

68110

**X- IŞINLARI DİFRAKSİYON YÖNTEMİYLE 2- HİDROKSİ  
BENZİLİDEN-2- TİYOANİLİN KRİSTALİNİN İNCELENMESİ  
VE ÜRİNER SİSTEM (BÖBREK VE ÜRETER)  
TAŞLARININ ANALİZİ**

**T.C. YÜKSEKÖĞRETİM KURULU  
DOKÜMANTASYON MERKEZİ**

**MUSTAFA ERDEMİR**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ  
(FİZİK EĞİTİMİ)**

**GAZİ ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**TEMMUZ- 1997  
ANKARA**

Mustafa ERDEMİR tarafından hazırlanan X-IŞINLARI DİFRAKSİYON YÖNTEMİYLE 2-HİDROKSİ-BENZİLİDEN-2-TİYOANİLİN KRİSTALİNİN İNCELENMESİ VE ÜRİNER SİSTEM (BÖBREK VE ÜRETER) TAŞLARININ ANALİZİ adlı bu tezin Yüksek Lisans Tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.



Prof. Dr. Hüseyin SOYLU

(Tez Yöneticisi)

Bu çalışma, jürimiz tarafından Fizik Eğitimi Anabilimdalında yüksek lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan : .. Prof. Dr. Abidin AYPAR ..



Üye : .. Prof. Dr. Hüseyin SOYLU ..



Üye : .. Prof. Dr. Rahmi YAĞBASAN ..



Üye : ..

Üye : ..

Bu tez Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına uygundur.



# İÇİNDEKİLER

## Sayfa

|                                                                                  |     |
|----------------------------------------------------------------------------------|-----|
| ÖZ.....                                                                          | i   |
| ABSTRACT.....                                                                    | ii  |
| TEŞEKKÜR.....                                                                    | iii |
| ÇİZELGELERİN LİSTESİ.....                                                        | iv  |
| ŞEKİLLERİN LİSTESİ .....                                                         | vi  |
| <br>                                                                             |     |
| 1. GİRİŞ.....                                                                    | 1   |
| <br>                                                                             |     |
| 2. X-IŞINLARI VE ÖZELLİKLERİ.....                                                | 2   |
| 2.1. X-ışınlarının Üretilmesi.....                                               | 3   |
| 2.3. Karakteristik Spektrum.....                                                 | 8   |
| 2.3.1. Karakteristik x-ışınlarının meydana gelmesi için uygulanan yöntemler..... | 9   |
| 2.3.2. Karakteristik x-ışınımının gösterimi ve adlandırılması.....               | 10  |
| 2.3.3. Costor-Kroning geçişler .....                                             | 12  |
| 2.3.4. Auger olayı.....                                                          | 12  |
| 2.4. X-ışınlarının Soğurulması .....                                             | 13  |
| 2.4.1. X-ışınlarının soğurulmasında meydana gelen olaylar .....                  | 14  |
| 2.5. Soğurma Kenarı.....                                                         | 15  |

|                                                              |           |
|--------------------------------------------------------------|-----------|
| <b>3. KRİSTALLER.....</b>                                    | <b>18</b> |
| 3.1. Birim Hücre ve Kristal Örgü .....                       | 18        |
| 3.2. Kristal Sistemleri .....                                | 19        |
| 3.3. Kristal Düzlemleri ve Miller İndisleri .....            | 22        |
| 3.4. Düzlemlerarası Uzaklık .....                            | 23        |
| 3.5. Hücre Hacmi.....                                        | 24        |
| 3.6. Düzlemlerarası Açılar .....                             | 24        |
| 3.7. Bragg Şartı.....                                        | 25        |
| 3.8. Ters Örgü ve Ters Örgünün Kırınımında Kullanılması..... | 26        |
| 3.9. X-ışınlarının Bir Elektron Tarafından Saçılması.....    | 33        |
| 3.10. X-ışınlarının Bir Atom Tarafından Saçılması .....      | 36        |
| 3.11. X-ışınlarının Birim Hücre Tarafından Saçılması.....    | 37        |
| 3.12. Yapı Faktörü Hesapları.....                            | 40        |
| <b>4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....</b>                           | <b>42</b> |
| 4.1. Tek Kristal Çalışmaları.....                            | 42        |
| 4.1.1. Kristalin seçimi .....                                | 42        |
| 4.1.2. Kristalin yoğunluğunun ölçülmesi .....                | 43        |
| 4.1.3. Kristalin lineer soğurma katsayısı.....               | 43        |
| 4.1.4. Optimum kristal kalınlığı .....                       | 44        |
| 4.2. Buerger Presesyon Metodu ile İnceleme .....             | 44        |
| 4.3. Kristalin Hacmi .....                                   | 53        |
| 4.4. Kristalin Molekül Kütlesi .....                         | 54        |

|                                                              |           |
|--------------------------------------------------------------|-----------|
| 4.5. Birim Hücredeki Molekül Sayısı.....                     | 54        |
| 4.6. Kristal Uzay Grubunun Belirlenmesi .....                | 54        |
| 4.7. Döner Kristal Metodu ile İnceleme .....                 | 56        |
| 4.8. Weissenberg Metodu ile İnceleme .....                   | 59        |
| 4.9. Tek Kristal Çalışmalarının Değerlendirilmesi.....       | 66        |
| 4.9.1. Birim hücre parametreleri .....                       | 66        |
| 4.10. Toz Difraksiyon Çalışması .....                        | 66        |
| 4.10.1. X-ışınları toz difraksiyonu ile madde analizi .....  | 66        |
| 4.10.2. Hanawalt metodu .....                                | 67        |
| 4.10.3. Bilinmeyen maddenin tayini .....                     | 67        |
| 4.10.4. Toz difraksiyonu ile nımunenin incelenmesi .....     | 69        |
| 4.11. Toz Difraksiyon Çalışmalarının Değerlendirilmesi ..... | 84        |
| <b>5. SONUÇ VE TARTIŞMA.....</b>                             | <b>85</b> |
| <b>KAYNAKLAR.....</b>                                        | <b>88</b> |
| <b>EKLER.....</b>                                            | <b>90</b> |

# X-IŞINLARI DİFRAKSİYON YÖNTEMİYLE 2-HİDROKSİ- BENZİLİDEN-2-TİYOANİLİN KRİSTALİNİN İNCELENMESİ VE ÜRİNER SİSTEM (BÖBREK VE ÜRETER) TAŞLARININ ANALİZİ

(Yüksek Lisans Tezi)

Mustafa ERDEMİR

GAZİ ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

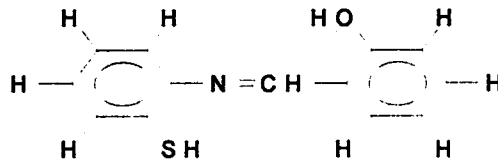
Temmuz - 1997

## ÖZ

Bu çalışma iki bölümden oluşmaktadır. Birinci bölümde; x-ışınları ile  $C_{13}H_{11}NOS$  (2-hidroksi-benziliden-2-tiyoanilin) tek kristalinin sırasıyla; Buerger Presesyon, Döner Kristal ve Weisenberg yöntemleriyle tabaka filmleri çekildi. Bu filmlerden yararlanarak kristalin aşağıdaki kristalografik verileri elde edildi.

$C_{13}H_{11}NOS$  monoklinik,  $P_{112_1/b}$  (No:14),  $a=12.425\pm0.022\text{\AA}$ ,  $b=15.676\pm0.028\text{\AA}$ ,  $c=5.858\pm0.024\text{\AA}$ ,  $\alpha=\beta=90^\circ$ ,  $\gamma=111.7^\circ$ ,  $d_{ölç}=1.337\text{g/cm}^3$ ,  $d_x=1.333\text{g/cm}^3$ ,  $M=229.297\text{a.k.b.}$ ,  $V=1141.40\text{\AA}^3$ ,  $Z=4$ ,  $\mu(\text{Cu } K_\alpha)=22.57\text{cm}^{-1}$ ,  $\lambda(\text{Cu } K_\alpha)=1.5418\text{\AA}$ ,  $\lambda(\text{Cu } K_\beta)=1.39217\text{\AA}$ ,  $t=0.0886\text{cm}$ ,  $T=298^\circ\text{K}$ .

Molekülün açık formülü:



İkinci bölümde ise yedi tane üriner sistem taşları, toz difraksiyon yöntemiyle incelenerek, kimyasal madde analizi yapıldı. Toz difraksiyonunda incelenen üriner sistem taşlarında en çok Kalsiyum Okzalat Hidrat ( $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) ve Ürik Asitten ( $\text{C}_4(\text{NH})_2\text{O}_2\text{C}(\text{NH})_2\text{O}$ ) oluştuğu görüldü.

**THE INVESTIGATION OF STRUCTURE "2-HYDROXI-  
BENZILIDENE-2-THIOANILINE" CRYSTAL AND QUALITATIVE  
ANALYSIS OF URINARY SYSTEM (KIDNEY, URETER) STONES BY  
X-RAY DIFFRACTION METHODS**

(M. Sc. Thesis)

**Mustafa ERDEMİR**

**GAZI UNIVERSITY**

**INSTITUTE OF SCIENCE AND TECHNOLOGY**

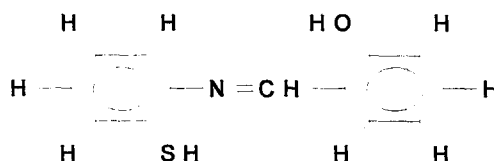
July - 1997

**ABSTRACT**

This study is included two parts. In the first part, the level photographs of  $C_{13}H_{11}NOS$  (2-hydroxi-benzilidene-2-thioaniline) crystal were taken by using Buerger Precession, Rotation Crystal and Weissenberg methods.  $C_{13}H_{11}NOS$  crystal data were given as bellow;

$C_{13}H_{11}NOS$  monoclinic,  $P_{112_1/b}$  (No:14),  $a=12.425\pm0.022\text{\AA}$ ,  $b=15.676\pm0.028\text{\AA}$ ,  $c=5.858\pm0.024\text{\AA}$ ,  $\alpha=\beta=90^\circ$ ,  $\gamma=111.7^\circ$ ,  $d_{obs}=1.337\text{g/cm}^3$ ,  $d_{cal}=1.333\text{g/cm}^3$ ,  $M=229.297\text{a.m.u.}$ ,  $V=1141.40\text{\AA}^3$ ,  $Z=4$ ,  $\mu(\text{Cu } K_\alpha)=22.57\text{cm}^{-1}$ ,  $\lambda(\text{Cu } K_\alpha)=1.5418\text{\AA}$ ,  $\lambda(\text{Cu } K_\beta)=1.39217\text{\AA}$ ,  $t=0.0886\text{cm}$ ,  $T=298^\circ\text{K}$ .

Structural Formula of Molecule:



In the second part, chemical structures of seven urinary system stones have been investigated by using x-ray powder diffraction techniques. The kidney stones was investigated by powder method and found that kidney stones mostly include; Calcium Oxalate hydrate ( $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) and Uric Acid ( $\text{C}_4(\text{NH})_2\text{O}_2\text{C}(\text{NH})_2\text{O}$ ).

## TEŞEKKÜR

Yüksek lisans tezi olarak sunduğum bu çalışma Prof. Dr. Hüseyin SOYLU yöneticiliğinde Gazi Üniversitesi, Gazi Eğitim Fakültesi, Fizik Eğitimi Bölümünde gerçekleştirilmiştir.

Çalışmalarım sırasında bana her türlü desteği sağlayan değerli hocam Sayın Prof. Dr. Hüseyin SOYLU'ya sonsuz teşekkür ve şükranlarımı sunarım.

Laboratuvar çalışmalarında yardımlarını ve tecrübelerini esirgemeyen Erciyes Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü Öğretim Üyesi Sayın Doç Dr. Mehmet AKKURT'a ve yardımlarını gördüğüm Gazi Üniversitesi Kastamonu Eğitim Fakültesi Fen Bilimleri Eğitimi Bölümü Araştırma Görevlisi Sayın Abdullah AYDIN'a teşekkür ederim.



