167A>
- Heneghan, A. F., Wilson, P. W., & Haymet, A. D. J. Heterogeneous nucleation of supercooled water, and the effect of an added catalyst. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 99(15) (2002) 9631–9634. <https://doi.org/10.1073/pnas.152253399>

2. VAJA:

Kristalizacija NaCl v prisotnosti uree

Teoretske osnove

Kristalizacija iz raztopin spada med osnovne pojave, ki imajo velik pomen v znanosti in industriji. NaCl kristalizira v ploskovno centrirani kubični strukturi, ki predstavlja enega od najpreprostejših načinov »pakiranja« ionov v kristalni strukturi. NaCl iz vodnih raztopin navadno kristalizira v obliki kock, kar ustreza njegovi kristalni zgradbi (rast kristalov vzdolž ploskev $\{100\}$). Že več kot dve stoletji pa je znano, da NaCl iz raztopin, ki vsebujejo ureo (in še nekatere spojine, npr. formamid), kristalizira v obliki oktaedrov (rast kristalov vzdolž ploskev $\{111\}$). Kljub temu so teoretske osnove tega pojava še danes slabo raziskane.



Slika 2: Kubična in oktaedrična oblika NaCl

Vir: Crystal structure of NaCl with ionic bonds, avtor: Goran_tek-en, Wikicommons.org, 2021.

Namen vaje

Raziskati vpliv dodatkov na kristalizacijo NaCl. Ugotoviti vpliv različnih dodatkov in njihovih koncentracij na obliko kristalov NaCl.

Kemikalije in steklovina

- demineralizirana voda
- NaCl
- urea
- $K_4[Fe(CN)_6]$
- magnetno mešalo
- lij
- filter papir
- čaša 500 - 1000 mL
- več čaš (200 - 250 mL)
- laboratorijske žličke
- urna stekla
- steklena palčka
- pinceta

Potek dela

Pripravite 400 mL nasičene raztopine NaCl (topnost NaCl v vodi je pri sobni temperaturi približno 36 g / 100 g H₂O, gostota nasičene raztopine pa 1,2 g/mL). Preračunanemu volumnu vode dodajte maso NaCl z 10 % prebitkom ter raztopino mešajte na magnetnem mešalu vaj 15 minut. Na dnu čaše mora ostati prebitek neraztopljenega NaCl – v nasprotnem primeru dodajte še nekaj NaCl. Raztopino filtrirajte skozi filter papir, da odstranite neraztopljeni NaCl. Filtrat razdelite v več manjših čaš tako, da bo v vsaki enak volumen raztopine (\approx 50 mL).

- Čaša 1 je kontrolna: pustite jo na zraku, da topilo počasi izpareva. Dnevno spremljajte izločanje NaCl in lepo oblikovane kristale s pinceto previdno odstranite iz raztopine.
- V čaše 2, 3 in 4 dodajte različne množine uree, tako da bodo koncentracije uree približno 10 %, 20 % in 30 %. Pomagajte si z magnetnim mešalom. Po raztapljanju

uree raztopino ponovno filtrirajte skozi filter papir in filtrate pustite na zraku, kot je opisano v točki a).

- c) V čaši 5 in 6 nasičeni raztopini dodajte $K_4[Fe(CN)_6]$, tako da bosta koncentraciji $K_4[Fe(CN)_6]$ 1 % in 5 %. Pomagajte si z magnetnim mešalom. Po raztapljanju $K_4[Fe(CN)_6]$ raztopine ponovno filtrirajte skozi filtrirni papir in filtrate pustite na zraku, kot je opisano v točki a).

Čaše z nastavljenimi raztopinami jasno označite in jih pustite na laboratorijskem pultu. Vsak dan (v obdobju enega tedna) naj vsaj en član skupine spremlja in dokumentira raztopine ter opazuje kristalizacijo. Ko nastanejo kristali velikosti nekaj milimetrov, jih s pinceto previdno odstranite iz raztopine, odstranite matično lužino s previdnim dotikom koščka papirnate brisače in kristale položite na urno steklo. Opazujte razlike v obliki kristalov. Raztopine oziroma nastale kristale vsakodnevno fotografirajte.

