A STUDY OF THE CRYSTAL STRUCTURE OF STEMONONE

Miss Supreya Sutakshuto

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements

for the Degree of Master of Science

Department of Physics

Graduate School

Chulalongkorn University

1972

117998967

การศึกษาโครงสร้างของผลึกสเต็มโมโนน

นางสาว สุปรียา สุทัศน์ชูโต

005872

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตร์มหาบัณฑิต
แผนกวิชาฟิสิกส์
บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
พ.ศ. 2515

Accepted by the Graduate School, Chulalongkorn University in partial fulfillment of the requirements for the Degree of Master of Science.

B. Tamthai

Dean of the Graduate School

Thesis Committee

Kop Kritayakirana Chairman

P. C. Nawapong

Dep Shivayathorn

N. Sukapaddhanaddhi

Thesis Supervisor

MR. PICHET C.NAWAPONG

Thesis Title: A Study of the Crystal Structure of Stemonone.

Name: Miss Supreya Sutakshuto, Department of Physics.

Academic Year: 1971

ABSTRACT

The unit cell dimensions of Stemonone crystal ($C_{19}H_{14}O_8$) was determined by taking rotation and Weissenberg photographs along [010] rotation axis giving the cell dimensions.

$a = 9.929 \pm .003$ Å, $\alpha = 92.800 \pm .004^\circ$,
$b = 12.730 \pm .003$ Å, $\beta = 104.583 \pm .004^\circ$,
$c = 8.221 \pm .003$ Å, $\gamma = 125.450 \pm .004^\circ$,
$V = 806.5$ (Å)^3.

and along [001] rotation axis giving the cell dimensions:

$a = 9.885 \pm .003$ Å, $\alpha = 90.000 \pm .004^\circ$,
$b = 12.764 \pm .003$ Å, $\beta = 104.045 \pm .004^\circ$,
$c = 8.210 \pm .003$ Å, $\gamma = 125.050 \pm .004^\circ$,
$V = 808.4$ (Å)^3.

Accurate unit cell dimensions were determined from x-ray powder photographs, taken with Guinier-Hagg type focusing powder camera, at 22 °C and monochromatized CrKα radiation. The cell constants were determined by the least squares refinement on the NEAC 2200 computer with the results

$a = 9.748 \pm .002 \text{Å}$, $\alpha = 90.956 \pm .004^{\circ}$,

$b = 12.866 \pm .002 \text{Å}$, $\beta = 103.566 \pm .003^{\circ}$,

$c = 8.198 \pm .002 \text{Å}$, $\gamma = 124.580 \pm .003^{\circ}$,

$V = 808.2 \ (\text{Å})^3$.

The crystal system is triclinic.

By using a microdensitometer the intensity of each reflection from the Integrating-Weissenberg photographs, multiple film technique, taken along the C rotation axis was measured. The measured intensities were corrected for the Lorentz and polarization factors and the observed structure factors were then calculated.

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การศึกษาโครงสร้างของผลึกสเต็มโมโนน

ชื่อ นางสาว สุปรียา สุทศัน์ชูโต แผนกวิชาฟิสิกส์

ปีการศึกษา 2514

บทคัดย่อ

การศึกษาค่าคงที่ของขนาดของหน่วยผลึก (Unit cell dimensions) ของผลึกสเต็มโมโนนซึ่งสกัดจากรากหนอนตายอยากด้วยรังสีเอกซ์ โดยวิธีโรเตชั่น (Rotation) และไวส์เซนเบอร์ก (Weissenberg) รอบแกน [010] ได้ค่าคงที่ต่างๆคือ

$a = 9.529 \pm .003$ อังสตรอม $\alpha = 92.800 \pm .004^\circ$

$b = 12.730 \pm .003$ อังสตรอม $\beta = 104.583 \pm .004^\circ$

$c = 8.221 \pm .003$ อังสตรอม $\gamma = 125.450 \pm .004^\circ$

$V = 806.5$ (อังสตรอม)^3

จากการถ่ายโดยวิธีเดียวกันรอบแกน [001] ได้ค่าคงที่ต่างๆดังนี้

$a = 9.885 \pm .003$ อังสตรอม $\alpha = 90.000 \pm .004^\circ$

$b = 12.764 \pm .003$ อังสตรอม $\beta = 104.045 \pm .004^\circ$

$c = 8.210 \pm .003$ อังสตรอม $\gamma = 125.050 \pm .004^\circ$

$V = 808.4$ (อังสตรอม)^3

ผลึกสเต็มโมโนนได้ถูกบดเป็นผงแล้วนำไปถ่ายแบบพาวเดอร์(Powder) ด้วยรังสีเอกซ์ เพื่อศึกษาขนาดของหน่วยผลึกอย่างละเอียด จากการคำนวนผลโดยใช้เครื่อง คอมพิวเตอร์ เอน อี เอ ซี 2200 (NEAC 2200) ปรากฏว่า ได้ค่าคงที่ต่างๆดังนี้