## ÇİZELGELERİN LİSTESİ

| <u>Çizelge</u>                                                                                                                            | <u>Sayfa</u> |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------|
| 2.1. Dipol seçim kurallarına göre geçişlerle ilgili adlandırmalar .....                                                                   | 11           |
| 3.1. Yedi kristal sistemi ve 14 Bravais örgüsü.....                                                                                       | 19           |
| 4.1. (0kℓ) filminden alınan ölçüler ve b birim hücre parametresinin hesaplanması .....                                                    | 50           |
| 4.2. (0kℓ) filminden alınan ölçüler ve c birim hücre parametresinin hesaplanması .....                                                    | 50           |
| 4.3. (hk0) filminden alınan ölçüler ve a birim hücre parametresinin hesaplanması .....                                                    | 51           |
| 4.4. [001] doğrultusundan takılı kristalin döner kristal metoduyla elde edilen veriler ve c birim hücre parametresinin hesaplanması ..... | 59           |
| 4.5. (hk0) Weissenberg filminde ölçülen değerler ve a birim hücre parametresinin hesaplanması.....                                        | 64           |
| 4.6. (hk0) Weissenberg filminde ölçülen değerler ve b birim hücre parametresinin hesaplanması.....                                        | 65           |
| 4.7. Böbrek ve üreter taşlarında bulunan maddeler.....                                                                                    | 69           |
| 4.8. Şekil 4.18’da elde edilen veriler ve numunede bulunan maddeler .....                                                                 | 71           |
| 4.9. Şekil 4.19’de elde edilen veriler ve numunede bulunan maddeler .....                                                                 | 73           |

|                                                                            |    |
|----------------------------------------------------------------------------|----|
| 4.10. Şekil 4.20’de elde edilen veriler ve numunede bulunan maddeler ..... | 75 |
| 4.11. Şekil 4.21’de elde edilen veriler ve numunede bulunan maddeler ..... | 77 |
| 4.12. Şekil 4.22’de elde edilen veriler ve numunede bulunan maddeler ..... | 79 |
| 4.13. Şekil 4.23’de elde edilen veriler ve numunede bulunan maddeler ..... | 81 |
| 4.14. Şekil 4.24’de elde edilen veriler ve numunede bulunan maddeler ..... | 83 |
| 5.1. $C_{13}H_{11}NOS$ kristaline ait kristalografik veriler .....         | 86 |
| 5.2. Hasta adlarına göre taşlarda bulunan maddeler.....                    | 87 |

## ŞEKİLLERİN LİSTESİ

| <u>Sekil</u>                                                                         | <u>Sayfa</u> |
|--------------------------------------------------------------------------------------|--------------|
| 2.1. Elektromanyetik spektrum.....                                                   | 2            |
| 2.2. X-ışını tüpünün şematik gösterimi.....                                          | 3            |
| 2.3. Katot tüpünün şematik gösterimi.....                                            | 4            |
| 2.4. Sürekli spektrumda şiddet-dalga boyu ilişkisi.....                              | 6            |
| 2.5. Sabit voltaj altında şiddet-dalga boyu ilişkisi.....                            | 7            |
| 2.6. Sabit voltaj ve akım altında hedef metallerin şiddet-dalga boyu ilişkileri..... | 7            |
| 2.7. Karakteristik spektrumda şiddet-dalga boyu ilişkisi.....                        | 8            |
| 2.8. Kuantum ve elektron sayılarının gösterimi.....                                  | 10           |
| 2.9. X-ışınının madde ile etkileşmesi.....                                           | 13           |
| 2.10. Soğurma kenarı.....                                                            | 15           |
| 3.1. Birim hücre parametreleri.....                                                  | 18           |
| 3.2. Kristal sistemleri ve 14 Bravais örgüsü.....                                    | 20           |
| 3.3. Basit birim hücre.....                                                          | 21           |
| 3.4. A, B ve C yüzey merkezli birim hücreler.....                                    | 21           |
| 3.5. Cisim merkezli birim hücre.....                                                 | 21           |
| 3.6. Yüz merkezli birim hücre.....                                                   | 22           |
| 3.7. Miller indisi (111) olan düzlemin gösterimi.....                                | 23           |
| 3.8. Kristal düzlemlerinden x-ışınlarının saçılması.....                             | 25           |

|                                                                                                                                                          |    |
|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 3.9. $\bar{a}$ ve $\bar{b}$ 'ye dik olan $\bar{c}^*$ ters örgü eksenini .....                                                                            | 27 |
| 3.10. Ters örgü vektörü.....                                                                                                                             | 29 |
| 3.11. $\bar{B}$ 'nin bileşenleri cinsinden gösterimi .....                                                                                               | 29 |
| 3.12. Ewald küresinin çizimi .....                                                                                                                       | 32 |
| 3.13. X-ışınının bir elektron tarafından saçılması.....                                                                                                  | 34 |
| 3.14. X-ışınlarının tek elektron tarafından kohorent olarak saçılışı .....                                                                               | 34 |
| 3.15. X-ışınlarının bir tek elektron tarafından kohorent olarak<br>saçılmasında elektriksel alan bileşenleri.....                                        | 35 |
| 3.16. Bir atomun x-ışınlarını saçması .....                                                                                                              | 36 |
| 3.17. Bakırın atomik saçılma faktörü.....                                                                                                                | 37 |
| 3.18. Atomun konumunun yansıyan ışınlar arasındaki faz farkına<br>etkisi.....                                                                            | 38 |
| 4.1 Buerger Presesyon metodunun geometrisi .....                                                                                                         | 45 |
| 4.2. $(h0\ell)$ tabakasının Buerger fotoğrafı 37 kV, 40 mA, $\mu = 20^\circ$ ,<br>Cu radyasyon filtresiz, ışınlama süresi: 4 saat.....                   | 47 |
| 4.3. $(0k\ell)$ tabakasının Buerger fotoğrafı 37 kV, 40 mA, $\mu = 20^\circ$ ,<br>Cu radyasyon filtresiz, ışınlama süresi: 4 saat.....                   | 48 |
| 4.4. $(hk0)$ tabakasının Buerger fotoğrafı 37 kV, 40 mA, $\mu = 20^\circ$ ,<br>Cu radyasyon filtresiz, ışınlama süresi: 4.5 saat.....                    | 48 |
| 4.5. $(1k\ell)$ tabakasının Buerger fotoğrafı 37 kV, 40 mA, $\mu = 20^\circ$ ,<br>Cu radyasyon filtresiz, ışınlama süresi: 4 saat, $Fd^* = 7.47$ mm..... | 52 |
| 4.6. $(h1\ell)$ tabakasının Buerger fotoğrafı 37 kV, 40 mA, $\mu = 20^\circ$ ,<br>Cu radyasyon filtresiz, ışınlama süresi: 4 saat, $Fd^* = 5.93$ mm..... | 52 |

|                                                                                                                                                                                          |    |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 4.7. (hk1) tabakasının Buerger fotoğrafı 37 kV, 40 mA, $\mu = 20^\circ$ ,<br>Cu radyasyon filtresiz, ışınlama süresi: 5 saat, $Fd^* = 15.75$ mm ....                                     | 53 |
| 4.8. $P_{112_1/b}$ uzay grubunun simetri elemanları.....                                                                                                                                 | 55 |
| 4.9. Döner kristal metodu için deneysel düzenek .....                                                                                                                                    | 56 |
| 4.10. Döner kristal metodunun basit geometrisi .....                                                                                                                                     | 57 |
| 4.11. [001] doğrultusundan takılı kristalin döner kristal metodu ile elde<br>edilen fotoğrafı, 37 kV, 40 mA, $\mu = \pm 10$ , Cu radyasyon filtresiz,<br>ışınlama süresi: 3.5 saat ..... | 58 |
| 4.12. Normal demet Weissenberg metoduyla Bragg yansımalarının<br>tesbiti.....                                                                                                            | 59 |
| 4.13. Eş-eğimli demet Weissenberg metoduyla Bragg yansımalarının<br>tesbiti.....                                                                                                         | 60 |
| 4.14. Weissenberg filminde sıfırıncı tabaka üzerinden $c^*$ ekseninin<br>gösterimi .....                                                                                                 | 62 |
| 4.15. (hk0) tabakasının normal demet Weissenberg fotoğrafı, 37 kV,<br>40 mA, Cu radyasyon, filtresiz ışınlama süresi: 8 saat.....                                                        | 64 |
| 4.16. (hk1) film tabakasının normal demet Weissenberg fotoğrafı,<br>37 kV, 40 mA, Cu radyasyon, filtresiz ışınlama süresi: 8.5 saat,<br>$\mu = 7.62$ , $s = 3.24$ .....                  | 65 |
| 4.17. Toz numuneden yansıyan ışığın geometrisi.....                                                                                                                                      | 68 |
| 4.18. Ahmet SALAMAN'a ait böbrek taşı difraksiyon deseni.....                                                                                                                            | 70 |
| 4.19. Sebahattin KOÇ'a ait böbrek taşı difraksiyon deseni.....                                                                                                                           | 72 |
| 4.20. İsmail KAYA'a ait üreter taşı difraksiyon deseni .....                                                                                                                             | 74 |
| 4.21. Selma ALTINOK'a ait böbrek taşı difraksiyon deseni .....                                                                                                                           | 76 |

|                                                               |    |
|---------------------------------------------------------------|----|
| 4.22. Halil KARAKAŞ'a ait üreter taşı difraksiyon deseni..... | 78 |
| 4.23. Hasan ATAŞ'a ait böbrek taşı difraksiyon deseni.....    | 80 |
| 4.24. Ali KARACA'ya ait böbrek taşı difraksiyon deseni .....  | 82 |



## 1. GİRİŞ

X-ışınlarıyla tek kristal ve Toz Difraksiyon çalışmaları yapıldı. Tek kristal çalışmasında stereo mikroskobu (Euromex Arnhem Model KTD-2) ile uygun büyüklükte iki kristal seçildi. Polarizasyon mikroskobu (Hertel & Reuss, Optic Kassel, CN-hF) ile tek kristal olup olmadığına karar verildi. Kristallerden biri boyundan, diğeri de eninden cam çubuğa tutturuldu. Gonyometre başlıklarına takılan kristallerin, yüzeylerden birinin gonyometrenin arklarına paralel olmasına dikkat edildi. Sırasıyla Buerger Presesyon, Döner Kristal ve Weissenberg metodları ile tabaka filmleri çekildi. Aynı işlemler diğerkristal için de yapıldı.

Tek kristal çalışmasında, "Enraf-Nonius Diffractis 583 Model" x-ışınları jeneratörü kullanıldı. Normal-Facuse bakır tüpünden  $K_{\alpha}$  ve  $K_{\beta}$  ışınlarıyla 37kV, 40mA çalışma şartlarında kristalin sıfır ve birinci tabaka filmleri çekildi. Çekilen filmler üzerindeki ölçüler 1/100 mm hassasiyetteki Enraf-Nonius Delf marka mikrodensitometre ile yapıldı.

X-ışınları ile toz difraksiyon çalışmasında ise; üreter sistem taşları toz haline getirilerek numune kabına konduktan sonra, MTA'da Philips Difraktometre ve Normal-Facuse bakır tüpünden çıkan  $K_{\alpha}$  ışınları kullanılarak 40kV, 20mA ve 2°/dak. çalışma şartları altında, farklı  $\theta$  değerleri ile tarama işlemleri yapıldı.

Elde edilen verilerden yararlanılarak böbrek ve üreter taşlarında bulunan maddeler Hanawalt metodu ile bulundu.

## 2. X-IŞINLARI VE ÖZELLİKLERİ

X-ışınları 1895 yılında Alman fizikçisi Wilhelm Röntgen tarafından keşfedilmiştir. Bu ışınlar kısa boylu elektromanyetik dalgadır. X-ışınlarının dalga boyu Angstrom (Å) olarak  $0.1\text{Å} \leq \lambda_x \leq 100\text{Å}$  aralığındadır (Aygün ve Zengin, 1992). X-ışınları yüksüz olduğu için elektrik ve manyetik alanda sapmadan ilerlerler. X-ışınları elektromanyetik spektrumda morötesi ve  $\gamma$ -ışınları arasında kalmaktadır. X-ışınlarının görünür bölgedeki



Şekil 2.1. Elektromanyetik spektrum



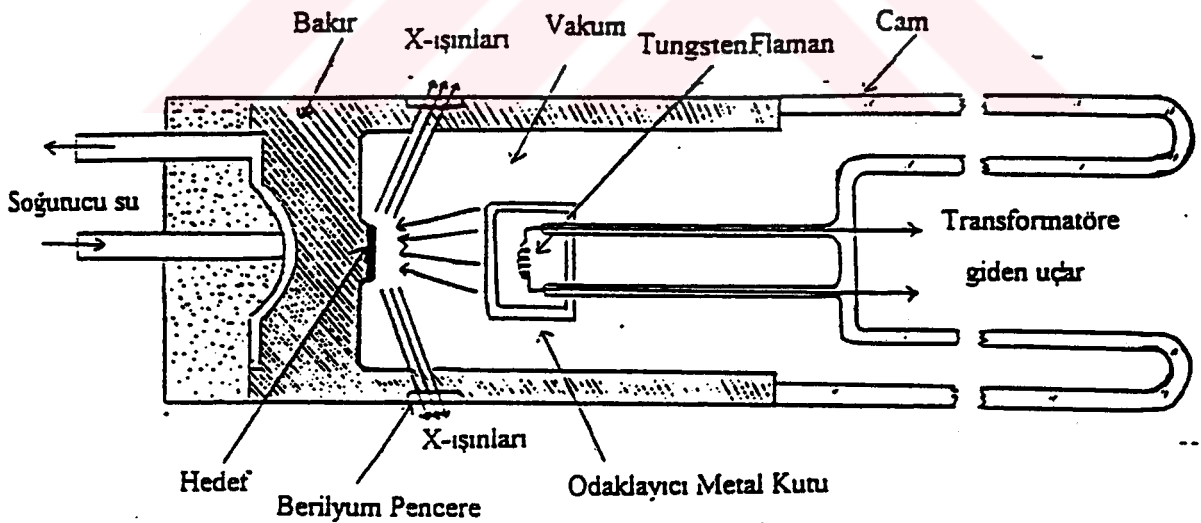
ışınlardan tek farkı dalga boyunun çok küçük olmasıdır. Görünür Bölgedeki ışığın dalga boyu  $4000-6000\text{\AA}$  mertebesindedir.