Dodatno branje

Radenović, N., van Enkevort, W., Verwer, P., Vlieg, E. Growth and characteristics of the {111} NaCl crystal surface grown from solution. *Surface Science* 523 (2003) 307-315. [https://doi.org/10.1016/S0039-6028\(02\)02463-9](https://doi.org/10.1016/S0039-6028(02)02463-9)

Gupta, S., Pel, L., Steiger, M., Kopinga, K. The effect of ferrocyanide ions on sodium chloride crystallization in salt mixtures. *Journal of Crystal Growth* 410 (2015) 7-13. <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2014.10.018>

3. VAJA

Uporaba rentgenskega praškovega difraktometra za kvalitativno analizo vzorcev

Teoretske osnove

Rentgenska praškova difrakcija (XRD; X-ray Powder Diffraction) je metoda, s katero kvalitativno in kvantitativno analiziramo kristalinične materiale v obliki prahu, prav tako pa se lahko uporablja za analizo grobozrnatih materialov. Gre za eno najpomembnejših metod za karakterizacijo snovi v kemiji trdnega stanja.

Rentgenski žarki so elektromagnetno valovanje, ki ob interakciji s snovjo povzročajo nihanje elektronov. Nihajoči elektroni nato oddajajo sekundarno elektromagnetno valovanje v vseh smereh, kar imenujemo sipanje. V kristalih, kjer so atomi in s tem elektroni razporejeni periodično, pride do interference sipanega valovanja. Zaradi te lastnosti so rentgenski žarki primerni za določanje kristalne strukture. Če je izpolnjen geometrijski pogoj, opisan z Braggovim zakonom, pride do uklona rentgenskih žarkov. Nastali uklonski žarki potujejo v določenih smereh in njihovo jakost zazna detektor.

Braggov zakon izrazimo kot:

$$(n \cdot \lambda) = 2 \cdot d \cdot \sin\theta \quad (3.1)$$

kjer so:

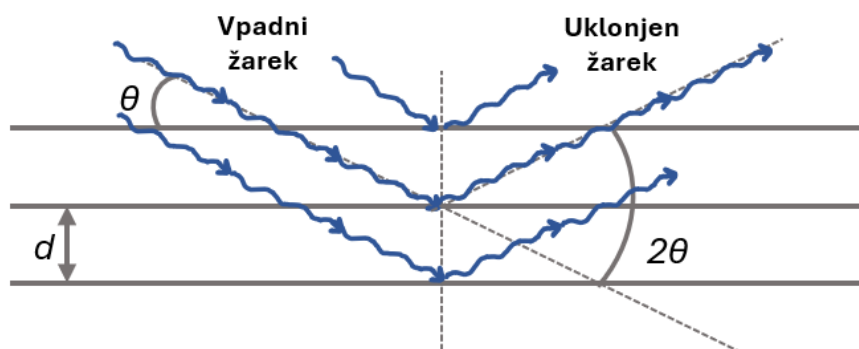
n - naravno število,

λ - valovna dolžina rentgenskih žarkov,

d - razdalja med ravninami v kristalni mreži

θ - kot med smerjo vpadne svetlobe in mrežno ravnino.

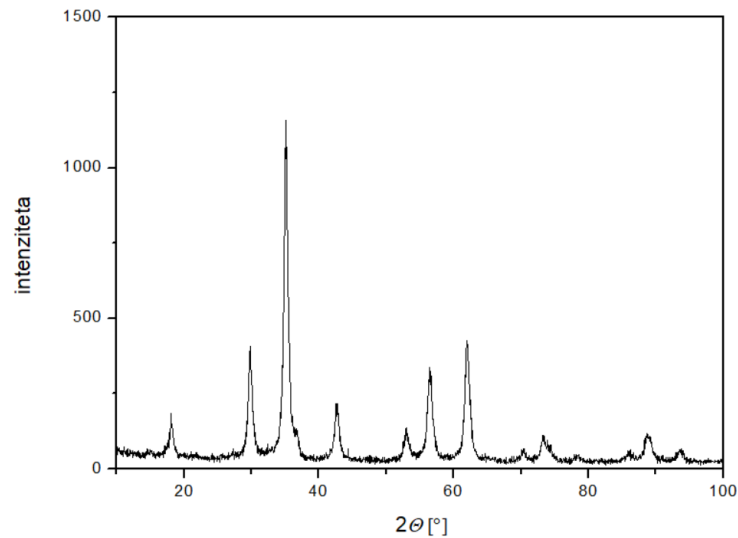
Pri praškovni rentgenski difrakciji je analizirani vzorec običajno v obliki finega prahu, zato so kristali naključno orientirani. Da pride do uklona rentgenskih žarkov, mora biti del kristalov orientiran tako, da njihove kristalne ravnine z vpadnim žarkom oklepajo kot θ , pri čemer je izpolnjen Braggov zakon.