$a = 9.748 \pm .002$ อังสตรอม $\quad \alpha = 90.956 \pm .004^\circ$

$b = 12.866 \pm .002$ อังสตรอม $\quad \beta = 103.566 \pm .003^\circ$

$c = 8.198 \pm .002$ อังสตรอม $\quad \gamma = 124.580 \pm .003^\circ$

$V = 808.2$ (อังสตรอม)^3

นำภาพอินทีเกรด ไวส์เซนเบอร์ก (Integrating Weissenberg) ซึ่งถ่ายรอบแกน [001] โดยถ่ายครั้งละ 3 ฟิล์ม มาวัดความเข้มของแต่ละจุดบนฟิล์มด้วยเครื่องวัดความเข้มไมโครเดนสิโตมิเตอร์(Microdensitometer) แก้ค่าของความเข้มต่างๆที่วัดได้ให้ถูกต้องด้วยลอเรนซ์แฟคเตอร์ (Lorentz Factor)และโพลาไลซ์เซชั่น แฟคเตอร์ (Polarization Factor) แล้วคำนวณค่าสังเกตของสตรัคเจอร์แฟคเตอร์ (Observed Structure Factor) จากค่าความเข้มที่ได้แก้ให้ถูกต้องแล้วโดยใช้เครื่องคอมพิวเตอร์

ACKNOWLEDGEMENTS

The author would like to record her deep gratitude and indebtedness to Miss Supanich Pramatus for the supervision and for her interest of the present work.

She wishes to express her sincere thanks to Mr. Pichet C. Nawapong for his continuous interest, valuable help and discussions.

Appreciation is extended to Dr. Wijit Senghaphan for his kind assistance which enabled this work to be carried out. Her thanks are due also to Dr. Kopr Kritayakirana for his interest in this study, and for assistance in the preparation of the manuscript; to Dr. Dep Shiengthong and Mrs. Vichitra Uaprasert, of the Department of Chemistry, Chulalongkorn University, for supplying the Stemonone crystals, and for valuable informations.

She gratefully acknowledges the University Development Commission of the National Council of Education, for a graduate scholarship.

Finally, she is grateful to Mr. Somchai Thayanyong and Miss Korbkul Pataranijpinyo of the Computer Science Unit, Chulalongkorn University for their assistance in the programming and computation on the NEAC 2200 Computer.

TABLE OF CONTENTS

	Page
ABSTRACT	iii
ACKNOWLEDGEMENTS	v
LIST OF TABLES	vii
LIST OF ILLUSTRATIONS	viii
Chapter	
I. INTRODUCTION	1
II. X-RAY DIFFRACTION METHODS	3
2.1 The Reciprocal Lattice	3
2.2 The Powder Method	10
2.3 Intensity Measurement	23
2.4 Refinement of Unit Cell Dimensions	27
2.5 The Crystal Structure Factors	30
III. EXPERIMENTAL	34
3.1 The Powder Photographs	34
3.2 The Rotation and Weissenberg Photographs	46
3.3 The Structure Factor	51
IV. EXPERIMENTAL RESULTS AND DISCUSSIONS	63
4.1 Experimental results	63
4.2 Discussions	64
APPENDIX	68
REFERENCES	82
VITA	84

LIST OF TABLES

Table		Page
1	X-ray powder diffraction data for Co P_3	36
2	X-ray powder diffraction data for stemonone	39
3	Data after refinement	41
4	Stemonone powder data	43
5	The data after last refinement	45
6	Determination of cell parameter, b, from [010] rotation photograph	46
7	Determination of cell parameter, c, from [001] rotation photograph	48
8	Determination of the Inclination angle and layer line screen setting from rotation photograph ...	48
9	Cell parameters determined from Weissenberg photographs	49
10	Structure factors	52
11	Experimental results	63
12	Indices of spots of reflection	69

LIST OF ILLUSTRATIONS

Figure		Page
1.	The sphere ofreflection	4
2.	The relation between the direct lattice andthe reciprocal lattice	4
3.	Formation of a lattice array by reciprocal points	4
4.	The relation between reciprocal-lattice planes and direct-lattice rows	4
5.	Diffrection from planes of reciprocal points	9
6.	Reciprocal lattice construction for one set of planes in a powder sample	9
7.	The regular film position in a Debye-Scherrer camera	9
8.	The essential features of focusing camera	14
9.	Diagrame showing the principle of the Guinier method	14
10.	The regular film position in a Guinier-Hagg Powder camera	19
11.	The reciprocal lattice plane containing the vector b^* and c^*	19
12.	The relation between the Bragg angle θ and the spacing d	19
13.	Blackening curve	25
14.	Reflection spot	19
15.	The Lorentz factor for reflection in the plane of the page	30
16.	Graph of $s-s_o$ v.s. $\frac{\theta}{s-s_o}$ for Stemonone crystal + CoP_3.	36

Figure		Page
17	Powder photographs	38
18	Rotation photographs	47
19	Integrating Weissenberg photographs	50
20	Habit and lattice of Stemonone crystal	67
21	Weissenberg photographs	70
22	Reciprocal lattice net	80