## 2.1. X-ışınlarının Üretilmesi

X-ışınları yüksek hızlara sahip elektronların metal hedefe çarpmaları sonucu oluşur. X-ışını tüpünde anottaki metale çarpan hızlı elektronlar sayesinde x-ışınları oluşturulur.

Bir x-ışını tüpü üç kısımdan meydana gelmektedir (Şekil 2.2). Bunlar;

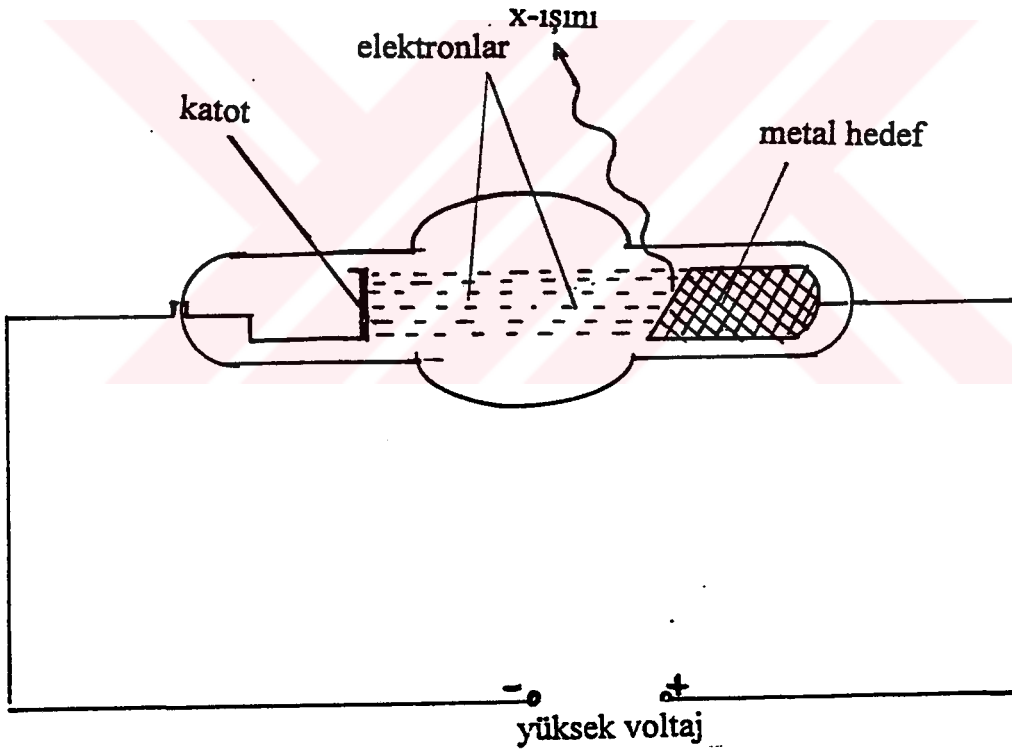
- Elektron kaynağı (katot)
- Yüksek voltaj (hızlandırıcı)
- Metal hedef (anot)



Şekil 2.2. X-ışını tüpünün şematik gösterimi

**Katot:** Genellikle elektronun kolayca serbest hale geçebileceği maddelerden yapılmış flemandan oluşur. Fleman akım geçirilerek ısıtılır. Katot 30-50 kV negatif bir gerilimle tutulurken, anot toprak potansiyelinde tutulur (Şekil 2.3)

Katotta oluşan elektronlar, yüksek gerilim altında hızlanarak anottaki metal hedefe ard arda çarpmaları sonucunda enerjilerini kaybederler. Çarpışma sırasında elektronun enerjisinin büyük bir kısmı ısıya dönüşür, diğer kısmı (yaklaşık %1) x-ışınlarına dönüşürler. Isınmasını önlemek için x-ışını tüpü su ile soğutulur.



Şekil 2.3. Katot tüpünün şematik gösterimi

## 2.2. Sürekli Spektrum

Bir x-ışını tüpünde hızlandırıcı gerilim, hedef metal ve flaman bulunur. Fleman, uçlarına uygulanan gerilimle ısıtılır. Isıtılan flemandan elektronlar çıkar. Çıkan elektronlar hızlandırıcı gerilim altında anoda doğru hareket ettirilir. Anot atomunun elektronlarıyla etkileşen elektronlar negatif ivmeli hareket yaparlar. Negatif ivme ile hareket eden elektronlar elektromanyetik ışın yayarlar.

Hızlandırıcı gerilim altında katottan anoda gelen elektronun enerjisi;  $E = eV$  olacaktır (Lipson ve Steeple, 1961).

$e$  : Elektronun yükü

$V$  : Uygulanan potansiyel farkı

Elektronun çarpışmadan önceki enerjisi ile çarpışmadan sonraki enerjilerinin farkı x-ışınının enerjisini verir (Eşitlik 2.1).

$$h \nu = E_1 - E_2 \quad (2.1)$$

$h$  : Planck sabiti

$\nu$  : Yayınlanan x-ışınının frekansı

$E_1$  : Çarpışmadan önceki elektronun sahip olduğu enerji

$E_2$  : Çarpışmadan sonraki elektronun sahip olduğu enerji

Eğer elektronun enerjisinin hepsi bir çarpışmada x-ışınına dönüşüyorsa yayınlanan ışının maksimum frekansı;

$$h \nu_{\max} = eV \quad (2.2)$$

olup,

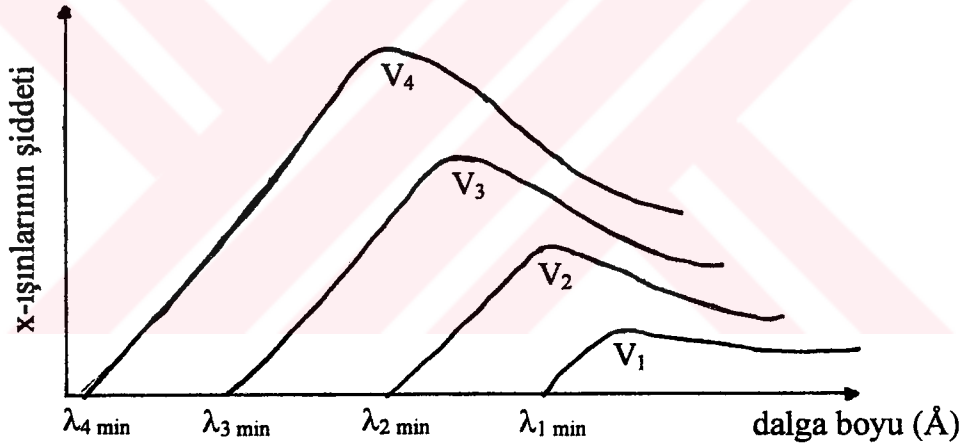
$$\nu_{\max} = c / \lambda_{\min} \quad (2.3)$$

olduğundan,

$$\lambda_{\min} = \frac{hc}{eV} = \frac{hc/e}{V} = \frac{1.24 \cdot 10^{-4}}{V \text{ (volt)}} \text{ (cmV)} \quad (2.4)$$

olur (Aygün ve Zengin, 1992).

Genellikle elektron enerjisini ilk çarpışmada kaybetmez, ard arda birkaç çarpışmada kaybeder. Her çarpışmada elektron enerjisinin bir kısmını kaybedeceğinden her çarpışma sonrasında meydana gelen x-ışınlarının dalga boyu  $\lambda_{\min}$  dalga boyundan daha büyüktür. Meydana gelen x-ışınları çeşitli dalga boylarında oldukları için sürekli spektrum (beyaz ışınım) olarak adlandırılır.

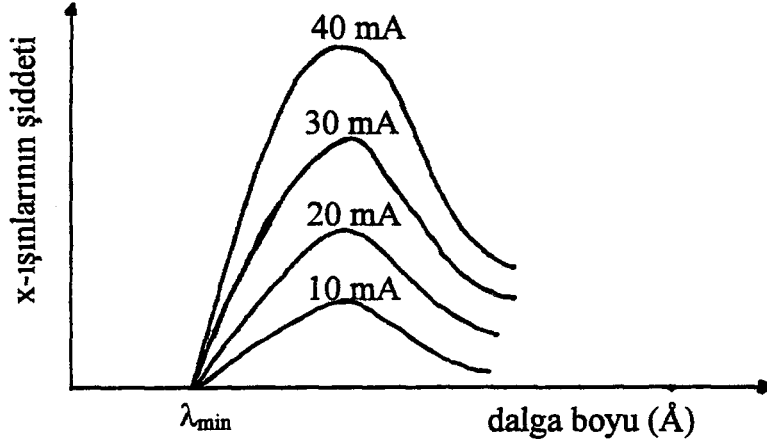


Şekil 2.4. Sürekli spektrumda şiddet-dalga boyu ilişkisi

$$(V_1 = 5 \text{ kV}, V_2 = 10 \text{ kV}, V_3 = 15 \text{ kV}, V_4 = 20 \text{ kV})$$

Şekil 2.4’de, uygulanan voltaja bağlı olarak dalga boyunun şiddete bağlı ilişkisi gösterilmiştir. Voltaj artırıldığında elektronun enerjisi ve birim zamanda hedef metale çarpan elektron sayısı artar.

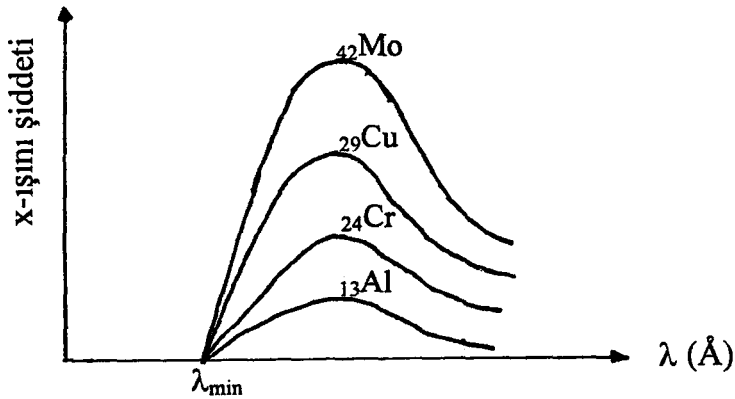
Sonuçta sürekli spektrum metalin atom ağırlığıyla ve elektronlarıyla hızlandırmada kullanılan yüksek gerilimin büyüklüğünün karesi ile orantılı olarak artar (Durlu, 1992).



Şekil 2.5. Sabit voltaj altında şiddet-dalga boyu ilişkisi  
( $I_1 = 10 \text{ mA}$ ,  $I_2 = 20 \text{ mA}$ ,  $I_3 = 30 \text{ mA}$ ,  $I_4 = 40 \text{ mA}$ )

Şekil 2.5’de sabit voltaj altında akımı değiştirilerek elde edilen x-ışını spektrumunda şiddetin en büyük olduğu noktalar aynı  $\lambda_{\min}$  değerine sahiptirler.

Şekil 2.6’de ise sabit voltaj ve sabit akım altında hedef metalin değiştirilmesiyle meydana gelen x-ışınları spektrumunda şiddet-dalga boyu ilişkisinde farklı maddelerin farklı şiddetlere sahip olduğu görülmektedir.



Şekil 2.6. Sabit voltaj ve akım altında hedef metallerin şiddet-dalga boyu ilişkileri ( $\text{Mo} = 42$ ,  $\text{Cu} = 29$ ,  $\text{Cr} = 24$ ,  $\text{Al} = 13$ )

Sürekli spektrumdaki akım, hedefe çarpan elektronların sayısının bir ölçüsüdür.

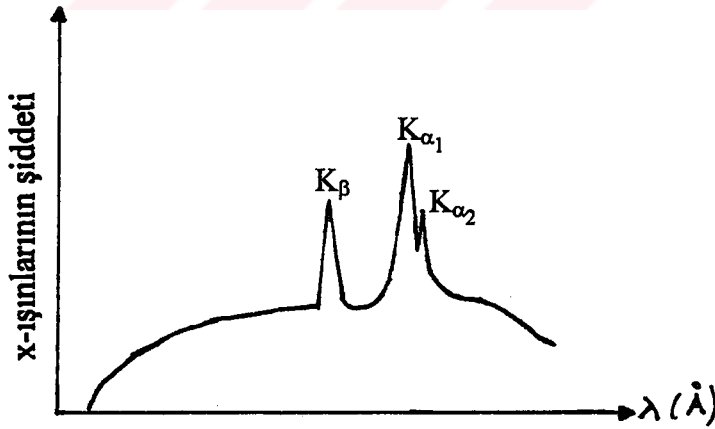
Şekil 2.4-2.6'de görüldüğü gibi sürekli spektrum, kullanılan hedef metalin atom numarasına ve hızlandırıcı voltaja bağlıdır.