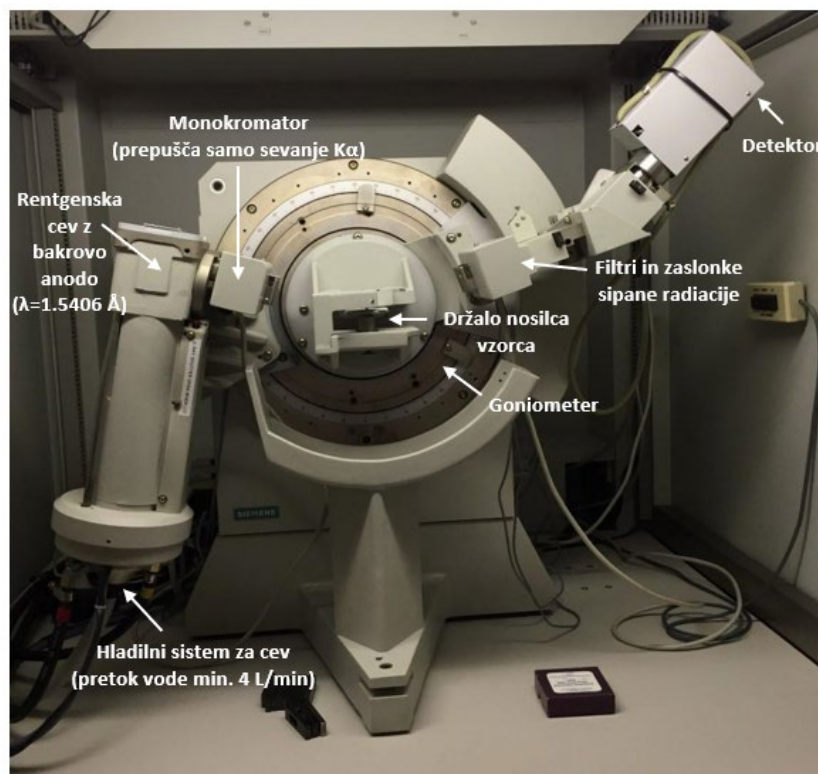
Slika 3: Prikaz Braggovega zakona

Vir: lasten.

Uklonjeni žarek tvori z vpadnim žarkom kot 2θ , ki ga imenujemo uklonski kot. Osnova aparature izvedbe difraktometrijske metode je, da je vzorec nameščen v središču merilnega kroga, detektor pa se giblje po tem krogu in zaznava uklonjeno rentgensko sevanje. Med meritvijo se vzorec vrti s polovično kotno hitrostjo detektorja, tako da se vpadni kot rentgenskega žarka ves čas spreminja. Rezultat meritve je difraktogram, ki prikazuje intenziteto uklonjenega rentgenskega sevanja v odvisnosti od kota 2θ . Iz oblike difraktograma lahko ocenimo, ali je snov amorfna, delno kristalinična ali kristalinična. S primerjavo položajev intenzitet uklonskih vrhov z referenčno bazo (PDF- *Powder Diffraction File*) lahko določimo, za katero snov gre.



Slika 4: Difraktogram, ki prikazuje intenziteto svetlobe v odvisnosti od uklonjenega kota
Vir: lasten.

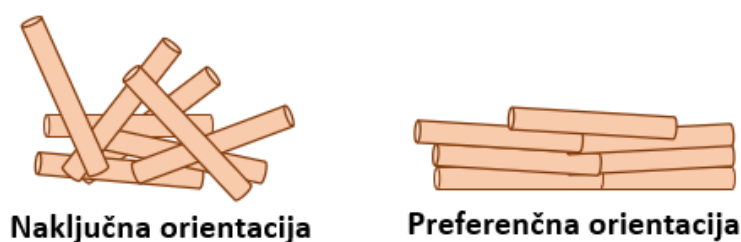


Slika 5: Praškovi difraktometer Bruker/Siemens D5005
Vir: lasten.