### 2.3. Karakteristik Spektrum

Hızlandırıcı gerilim arttırıldığında hedefe çarpan elektronların giricilik özelliği artacaktır. Hedef madde üzerine gelen elektronlar eğer herhangi bir kabuktan elektron sökerse, sökülen elektronun yeri üst kabuktaki elektronlar tarafından doldurulur.

Üst seviyedeki elektronun bir alt seviyedeki boşluğu doldurması sonucunda enerji açığa çıkar. Çıkan enerji dışarıya x-ışını olarak yayınlanır.

X-ışını tüpünde hızlandırıcı gerilim yeterince arttırılırsa  $K_{\alpha}$  ikiye yarılarak  $K_{\alpha_1}$  ve  $K_{\alpha_2}$  olur.



Şekil 2.7. Karakteristik spektrumda şiddet-dalga boyu ilişkisi

### 2.3.1. Karakteristik x-ışınlarının meydana gelmesi için uygulanan yöntemler

- Dışarıdan gelen elektron herhangi bir yörüngeden bir elektronu söktüğünde sökülen elektronun yeri üst kabuklardaki bir elektron tarafından doldurulur. Üst kabuktan alt kabuğa geçerken dışarıya enerji verilir. Bu enerji x-ışını olarak yayımlanır.
- Çekirdekten çıkan  $\alpha$ ,  $\beta$  ve  $\gamma$  radyoaktif ışımalarda çekirdek etrafındaki elektronları sökebilir. Sökülen elektronun yerinin bir üst kabuktaki elektron tarafından doldurulması sırasında dışarıya bir enerji verilir. Bu enerji x-ışını olarak yayımlanır.
- Çekirdek K kabuğundan bir elektron yakaladığında, yakalanan elektronun yerinin bir üst kabuktaki elektron tarafından doldurulması sırasında dışarıya bir enerji verilir. Bu enerji x-ışını olarak yayımlanır.

Örneğin;  $_{56}\text{Fe}$  atomu K kabuğundan bir elektron yakalarsa;



proton sayısı bir azalır, nötron bir artar ve  $_{55}\text{Mn}$  olur. Mn'in 25 protonu ve 30 nötronu vardır. Boşalan elektronun yeri üst tabakadaki bir elektron tarafından doldurulur. Bu sırada bir enerji açığa çıkar. Bu enerji x-ışını olarak yayımlanır. Yayımlanan ışın Mn'in karakteristik x-ışınıdır (Raymond, 1996).

### 2.3.2. Karakteristik x-ışınımının gösterimi ve adlandırılması

|                        | <u>n</u> | <u>ℓ</u> | <u>J</u> | <u>Elektron sayısı</u> |
|------------------------|----------|----------|----------|------------------------|
| O O <sub>1</sub> ————— |          |          |          |                        |
| N <sub>7</sub> —————   | 4        | 3        | 7/2      | 8                      |
| N <sub>6</sub> —————   | 4        | 3        | 5/2      | 6                      |
| N N <sub>5</sub> ————— | 4        | 2        | 5/2      | 6                      |
| N <sub>4</sub> —————   | 4        | 2        | 3/2      | 4                      |
| N <sub>3</sub> —————   | 4        | 1        | 3/2      | 4                      |
| N <sub>2</sub> —————   | 4        | 1        | 1/2      | 2                      |
| N <sub>1</sub> —————   | 4        | 0        | 1/2      | 2                      |
| M <sub>5</sub> —————   | 3        | 2        | 5/2      | 6                      |
| M <sub>4</sub> —————   | 3        | 2        | 3/2      | 4                      |
| M M <sub>3</sub> ————— | 3        | 1        | 3/2      | 4                      |
| M <sub>2</sub> —————   | 3        | 1        | 1/2      | 2                      |
| M <sub>1</sub> —————   | 3        | 0        | 1/2      | 2                      |
| L <sub>3</sub> —————   | 2        | 1        | 3/2      | 4                      |
| L L <sub>2</sub> ————— | 2        | 1        | 1/2      | 2                      |
| L <sub>1</sub> —————   | 2        | 0        | 1/2      | 2                      |
| K —————                | 1        | 0        | 1/2      | 2                      |

Şekil 2.8. Kuantum ve elektron sayılarının gösterimi

Bir alt kabukta boşalan bir elektronun yeri bir üst kabuktaki elektron tarafından doldurulur. Doldurma işlemi “dipol seçim kuralları” esas alınarak;

$$\Delta \ell = \pm 1, \quad \Delta j = 0, \pm 1 \quad (2.6)$$

şeklinde gerçekleşir (Lipson ve Philips, 1975).

Geçişlerle ilgili adlandırmalar Çizelge 2.1’de gösterilmiştir.



Çizelge 2.1. Dipol seçim kurallarına göre geçişlerle ilgili adlandırmalar

| <u>Boşluk bakımından orbital</u> | <u>Geçiş yapılan orbital</u>    | <u>X-ışını gösterimi</u> |
|----------------------------------|---------------------------------|--------------------------|
| K                                | L <sub>2</sub>                  | K <sub>α2</sub>          |
| K                                | L <sub>3</sub>                  | K <sub>α1</sub>          |
| K                                | M <sub>2</sub>                  | K <sub>β3</sub>          |
| K                                | M <sub>3</sub>                  | K <sub>β1</sub>          |
| K                                | M <sub>4</sub> , M <sub>5</sub> | K <sub>β5</sub>          |
| K                                | N <sub>2</sub> , N <sub>3</sub> | K <sub>β6</sub>          |
| K                                | N <sub>4</sub> , N <sub>5</sub> | K <sub>β4</sub>          |
| L <sub>1</sub>                   | M <sub>2</sub>                  | L <sub>β4</sub>          |
| L <sub>1</sub>                   | M <sub>3</sub>                  | L <sub>β3</sub>          |
| L <sub>1</sub>                   | M <sub>4</sub>                  | L <sub>β10</sub>         |
| L <sub>1</sub>                   | M <sub>5</sub>                  | L <sub>β9</sub>          |
| L <sub>1</sub>                   | N <sub>2</sub>                  | L <sub>γ2</sub>          |
| L <sub>1</sub>                   | N <sub>3</sub>                  | L <sub>γ3</sub>          |
| L <sub>1</sub>                   | O <sub>2</sub> , O <sub>3</sub> | L <sub>γ4</sub>          |
| L <sub>2</sub>                   | M <sub>4</sub>                  | L <sub>β1</sub>          |
| L <sub>2</sub>                   | M <sub>1</sub>                  | L <sub>γ5</sub>          |
| L <sub>2</sub>                   | N <sub>6</sub>                  | L <sub>γ1</sub>          |
| L <sub>2</sub>                   | O <sub>2</sub>                  | L <sub>γ8</sub>          |
| :                                | :                               | :                        |
| :                                | :                               | :                        |

### 2.3.3. Costor-Kroning geişler

ekirdek etrafında bulunan elektronlar, ekirdeęe yakın orbitallere girme eęilimindedirler. Bir alt orbitalde meydana gelen boşluęu üst orbitaldeki elektronlar doldurma eęilimindedirler. Elektronların bir alt tabakaya doęru kayma eęiliminde olması, boşlukların üst tabakalara kayması şeklinde de düşünölebilir. Bu olaya Costor-Kroning geişler denir.

Herhangi bir yolla oluşturulan elektron boşluęu, x-ışını yayımlanarak doldurulması ihtimaline boşluęun bulunduğu tabakanın floresans verimi denir.

### 2.3.4. Auger olayı

Bir atomda oluşan karakteristik x-ışınının enerjisi yörünge elektronlarından birine aktarılırsa; aktarılan enerji de elektronun bağlanma enerjisinden büyükse elektronu yörüngeden söker. Bu olaya Auger olayı denir.

Karakteristik x-ışını çizgileri H.G. Moseley tarafından sistematik hale getirilmiştir. Atom numarası arttıka yayımlanan en şiddetli karakteristik çizginin frekansı da artmaktadır.

$$\sqrt{\nu_*} \propto Z \quad (2.7)$$

$$\sqrt{\nu} = C (Z - \sigma) \quad (2.8)$$

Burada C ve  $\sigma$  sabittir.  $\nu$ 'nün karekökü ile Z (atom numarası) arasındaki bu lineer baęıntı Moseley Kanunu olarak bilinmektedir (Lipson ve Steeple, 1961).

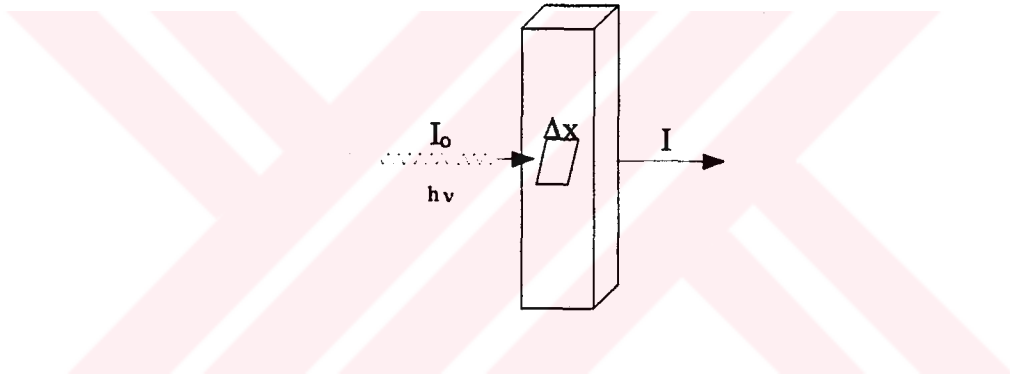
## 2.4. X-ışınlarının Soğurulması

X-ışını madde üzerine düştüğünde; maddenin sıcaklığını yükseltir, madde ile etkileşmeden geçebilir, yansıma yapabilir, kırınımına uğrayabilir, kohorent saçılabilir (enerjisini kaybetmez), inkohorent saçılabilir (enerjisinin bir kısmını kaybeder) ve genetik bozunmaya sebep olur.

X-ışını  $\Delta x$  gibi ince bir kalınlıktan geçerken şiddetindeki azalma miktarı;

$$\Delta I = -\mu \cdot I \cdot \Delta x \quad (2.9)$$

$\mu$  : Soğurma katsayısı



Şekil 2.9. X-ışınının madde ile etkileşmesi

Şekil 2.9’de görüldüğü gibi  $I_0$  şiddetindeki x-ışını  $\Delta x$  kalınlığındaki yüzeyden geçerken bir kısmı soğurulmakta, bir kısmı da  $I$  olarak geçmektedir.

$$dI = -\mu \cdot I \cdot dx \quad (2.10)$$

$x = 0, I = I_0$  ise;

$$I = I_0 e^{-\mu x} \quad (2.11)$$

ifadesi elde edilir.

$x$ ’in birimi cm alınır,  $\mu = \text{cm}^{-1}$  olur.

Soğurma katsayıları arasındaki ilişki;

$$\mu = \frac{\rho N}{A} Z \cdot \mu_e \quad (2.12)$$

A : Atom kütlesi (kütle numarası)

N : Avogadro sayısı

$\rho$  : Yoğunluk

Z : Atom numarası (proton sayısı)

$$\mu_a = Z \cdot \mu_e \quad (2.13)$$

$$\mu_m = \mu \cdot \rho = N / A \cdot \mu_a = (N / A) \cdot Z \cdot \mu_e \quad (2.14)$$

$\mu$  : Lineer soğurma katsayısı ( $\text{cm}^{-1}$ )

$\mu_m$  : Kütle soğurma katsayısı ( $\text{cm}^2 / \text{g}$ )

$\mu_a$  : Atomik soğurma katsayısı ( $\text{cm}^2 / \text{atom}$ )

$\mu_e$  : Elektronik soğurma katsayısı ( $\text{cm}^2 / \text{elektron}$ )

Soğurma katsayıları x-ışınının enerjisine ( $h \nu$ ) bağlıdır.

X-ışınının soğurulması dalga boyuna,  $\Delta x$  kalınlığına ve soğurma katsayısına bağlıdır. Lineer soğurma katsayısı da maddenin fazına, yoğunluğuna ve atom ağırlığına bağlıdır.

#### 2.4.1. X-ışınlarının soğurulmasında meydana gelen olaylar

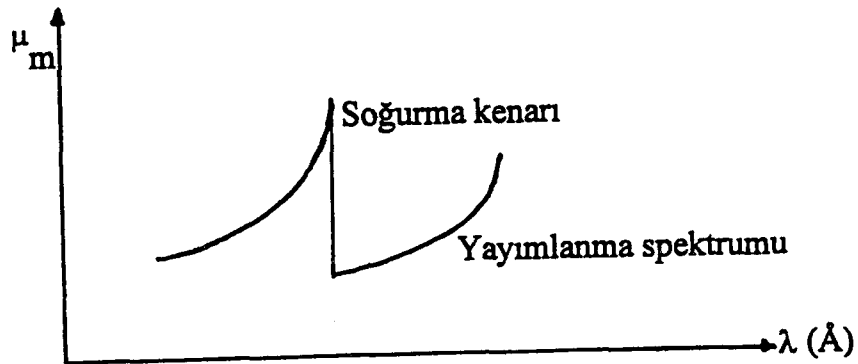
- Isı üretilir
- Gelen x-ışını enerjisinin tamamını maddeye aktarırsa, “Fotoelektrik Olayı” olur.

- X-ışınının elektrona çarparak yön değiştirmesi ile “Rayleigh Saçılması” olur.
- X-ışını enerjisinin bir kısmını elektrona aktarır, geriye kalanı ile foton teşkil eder ve “Compton Saçılması” meydana gelir.
- Serbest elektron ile çekirdek arasında “Thomson Saçılması” meydana gelir.
- Yüksek enerjili x-ışınları çekirdek tarafından soğurulur, bir nükleon çekirdek tarafından dışarı verilir. Bu olaya “Foton Parçalanması”, bazen de “Nükleer Fotoelektrik Olayı” denir.
- Çekirdek, x-ışınının iki enerji seviyesi arasındaki farka eşit bir miktarını soğurarak uyarılır. Çekirdek daha sonra bozunarak bu enerjiyi dışarıya verir. Bu olaya “Nükleer Rezonans Saçılması” denir.

Serbest elektron x-ışınını soğurmaz, yalnız bağlı elektronlar x-ışınını soğurabilir.

## 2.5. Soğurma Kenarı

Atomun iç tabakalarında bir elektronun sökülmesi ile oluşan boşluğun, üst tabakalardaki elektronlar tarafından doldurulmasıyla karakteristik x-ışını oluştuğu daha önce belirtilmişti.



Şekil 2.10. Soğurma kenarı

Şekil 2.10'da kütle soğurma katsayısı ile gelen ışığın dalga boyu arasındaki ilişki gösterilmiştir.

Lineer soğurma ifadesi ( $I = I_0 e^{-\mu x}$ ) kütle soğurma katsayısı cinsinden yazılacak olursa;

$$I = I_0 e^{-(\mu / \rho) \rho x} \quad (2.15)$$

ifadesi elde edilir.

Madde ister çözelti, ister kimyasal bileşik, isterse katı, sıvı, gaz halinde olsun, toplam kütle soğurma katsayısı;

$$\frac{\mu}{\rho} = w_1 \left( \frac{\mu}{\rho} \right)_1 + w_2 \left( \frac{\mu}{\rho} \right)_2 + \dots \quad (2.16)$$

$$w_1 = m_1 / M, \quad w_2 = m_2 / M, \dots$$

2.16. eşitliği;

$$\mu = \rho \cdot \sum_i P_i (\mu_m)_i \quad (2.17)$$

şeklinde yazılabilir.

$M$  : Maddenin toplam kütlesi

$\mu_m$  : Elementin kütle soğurma katsayısı

$P$  : Elementin ağırlık kesri

Kütle soğurma katsayısı  $(\lambda.Z)^3$  ile doğru orantılıdır. Burada kütle soğurma katsayısı;

$$\mu / \rho = k \cdot \lambda^3 \cdot Z^3 \quad (2.18)$$

şeklinde yazılabilir. Burada  $k$  sabit,  $Z$  soğurucunun atom numarası,  $\lambda$  ise gelen ışığın dalga boyudur (Lipson ve Steeple, 1961).

Ktle soęurma katsayısıyla gelen ışığın dalga boyu arasındaki baęıntıda;  $\lambda$  arttıkça ışığın soęurulması da artar. Dalga boyu artarken belirli bir deęerden sonra soęurma aniden dşer. Ani dşşn olduęu noktaya soęurma kenarı denir.



### 3. KRİSTALLER

#### 3.1. Birim Hücre ve Kristal Örgü

Kristal, bir katıdaki atomların periyodik bir düzen içerisinde üç boyutlu olarak dizilmesiyle oluşur. Kristalin özelliklerini gösteren en küçük yapıya birim hücre denir. Birim hücrede bir tek atom bulunabileceği gibi, daha fazla atom da bulunabilir. Birim hücrede atomların yerleştiği bölgelere örgü (latis) denir.

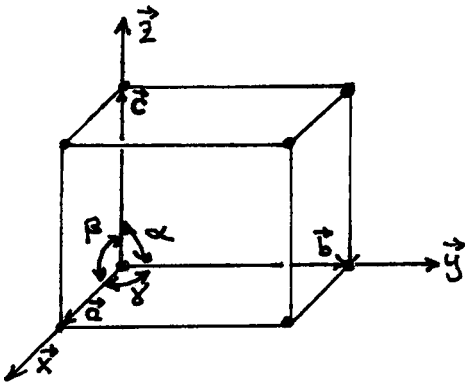
Birim hücre başına düşen atom sayısı hesaplanırken;

$$N = \frac{\text{Köşe merkezinde}}{8} + \frac{\text{Kenar merkezinde}}{4} + \frac{\text{Yüzey merkezinde}}{2} + \text{cisim merkezinde}$$

ifadesi kullanılır.

Birim hücre üç vektörle temsil edilir. Bunlara  $\vec{a}$ ,  $\vec{b}$  ve  $\vec{c}$  vektörleri denir. Bu vektörler kristalografik eksenler olarak adlandırılır. Skaler büyüklükler cinsinden  $a$ ,  $b$ ,  $c$ ,  $\alpha$ ,  $\beta$  ve  $\gamma$  ile temsil edilir (Şekil 3.1).

Bunlara birim hücre sabitleri veya birim hücre parametreleri denir.



Şekil 3.1. Birim hücre parametreleri



### 3.2. Kristal Sistemleri

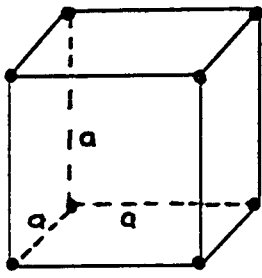
Kristal birim hücre parametreleri olan  $a$ ,  $b$ ,  $c$ ,  $\alpha$ ,  $\beta$  ve  $\gamma$ 'nın alabileceği değerlere göre yedi kısma ayrılır (Şekil 3.2). Bunlara yedi kristal sistemi denir.

Bravais kristalografide yaptığı çalışmalarda basit yedi örgü dışında başka nokta düzlemlerinin de olduğunu, bu nokta düzlemleriyle de on dört adet nokta örgü elde edildiğini gösterdi.

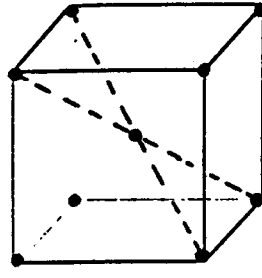
Şekil 3.2'de on dört Bravais örgüleri gösterilmiştir. Şekilde basit örgüyü primitif (P), yüz merkezli örgüyü (F), cisim merkezli örgüyü (I), A, B ve C karşılıklı yüz çiftleri merkezinde nokta bulunan örgüler A, B ve C sembolleriyle gösterilmiştir.

Çizelge 3.1. Yedi kristal sistemi ve 14 Bravais örgüsü

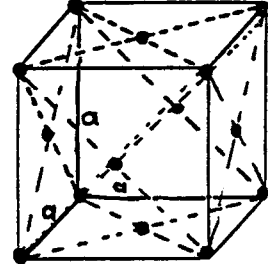
| Kristal Sistemi           | Bravais Örgüsü                                                                | Birim Hücre Özellikleri                                               | Tanıtıcı Simetri Elemanları                                |
|---------------------------|-------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------|
| kübik                     | basit (P)<br>cisim merkezli (I)<br>yüz merkezli (F)                           | $a = b = c$<br>$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$                   | küp köşegenleri<br>boyunca dört adet 3-<br>kat dönme eksen |
| tetragonal                | basit (P)<br>cisim merkezli (I)                                               | $a = b \neq c$<br>$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$                | bir adet 4 katlı<br>dönme eksen                            |
| ortorombik                | basit (P)<br>taban merkezli (A,B,C)<br>cisim merkezli (I)<br>yüz merkezli (F) | $a \neq b \neq c$<br>$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$             | üç adet karşılıklı dik<br>2-kat dönme eksen                |
| hekzagonal                | basit (P)                                                                     | $a = b \neq c$<br>$\alpha = \beta = 90^\circ$<br>$\gamma = 120^\circ$ | bir adet 3-kat<br>dönme eksen                              |
| trigonal<br>(rombohedral) | basit (P)                                                                     | $a = b = c$<br>$\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$                | bir adet 3-kat<br>dönme eksen                              |
| monoklinik                | basit (P)<br>taban merkezli (A,B,C)                                           | $a \neq b \neq c$<br>$\alpha = \beta = 90^\circ \neq \gamma$          | bir adet 2-kat<br>dönme eksen                              |
| triklinik                 | basit (P)                                                                     | $a \neq b \neq c$<br>$\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$    | yok                                                        |



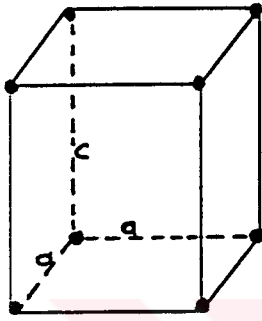
Kübik - P



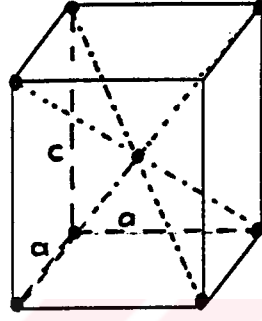
Kübik - I



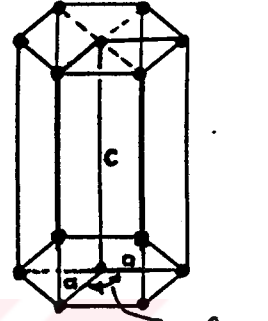
Kübik - F



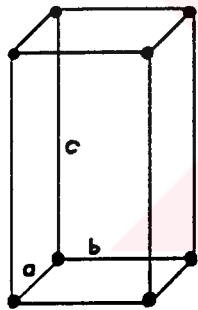
Tetragonal - P



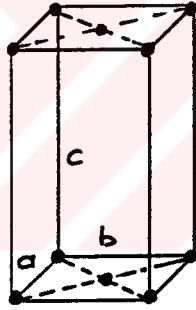
Tetragonal - I



Hekzagonal - P



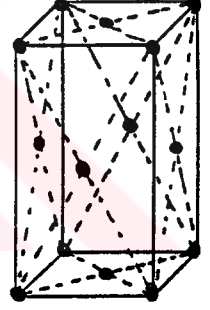
Ortarombik - P



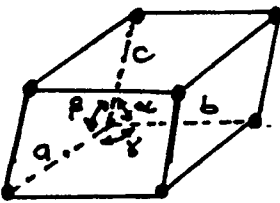
Ortarombik - C



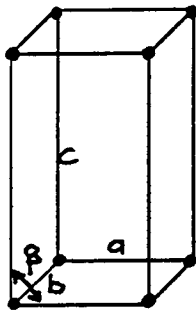
Ortarombik - I



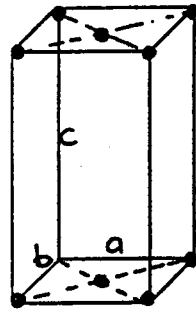
Ortarombik - F



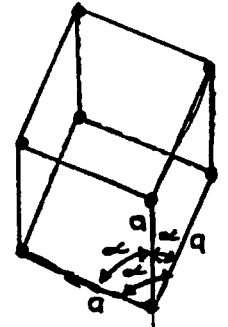
Triklinik - P



Monoklinik - P



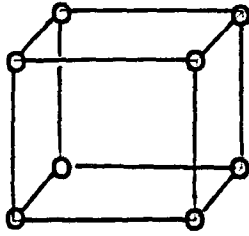
Monoklinik - C



Trigonal - P

Şekil 3.2. Kristal sistemleri ve 14 Bravais örgüsü

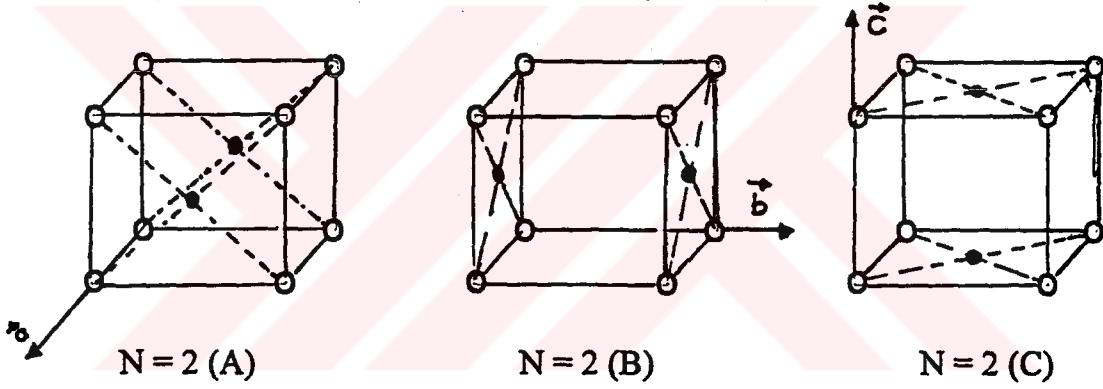
Birim hücrenin sadece köşelerinde örgü noktası varsa, bu tip birim hücreye (primitif) birim hücre denir. P ile gösterilir (Şekil 3.3).



$$N = 1 (P)$$

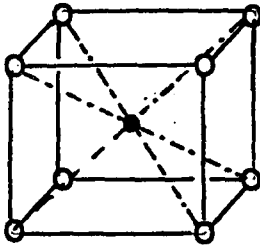
Şekil 3.3. Basit birim hücre

Birim hücrenin köşelerinde ve karşılıklı iki yüzün ortasında örgü noktası varsa, A, B ve C yüzey merkezli birim hücre denir (Şekil 3.4).