Pravilna priprava vzorca je bistvenega pomena za pridobitev kakovostnih podatkov. Pogosta napaka pri rentgenskih praškovnih meritvah je merjenje premalo uprašene vzorca, kar je še posebej problematično pri anizotropnih kristalih. Difraktogram, posnet na ta način, lahko kaže nekatere uklonske vrhove preveč poudarjene, drugi so prešibki ali

celo povsem odsotni. Vir napak je lahko tudi nepravilen nanos vzorca, na primer v obliki predebele plasti, kar je mogoče delno popraviti z uporabo ustreznih programskih orodij za obdelavo podatkov.

Preferenčna orientacija nastane, kadar imajo kristaliti v prašku težnjo, da se usmerijo v določeno smer. Naključna orientacija delcev je dosežena le, če so delci približno kroglaste oblike. V realnih vzorcih je preferenčna orientacija skoraj vedno prisotna, zato so izmerjene intenzitete uklonskih vrhov lahko popačene.



Slika 6: Vpliv orientacije kristalov

Vir: lasten.

Pri meritvah so na voljo različni nosilci vzorcev. Standardni nosilci omogočajo enostavno in ponovljivo pripravo prašnih vzorcev, na primer geoloških materialov. Masivni vzorci (npr. kovanci) se v globljih nosilcih namestijo na ustrezno višino, s čimer se zagotovi pravilna lega vzorca v merilnem položaju in prepreči zamik uklonskih vrhov. Na voljo so jekleni nosilci z različno globino ležišča, prilagojeni bodisi prašnim bodisi masivnim vzorcem. Farmacevtske spojine in drugi šibko absorbirajoči materiali se pripravljajo na silicijevih nosilcih z nizkim prispevkom k ozadju, s čimer zmanjšamo vpliv nosilca na difraktogram in omejimo razširitev uklonskih vrhov. Vzorce, občutljive na zrak ali vlago, lahko zaščitimo z nepredušno zaprtimi nosilci, pri čemer vzorec prekrijemo, na primer, s Kaptonovo folijo. Ti nosilci hkrati zmanjšujejo izpostavljenost operaterja nevarnim snovem. Na voljo so kot standardni nosilci ali kot nosilci z vstavkom iz silicija. Nosilci za pripravo z metodo polnjenja z zadnje strani (ang. backloading) zmanjšujejo učinke preferenčne orientacije, saj izboljšajo naključno razporeditev kristalov [1].

Namen vaje

Raziskati vpliv priprave vzorca na kakovost meritve. Ugotoviti vpliv velikosti kristalitev, količine vzorca in uporabljenega nosilca na rezultate meritve.

Kemikalije in steklovina

- natrijev karbonat dekahidrat, $\text{Na}_2\text{CO}_3 \times 10\text{H}_2\text{O}$
- ahatna terilnica
- spatula
- izopropanol
- različni nosilci vzorca za RTG: Si-monokristal, polipropilenski nosilec

Potek dela

Natrijev karbonat dekahidrat brez predhodne priprave nanesite na polipropilenski nosilec po navodilih asistenta in izvedite meritev s pomočjo rentgenskega praškovega difraktometra. Nato natrijev karbonat dekahidrat zdrobite v fin prah in ponovite meritev na polipropilenskem nosilcu ter na Si nosilcu.

Primerjajte rezultate in komentirajte opažanja.

4. VAJA:

Določanje sestave binarnega vzorca z uporabo rentgenskega praškovega difraktometra

Teoretske osnove

Rentgenska praškova difrakcija (XRD; angl. X-ray Powder Diffraction) poleg kvalitativne omogoča tudi semikvantitativno delo, med drugim ocenjevanje sestave binarnih in celo ternarnih mešanic praškastih kristaliničnih vzorcev. V uporabi sta dve metodi: pri prvi merimo višine uklonskih vrhov na difraktogramih, pri drugi pa površine pod vrhovi. Razmerje med višinami oziroma površinami vrhov ustreza razmerju množinskih deležev obeh komponent:

$$\frac{h_1}{h_2} = konst \times \frac{x_1}{x_2} \quad (4.1)$$

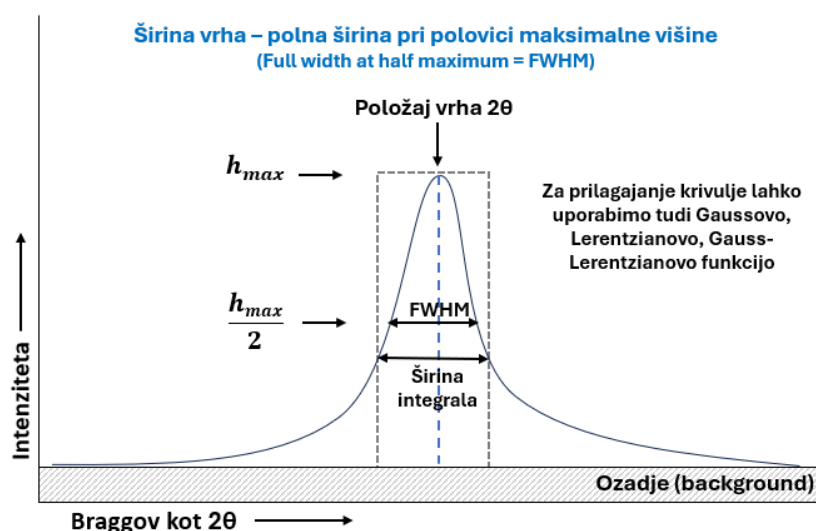
$$\frac{A_1}{A_2} = konst \times \frac{x_1}{x_2} \quad (4.2)$$

Pri tem h_1 in h_2 predstavljata višini uklonskih vrhov za komponenti 1 in 2, A_1 in A_2 površini ustreznih vrhov, x_1 in x_2 pa množinska deleža komponent 1 in 2.

Umeritveno krivuljo pripravimo tako, da na os x nanašamo razmerje množinskih deležev posameznih komponent v zmesi (x_1/x_2), na os y pa razmerje intenzitet izbranih uklonskih vrhov, in sicer bodisi razmerje višin vrhov (h_1/h_2) bodisi razmerje površin vrhov (A_1/A_2).

Pri določanju višin in površin vrhov lahko uporabimo dva načina vrednotenja. Izbiramo lahko med maksimalno višino ali neto višino vrha (max height / net height) ter med celotno ali neto površino vrha (max area / net area), pri čemer neto vrednosti upoštevajo odšteto ozadje.

Uporaba površin vrhov je praviloma primernejša, saj površina bolje odraža celoten prispevek uklona in je manj občutljiva na morebitne spremembe oblike ali širine vrha. Višine vrhov so lahko bolj občutljive na razširitev vrhov, instrumentalne vplive ali prekrivanje signalov, zato so primernejše predvsem v primerih dobro ločenih in simetričnih vrhov [2].



Slika 8: Shema uklonskega vrha z označenimi parametri za analizo difraktograma, vključno s FWHM, položajem vrha in ozadjem

Vir: lasten.

Tabela 1: Primer rezultatov dobljenih s praškovnim difraktometrom (Bruker/Siemens D5005) za binarni vzorec NaCl : Na₂CO₃.

n(NaCl) : n(Na ₂ CO ₃)	1 : 2	1 : 1	2 : 1	Neznan vzorec
h_{max} (NaCl)	1404 Cps	1635 Cps	4077 Cps	2177 Cps
h_{max} (Na ₂ CO ₃)	1267 Cps	738 Cps	864 Cps	660 Cps
h_{net} (NaCl)	1377 Cps	1595 Cps	3957 Cps	2106 Cps
h_{net} (Na ₂ CO ₃)	1243 Cps	690 Cps	836 Cps	647 Cps
A_{max} (NaCl)	438	545	1144	620
A_{max} (Na ₂ CO ₃)	337	204	207	147
A_{net} (NaCl)	429	533	1132	612
A_{net} (Na ₂ CO ₃)	330	195	193	142

Namen vaje

Pripraviti umeritveno krivuljo za sistem NaCl: Na₂CO₃ (sol 1 : sol 2) ter določiti sestavo neznanega vzorca.

Kemikalije in steklovina

- sol 1 (NaCl)
- sol 2 (Na₂CO₃)
- ahatna terilnica
- spatula
- izopropanol
- Si nosilec vzorca za rentgen