Şekil 3.4. A, B ve C yüzey merkezli birim hücreler

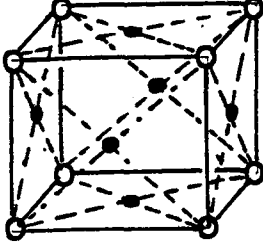
Birim hücrenin hem köşelerinde hem de birim hücrenin merkezinde örgü noktası varsa buna cisim merkezli birim hücre denir ve (I) ile gösterilir (Şekil 3.5).



$$N = 2 (I)$$

Şekil 3.5. Cisim merkezli birim hücre

Örgü noktaları hem birim hücrenin köşelerinde hem de bütün yüzey merkezlerinde bulunuyor ise, bu tip birim hücrelere yüz merkezli birim hücre denir ve F ile gösterilir (Şekil 3.6).



$$N = 4 (F)$$

Şekil 3.6. Yüz merkezli birim hücre

### 3.3. Kristal Düzlemleri ve Miller İndisleri

Kristal içerisinde yüzeyleri veya düzlemleri belirlerken, herhangi bir başlangıç noktası vermeden bunları belirleyecek bir gösterim şekli de kullanılabilir. Bunun kolay bir yolu Miller tarafından bulunmuştur. Bu yüzden de gösterim için kullanılan indislere Miller indisleri denir (Durlu, 1992).

Miller indisleri kristalografik düzlemlerin, eksenleri kestikleri noktaların kesirsel koordinatlarının tersidir (Cullity, 1966).

Bir düzlemin Miller indisleri bulunurken aşağıdaki sıralama takip edilir.

- Birim hücrenin eksen uzunlukları belirlenir.
- Düzlemin birim hücre eksenleri ile kesişme noktaları bulunur.
- Bu noktalara ait uzaklığın, birim hücrenin kenar uzunluklarına olan oranı belirlenir.
- Bu oranın tersi alınır ve bulunan sayıların hepsi en küçük mümkün tam sayılar olacak şekilde ortak bir sayıyla çarpılır.

– Sonuçta bulunan sayılar ortak parantez içinde yazılır (Durlu, 1992).

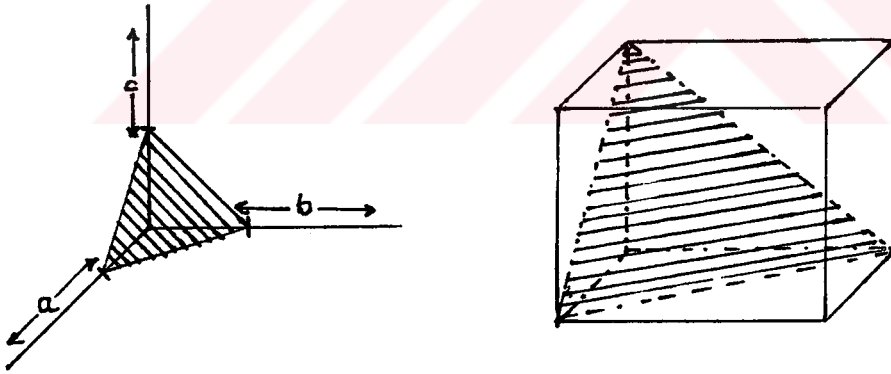
Birim hücrenin eksen uzunlukları  $a$ ,  $b$  ve  $c$ , düzlemin eksenleri kestiği noktalar ise  $x$ ,  $y$  ve  $z$  olsun. Düzlemin eksen kestiği noktaların kesirsel koordinatları  $\frac{x}{a}$ ,  $\frac{y}{b}$  ve  $\frac{z}{c}$  olacaktır.

Kesirsel koordinatların tersi de Miller indisleri ise;

$$h = \frac{a}{x}, \quad k = \frac{b}{y}, \quad \ell = \frac{c}{z} \quad (3.1)$$

şeklinde olacaktır.

Örnek olarak  $a$ ,  $b$ ,  $c$  doğrultularını  $2$ ,  $2$ ,  $2$ 'de kesen bir düzlem düşünölsün. Birim hücre boyutlarının oranı  $1/2$ ,  $1/2$ ,  $1/2$  olacaktır. En küçük tam sayı olması için  $2$  ile çarpıldıktan sonra çıkan sayılar Miller indisleri olarak  $(111)$  şeklinde bulunur (Şekil 3.7).



Şekil 3.7. Miller indisi  $(111)$  olan düzlemin gösterimi

### 3.4. Düzlemlerarası Uzaklık

Bir  $(h k \ell)$  düzlem takımı içinde, iki düzlem arasındaki  $d$  mesafesi aşağıdaki denklem ile bulunur (Cullity, 1966).

$$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{V^2} (S_{11} h^2 + S_{22} k^2 + S_{33} \ell^2 + 2S_{12} hk + 2S_{23} k \ell + 2S_{13} h \ell) \quad (3.2)$$

Bu denklemde;

$V$  : Birim hücrenin hacmi

$$S_{11} = b^2.c^2.\sin^2 \alpha$$

$$S_{22} = a^2.c^2.\sin^2 \beta$$

$$S_{33} = a^2.b^2.\sin^2 \gamma$$

$$S_{12} = a.b.c^2 (\cos \alpha . \cos \beta - \cos \gamma)$$

$$S_{13} = a^2.b.c (\cos \beta . \cos \gamma - \cos \alpha)$$

$$S_{23} = a.b^2.c (\cos \gamma . \cos \alpha - \cos \beta)$$

### 3.5. Hücre Hacmi

Aşağıdaki denklem birim hücrenin  $V$  hacmini verir (Cullity, 1966).

$$V = a.b.c. \sqrt{1 - \cos^2 \alpha - \cos^2 \beta - \cos^2 \gamma + 2\cos \alpha . \cos \beta . \cos \gamma} \quad (3.3)$$

### 3.6. Düzlemlerarası Açılar

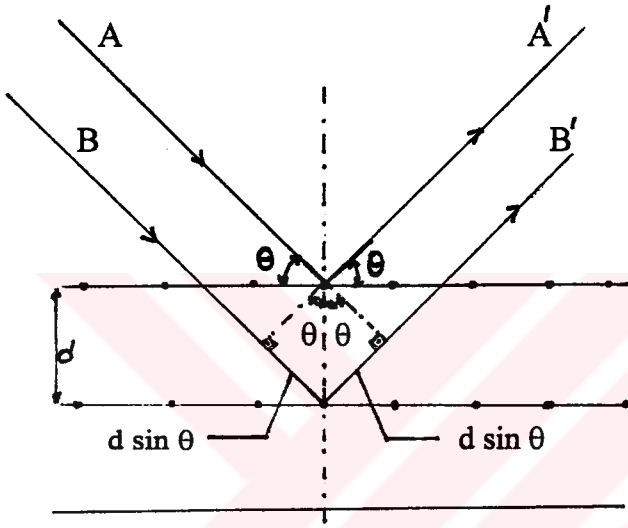
Aynı Miller indisli düzlemlerin birbirlerine paralel olduğu açı  $0^\circ$ 'dir. Farklı Miller indislere sahip  $(h_1 k_1 \ell_1)$  ve  $(h_2 k_2 \ell_2)$  düzlemleri arasındaki açı  $\theta$  ise;

$$\begin{aligned} \cos \theta = \frac{d_1 d_2}{V} [S_{11} h_1 h_2 + S_{22} k_1 k_2 + S_{33} \ell_1 \ell_2 + S_{23} (k_1 \ell_2 + k_2 \ell_1) \\ + S_{13} (\ell_1 h_2 + \ell_2 h_1) + S_{12} (h_1 k_2 + h_2 k_1)] \end{aligned} \quad (3.4)$$

bağıntısından bulunur (Cullity, 1978).

### 3.7. Bragg Şartı

Kristal içerisindeki paralel örgü düzlemlerinden yansıyan ışınların yapıcı girişim deseni oluşturabilmesi için W. L. Bragg tarafından ortaya atılan şartı sağlamalıdır.



Şekil 3.8. Kristal düzlemlerinden x-ışınlarının saçılması

Şekil 3.8'da görüldüğü gibi paralel örgü düzlemlerinden yansıyan AA' ve BB' ışınlarının arasındaki optik yol farkı;

$$\Delta = 2d \sin \theta \quad (3.5)$$

olur. Yapıcı girişim için, yol farkının, dalga boyunun tam katları;

$$\Delta = n \lambda \quad (3.6)$$

şeklinde olması gerekir ( $n = 1, 2, 3, \dots$ ).

Burada örgü düzlemlerinin arasındaki uzaklık  $d$  ve düzlemlerle ışınların yaptığı açı  $\theta$ 'dır.

Paralel örgü düzlemlerinden yansıyan ışınların aydınlık çizgiler oluşturabilmesi için;

$$2d \sin\theta = n \lambda \quad (3.7)$$

olur ve buna Bragg şartı denir (Aygün, 1992).

Bragg yansıması seçici bir yansımadır. Bu seçicilik örgünün periyodik oluşunun bir sonucudur. Yansıma şartında  $\sin\theta$ 'nın alabileceği en büyük değer;

$$\sin\theta \leq 1 \quad (3.8)$$

$$\sin\theta = \lambda / 2d \leq 1 \quad (3.9)$$

$$\lambda \leq 2d \quad (3.10)$$

bulunur. Buna göre kristal düzlemlerinde bir ışının yansıma yapabilmesi için Eşitlik 3.10. şartı sağlanmalıdır.

### 3.8. Ters Örgü ve Ters Örgünün Kırınımında Kullanılması

Kristal örgü vektörleri  $\bar{a}$ ,  $\bar{b}$ ,  $\bar{c}$  ile gösterilirken, ters örgü vektörleri;

$\bar{a}^*$ ,  $\bar{b}^*$ ,  $\bar{c}^*$  şeklinde gösterilir. Kristalin herhangi bir örgü noktasına uzanan vektör;

$$\bar{r} = u \bar{a} + v \bar{b} + w \bar{c} \quad (3.11)$$

şeklinde gösterilir. Ters örgüde ise;

$$\bar{r}^* = h \bar{a}^* + k \bar{b}^* + l \bar{c}^* \quad (3.12)$$



ile gösterilir. Burada  $h, k, l$  tamsayılarıdır. Kristal örgüde  $\vec{b}$ ,  $\vec{c}$  vektörlerinin teşkil ettiği yüzeye  $\vec{a}^*$  diktir,  $\vec{c}$ ,  $\vec{a}$  vektörlerinin teşkil ettiği yüzeye  $\vec{b}^*$  diktir ve  $\vec{b}$ ,  $\vec{a}$  vektörlerinin teşkil ettiği yüzeye  $\vec{c}^*$  diktir.

Buradan;

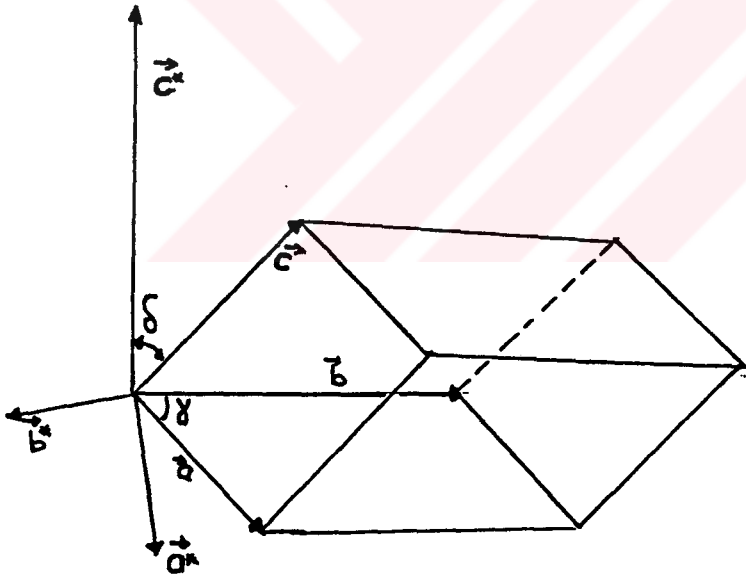
$$\vec{a} \cdot \vec{b} = 0; \vec{a} \cdot \vec{c} = 0; \vec{b} \cdot \vec{a} = 0; \vec{b} \cdot \vec{c} = 0; \vec{c} \cdot \vec{a} = 0; \vec{c} \cdot \vec{b} = 0$$

ve

$$\vec{a} \cdot \vec{a} = 1; \vec{b} \cdot \vec{b} = 1; \vec{c} \cdot \vec{c} = 1 \quad (3.13)$$

elde edilir.