Potek dela

Obe soli v terilnici dobro zdrobite. Za umeritveno krivuljo pripravite mešanice z množinskimi razmerji $n(1) : n(2) = 2 : 1, 1 : 1$ in $1 : 2$ ter izmerite njihove difraktograme. Pri pripravi vzorca upoštevajte izkušnje iz 3. vaje. Z ustreznim programom po navodilih asistenta poiščite po en uklonski vrh, ki pripada komponenti 1, in en uklonski vrh, ki pripada komponenti 2. Če so vrhovi dobro ločeni, navadno za obe komponenti izberemo najmočnejši (najvišji) vrh. V primeru delnega prekrivanja vrhov raje izberemo drugi ali tretji najvišji vrh, ki je dobro ločen od ostalih. Pripravite dve umeritveni krivulji: na os x nanašajte razmerja množinskih deležev (x_1/x_2), na os y pa pri prvi krivulji razmerja višin izbranih vrhov (h_1/h_2), pri drugi pa razmerja površin izbranih vrhov (A_1/A_2). Krivuljo lahko izdelate ročno na milimetrski papir ali s pomočjo poljubnega računalniškega programa. Pod enakimi pogoji izmerite difraktogram neznanega vzorca in iz njega določite množinske in masne deleže posameznih komponent.

Literatura

- [1] Bruker, D6 Phaser <https://www.bruker.com/en/products-and-solutions/diffractometers-and-x-ray-microscopes/x-ray-diffractometers/d6-phaser.html>, 2024. [dostop, 22.04.2026]
- [2] S.R. Dickinson, K.M. McGrath, *Analyst* 2001, 126, 1118-1121. <https://doi.org/10.1039/B103004N>

STRUKTURNA KEMIJA:

NAVODILA ZA VAJE

MATJAŽ KRISTL, JANJA STERGAR

Univerza v Mariboru, Fakulteta za kemijo in kemijsko tehnologijo, Maribor, Slovenija
matjaz.kristl@um.si, janja.stergar@um.si

Navodila za laboratorijske vaje pri predmetu Strukturna kemija obsegajo štiri eksperimente, povezane s kristalizacijo in analizo kristaliničnih snovi. Prva vaja obravnava podhlajene tekočine, kjer študenti raziskujejo zmrzovanje vode pod temperaturo zmrzišča ter vpliv nečistoč, kristalizacijskih jeder in predhodnega prekuhavanja na proces nukleacije. Druga vaja proučuje kristalizacijo NaCl v prisotnosti dodatkov, predvsem uree, ki lahko spremeni obliko kristalov iz kubične v oktaedrično; spremlja se tudi vpliv koncentracije dodatkov. Tretja vaja predstavlja uporabo rentgenske praškovne difrakcije (RTG) za kvalitativno analizo kristaliničnih materialov in poudarja pomen pravilne priprave vzorca za zanesljive rezultate. Pri četrti vaji študenti z uporabo RTG pripravijo umeritveno krivuljo za sistem NaCl–Na₂CO₃ ter na podlagi difraktogramov določijo sestavo neznanega binarnega vzorca.

DOI

[https://doi.org/
10.18690/um.fkkt.5.2026](https://doi.org/10.18690/um.fkkt.5.2026)

ISBN

978-961-299-148-7

Ključne besede:

strukturna kemija,
kristalizacija,
podhlajevanje tekočin,
rentgenska praškovna
difrakcija,
analiza kristalne strukture

DOI

[https://doi.org/
10.18690/um.fkkt.5.2026](https://doi.org/10.18690/um.fkkt.5.2026)

ISBN

978-961-299-148-7

Keywords:

structural chemistry,
crystallization,
supercooling,
x-ray powder diffraction
(XRD),
crystal structure analysis

STRUCTURAL CHEMISTRY: LABORATORY COURSE MANUAL

MATJAŽ KRISTL, JANJA STERGAR

University of Maribor, Faculty of Chemistry and Chemical Engineering, Maribor, Slovenia
matjaz.kristl@um.si, janja.stergar@um.si

The laboratory manual for the Structural Chemistry course describes four experiments focused on crystallization phenomena and the structural characterization of crystalline materials. The first experiment investigates supercooling of water, examining the conditions under which water can remain liquid below its freezing point and the influence of impurities, crystallization nuclei, and prior boiling on nucleation processes. The second experiment studies the crystallization of NaCl in the presence of additives, particularly urea, and evaluates how different additives and their concentrations affect the morphology of NaCl crystals. The third experiment introduces X-ray powder diffraction (XRD) as a method for the qualitative analysis of crystalline materials, with emphasis on proper sample preparation and factors influencing measurement quality. In the fourth experiment, XRD is used to construct a calibration curve for the NaCl–Na₂CO₃ system and to determine the composition of an unknown binary mixture based on diffraction peak intensities.



University of Maribor Press



Univerza v Mariboru

Fakulteta za kemijo
in kemijsko tehnologijo