Şekil 3.9'da  $\vec{c}^*$  c arasındaki açı  $\delta$ 'dır.



Şekil 3.9.  $\vec{a}$  ve  $\vec{b}$ 'ye dik olan  $\vec{c}^*$  ters örgü eksenini

$\vec{c}^* \cdot \vec{c} = 1$  olduğundan  $c^* \cdot c \cdot \cos \delta = 1$  olması demektir. Böylece  $c \cdot \cos \delta$ , (001) düzlemleri arasındaki uzaklık olur. Aynı durum  $\vec{a}^*$  ve  $\vec{b}^*$  ters örgü eksenleri için de geçerlidir. Buradan görüldüğü gibi kristal eksenleri birbirine dik ise ters örgü eksenleri de birbirine diktir ve kristal eksenlerine paraleldir.

Kristal içerisindeki bir düzlem takımına ters örgüde bir nokta karşılık gelir. Şekil 3.9'da birim hücrenin taban alanını  $ab \sin \gamma$  ve yüksekliği  $c \cos \delta$  bulunur. Burada birim hücrenin hacmi;

$$V = (\vec{a} \times \vec{b}) \cdot \vec{c} = (\vec{b} \times \vec{c}) \cdot \vec{a} = (\vec{c} \times \vec{a}) \cdot \vec{b} \quad (3.14)$$

şeklinde yazılır.  $\vec{a}^*$ ,  $\vec{b}^*$  ve  $\vec{c}^*$ ,  $\vec{b} \times \vec{c}$ ,  $\vec{c} \times \vec{a}$  ve  $\vec{a} \times \vec{b}$  doğrultularındadır ve boyları;

$$\vec{a}^* = \frac{\vec{b} \times \vec{c}}{a(\vec{b} \times \vec{c})}, \quad \vec{b}^* = \frac{\vec{c} \times \vec{a}}{b(\vec{c} \times \vec{a})}, \quad \vec{c}^* = \frac{\vec{a} \times \vec{b}}{c(\vec{a} \times \vec{b})} \quad (3.15)$$

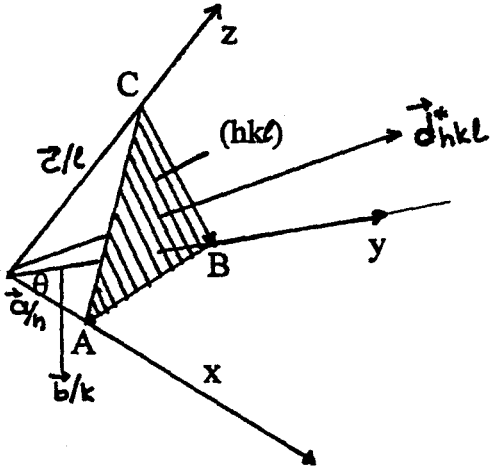
ifadeleri ile elde edilir.

Kristal örgüde  $d_{hkl}$  uzaklığı  $\vec{r}_{hkl}^*$  ters örgü vektörünün uzunluğunun tersidir. Kristal uzayının başlangıç noktası (000) alınsın ve  $(hkl)$  takımına bir sonraki düzlemle arasındaki uzaklık  $|\vec{r}_{hkl}^*|$  olacaktır.  $|\vec{a}|/h$  olur.  $\vec{a}/h$  vektörü ile  $\vec{r}_{hkl}^* / |\vec{r}_{hkl}^*|$  birim vektörü skaler olarak çarpılırsa  $d_{hkl}$ ;

$$|\vec{r}_{hkl}^*| = \frac{1}{d_{hkl}} \quad (3.16)$$

olarak bulunur ve  $h, k, \ell$  tamsayılarıdır.

Kristal örgü eksenleri  $a, b, c$ 'yi  $A, B$  ve  $C$ 'de kesen  $(hkl)$  düzlemi Şekil 3.11'da gösterilmiştir.



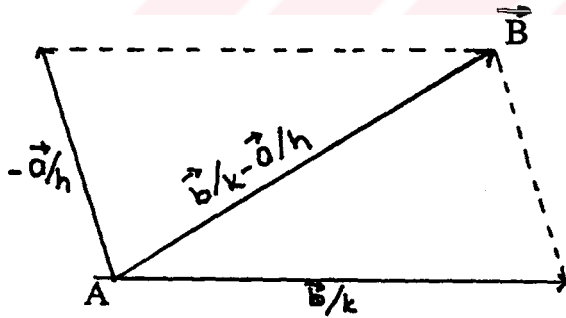
Şekil 3.10. Ters örgü vektörü

Orijinden A, B ve C noktalarına uzanan vektörler  $\vec{a}/h$ ,  $\vec{b}/k$  ve  $\vec{c}/l$  'dir.

Orijinden benzer  $hkl$  ters örgü noktasına uzanan  $\vec{d}_{hkl}^*$ ;

$$\vec{d}_{hkl}^* = h \cdot \vec{a}^* + k \cdot \vec{b}^* + l \cdot \vec{c}^* \quad (3.17)$$

ile verilir.



Şekil 3.11.  $\vec{B}$  'nin bileşenleri cinsinden gösterimi

Şekil 3.11'de gösterilen  $A\vec{B}$  'nin büyüklüğü ve yönü;

$$A\vec{B} = (\vec{b}/k - \vec{a}/h), \quad \vec{A} = \vec{b}/k - \vec{c}/l \quad \text{ve} \quad \vec{B} = \vec{a}/h - \vec{b}/k \quad (3.18)$$

ile verilir.

$\vec{d}^*$  ile  $A\vec{B}$  'nin skaler çarpımı alınır;

$$\begin{aligned}\vec{d}_{hkl}^* \cdot A\vec{B} &= (h\vec{a}^* + k\vec{b}^* + \ell\vec{c}^*) \cdot (\vec{b}/k - \vec{a}/h) \\ &= h/k (\vec{a}^* \cdot \vec{b}) + k/k (\vec{b}^* \cdot \vec{b}) + \ell/k (\vec{c}^* \cdot \vec{b}) - h/h (\vec{a}^* \cdot \vec{a}) \\ &\quad - h/k (\vec{b}^* \cdot \vec{a}) - \ell/h (\vec{c}^* \cdot \vec{a})\end{aligned}\quad (3.19)$$

elde edilir.

$$\vec{a}^* \cdot \vec{b} = \vec{b}^* \cdot \vec{a} = \vec{c}^* \cdot \vec{b} = \vec{c}^* \cdot \vec{a} = 0 \quad (3.20)$$

$$\vec{a}^* \cdot \vec{a} = \vec{b}^* \cdot \vec{b} = \vec{c}^* \cdot \vec{c} = 1 \quad (3.21)$$

olduğundan;

$$\vec{d}_{hkl}^* \cdot A\vec{B} = 0, \vec{d}_{hkl}^* \cdot B\vec{C} = 0 \text{ ve } \vec{d}_{hkl}^* \cdot C\vec{A} = 0 \quad (3.22)$$

elde edilir. Skaler çarpımın sıfır çıkması için;

$$\vec{d}_{hkl}^* \perp A\vec{B}; \quad \vec{d}_{hkl}^* \perp B\vec{C}; \quad \vec{d}_{hkl}^* \perp C\vec{A} \quad (3.23)$$

olmak zorundadır.

$a/h$  (veya  $c/\ell$ ) uzunluğunun izdüşümü  $d_{hkl}$  'ye eşittir. Bu nedenle;

$$d_{hkl} = a/h \cos \epsilon = a/h \hat{n} \quad (3.24)$$

yazılabilir. Burada  $\epsilon$  (alf) ile düzlemin normali arasındaki açı,  $\hat{n}$  ise normal doğrultudaki birim vektördür ve  $\vec{d}_{hkl}^*$  'nin doğrultusundadır.

$$\hat{n} = \frac{\vec{d}_{hkl}^*}{|\vec{d}_{hkl}^*|}$$

$$d_{hkl} = (a/h \cdot \hat{n})$$

$$d_{hk\ell} = \frac{\bar{a} \cdot \bar{d}_{hk\ell}^*}{h \cdot |\bar{d}_{hk\ell}^*|}$$

$$d_{hk\ell} = \bar{a} / h \cdot [(h \bar{a}^* + k \bar{b}^* + \ell \bar{c}^*) / d_{hk\ell}^*]$$

$$d_{hk\ell} = \{(h.1) + (k.0) + (\ell.0)\} / (h \cdot d_{hk\ell}^*)$$

$$d_{hk\ell} = 1 / d_{hk\ell}^* \quad (3.25)$$

bulunur (Lipson ve Steeple, 1961).

Kristalin üzerine düşen x-ışınlarının ardarda (hkℓ) düzlemlerinden saçılan ışınların yapıcı girişim meydana getirmesi için iki şarta uyması gerekir.

Birinci şart:

$$2d \sin\theta = n\lambda$$

İkinci şart:

$$d_{nh, nk, n\ell} = 1 / n \cdot d_{hk\ell} \quad (3.26)$$

olduğundan;

$$\sin\theta_{nh, nk, n\ell} = (1 \cdot \lambda) / 2d_{nh, nk, n\ell} \quad (3.27)$$

şeklinde yazılır. Burada n; kırınımın mertebesini göstermektedir. Aralarındaki uzaklık d olan düzlem takımlarından n. mertebeden yansıma, düzlemler arası uzak d/n olan düzlemlerden n. mertebeden yansıma olarak değerlendirilir (Cullity, 1966). Budurumda Bragg şartı;

$$\sin\theta_{hk\ell} = \lambda / 2d_{hk\ell} \quad (3.28)$$

şeklinde yazılır. Bağıntı;

$$\sin\theta_{hk\ell} = \{1 / d_{hk\ell}\} / (2 / \lambda) = \sigma / 2\rho \quad (3.29)$$

düşünülsün.



### 3.9. X-ışınlarının Bir Elektron Tarafından Saçılması

X-ışını bir elektromanyetik dalgadır. Elektromanyetik dalga olduğundan yayılma doğrultusuna ve birbirlerine dik elektrik ve manyetik alanlardan oluşmuştur. X-ışınları elektronla etkileştiğinde elektrik alandan dolayı  $\vec{F} = q \cdot \vec{E} = -e \vec{E}$  kuvvetin etkisiyle zıt yönde elektronlar ivmeli hareket yaparlar. İvmeli hareket eden elektronlar; gelen ışığın dalga boyu ile aynı dalga boyuna sahip bir elektromanyetik dalga yayar ve x-ışınını saçarlar. Buna Kohorent saçılma denir.

Gelen ışığın şiddeti ile saçılan ışığın şiddeti arasındaki bağıntı;

$$I = I_0 \frac{e^4}{r^2 m^2 c^4} \sin^2 \alpha \quad (3.32)$$

ile verilir.

$I$  : Bir tek elektronun saçtığı demetin şiddeti

$I_0$  : Gelen ışınların şiddeti

$r$  : Saçılan ışığın elektrona olan uzaklığı

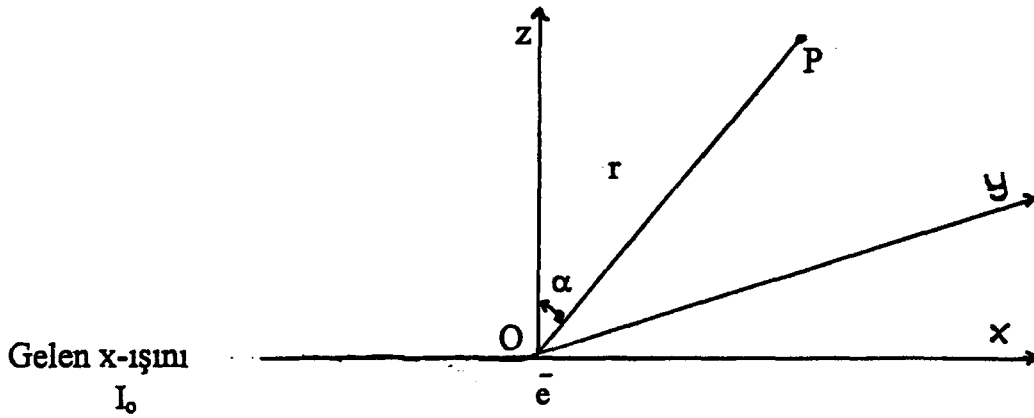
$m$  : Elektronun kütlesi

$c$  : Işık hızı

$e$  : Elektronun yükü

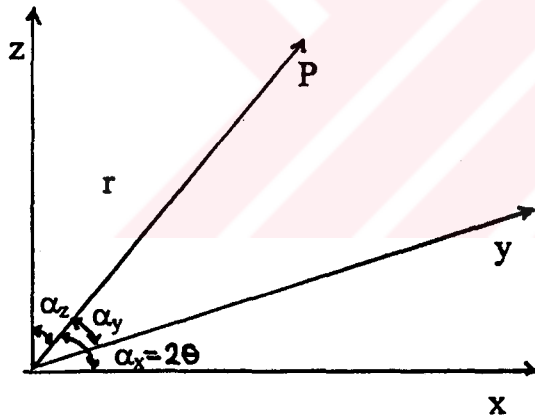
$\alpha$  :Yüklü parçacığın ivmelenme doğrultusu ile saçılma doğrultusu arasındaki açı

Şekilde 3.14’de x-ışınının bir elektron tarafından saçılması gösterilmiştir.



Şekil 3.13. X-ışınının bir elektron tarafından saçılması

Gelen demet şekil 3.13'deki gibi Ox doğrultusunda gelen x-ışını O noktasında bulunan elektronla etkileşince ve x eksenini ile  $2\theta$  açısı yaptığına göre P noktasındaki saçılma şiddeti bulunacak olursa;



Şekil 3.14. X-ışınlarının tek elektron tarafından kohorent olarak saçılışı

Şekil 3.14'de gelen x-ışını  $E^2 = E_y^2 + E_z^2$  şeklinde iki düzlem bileşenine ayrılır.  $\bar{E}$  alanının doğrultusunun keyfi olduğundan ortalama olarak;

$$E_y^2 = E_z^2 = (1/2) \cdot E^2 \quad (3.33)$$

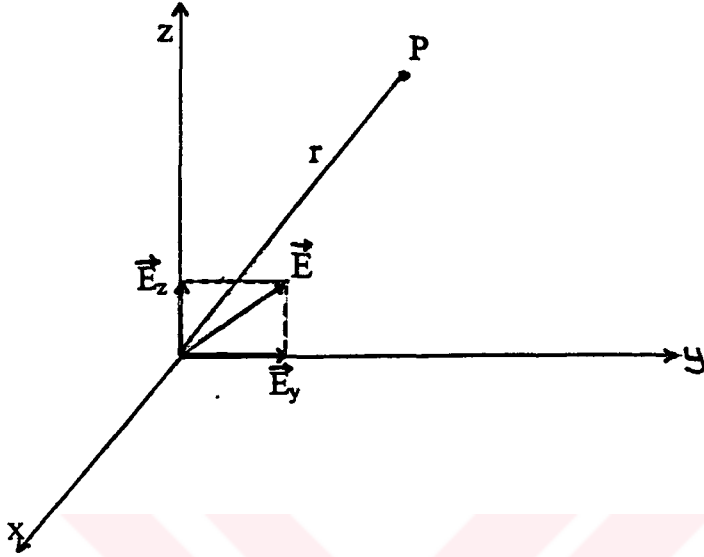
alınabilir. Burada  $\bar{E}$  dalgaının genliğidir.

Bir dalgaının genliği karesi ile orantılır. Bundan dolayı da;



$$I_{oy} = I_{oz} = 1/2 I_0 \quad (3.34)$$

yazılır.



Şekil 3.15. X-ışınlarının bir tek elektron tarafından kohorent olarak saçılmasında elektriksel alan bileşenleri

P'deki toplam saçılmış şiddet, bileşenlerinin toplamı;

$$I_P = I_{Py} + I_{Pz} \quad (3.35)$$

$$I_{Pz} = I_0/2 [(e^2/mrc^2)]^2 \cdot \sin^2 \alpha_z \quad (3.36)$$

$$I_{Py} = I_0/2 [(e^2/mrc^2)]^2 \cdot \sin^2 \alpha_y \quad (3.37)$$

olur.

Eşitlik 3.36 ve 3.37'deki ifadelerin toplamı;

$$I = I_0/2 [(e^2/mrc^2)]^2 \cdot (\sin^2 \alpha_z + \sin^2 \alpha_y) \quad (3.38)$$

olur.

$$1 + \cos^2 2\theta = \sin^2 \alpha_z + \sin^2 \alpha_y \quad (3.39)$$

$$I = I_0 [(e^2/mrc^2)]^2 \cdot 1/2 (1 + \cos^2 2\theta) \quad (3.40)$$

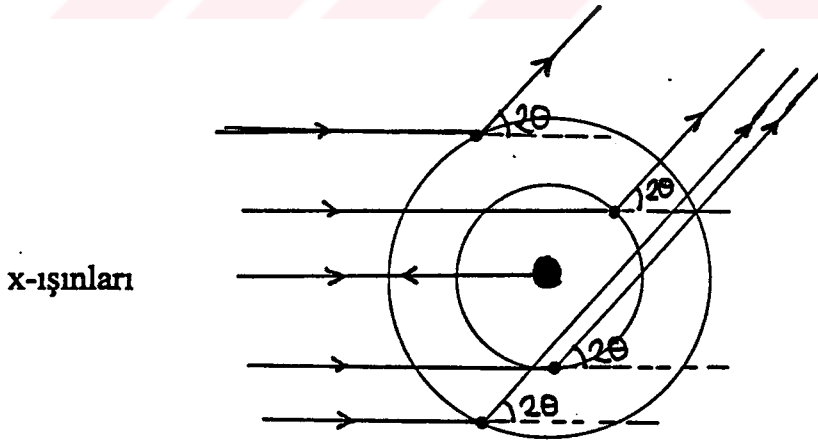
şeklinde ifade edilir. Burada  $1/2 (1 + \cos^2 2\theta)$  çarpanı polarizasyon faktörüdür.

Saçılan x-ışınının şiddeti saçıcı elektrona olan mesafenin ( $r$ ) karesi ile orantılı olarak azalır.

X-ışının etkileştiği elektronlarda kohorent olmayan saçılma gözlenirse; x-ışınları enerjilerinin bir kısmını elektrona kinetik enerji olarak aktarıyor demektir.

### 3.10. X-ışınlarının Bir Atom Tarafından Saçılması

Bir atom üzerine gelen x-ışınları elektron ve çekirdekle etkileşeceklerdir. Çekirdeğin kütlesi elektronun kütlesine göre çok büyük olduğundan titreşim yapmaz. X-ışını sadece atomun elektronları tarafından saçılır. Elektronların çekirdek etrafında farklı yerlerde bulunduğundan saçılan x-ışınları arasında da faz farkı vardır (Şekil 3.16).



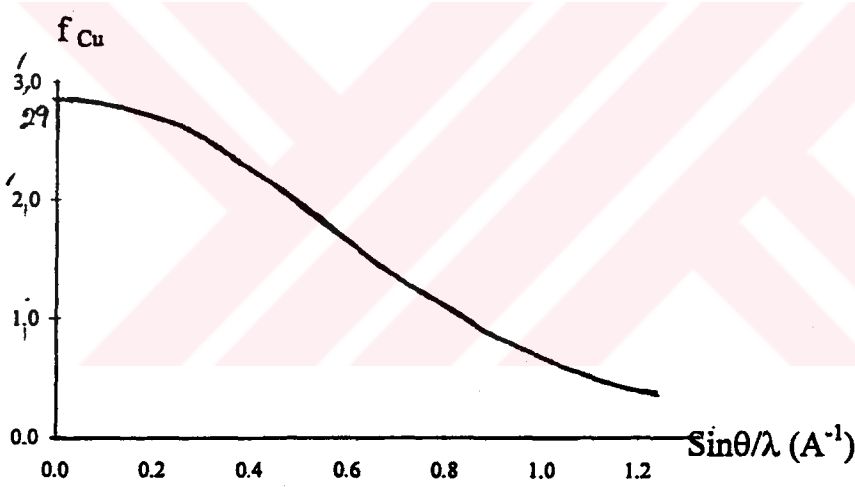
Şekil 3.16. Bir atomun x-ışınlarını saçması

Eğer saçılmadan sonra alınan yollar aynı ise faz farkı yoktur. Atomik saçılma faktörü atomdan atoma değişir. Bu  $f$  ile gösterilir ve büyüklüğü;

$$f = \frac{\text{Atomdaki tüm elektronlardan saçılan dalganın genliği}}{\text{Bir elektron tarafından saçılan dalganın genliği}} \quad (3.41)$$

olarak tanımlanır.

Bir atomun ileri yönde saçılan ışınının ( $2\theta = 0$ ) durumu için  $f = Z$ 'dir. Fakat  $\theta$  arttıkça elektronların teker teker saçtıkları dalgalar arasındaki faz farkı artar ve  $f$  azalır.  $\theta$ 'nın sabit bir değerinde dalga boyu ne kadar küçük ise  $f$  de o kadar küçüktür. Çünkü dalga boyu küçüldükçe faz farkı büyüyecektir.  $f$ 'nin hesabı yapılacaksa  $\theta$ 'ya değil de  $\sin\theta$ 'ya bağlı olduğu görülür. Öyle ki  $\sin\theta/\lambda$ 'nın miktarları artınca  $f$  azalır.  $f$ 'nin bakır atomu için  $\sin\theta/\lambda$ 'ya göre değişimini gösteren eğri Şekil 3.17'de verilmiştir (Cullity, 1966).



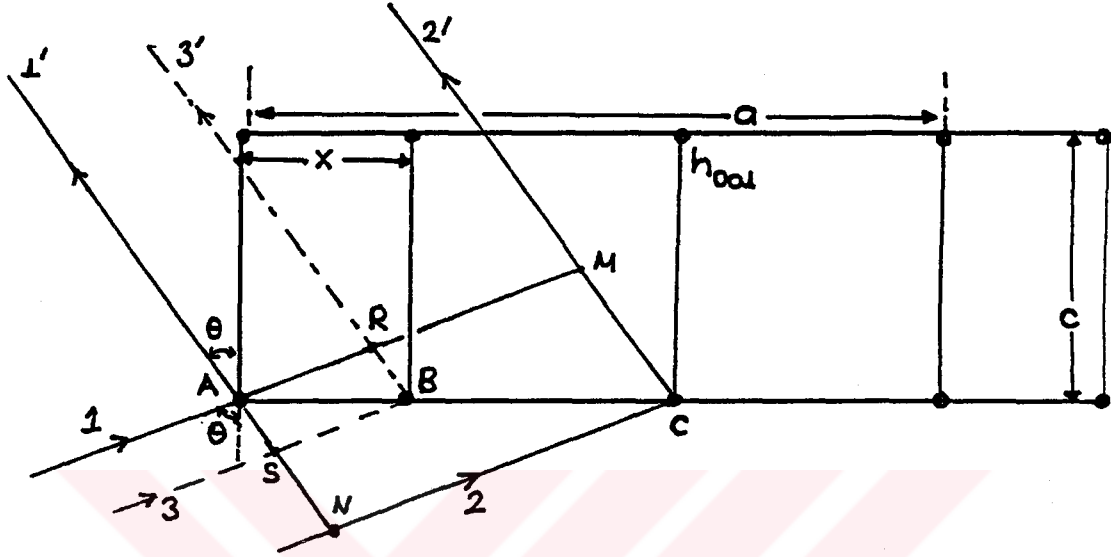
Şekil 3.17. Bakırın atomik saçılma faktörü

### 3.11. X-ışınlarının Birim Hücre Tarafından Saçılması

✱

Kristal, birim hücrelerin periyodik bir şekilde düzenlenmesinden oluştuğu için birim hücredeki saçılma bütün kristal için geçerlidir. Atomların konumları saçılan ışınların arasındaki faz farkını etkiler. Şekil 3.18'de gösterilen bir birim hücre alınsın.

A, birim hücrenin orijini olarak alınsın ve  $h00$  düzlemlerinde, difraksiyon meydana gelsin.



Şekil 3.18. Atomun konumunun yansıyan ışınlar arasındaki faz farkına etkisi

Bragg şartı gerçekleşirse;  $2'$  ile  $1'$  ışınları arasındaki yol farkı;

$$\delta_{2'1'} = MCN = 2d_{h00} \sin\theta = \lambda \quad (3.42)$$

ile ifade edilir. Miller indisleri tanımından;

$$d_{h00} = AC = a / h \quad (3.43)$$

$3'$  ile  $1'$  arasındaki yol farkı  $2'$  ile  $1'$  arasındaki yol farkından daha küçüktür.

$$\delta_{3'1'} = RBS = (AB/AC) \cdot \lambda = \frac{x}{a/h} \cdot \lambda \quad (3.44)$$

Eğer yol farkı ( $\delta$ ) faz farkı radyan cinsinden yazılırsa;

$$\phi = (\delta/\lambda) \cdot 2\pi \quad (3.45)$$

elde edilir.

$2\pi$  açısal faz farkı radyan olarak,  $\lambda$  kadar yol farkına karşılık gelir.

B atomundan saçılan dalga ile orijindeki A atomundan saçılan dalga arasındaki faz farkı;

$$\phi_{3'1'} = (\delta_{3'1'}/\lambda).2\pi = 2\pi h x / a \quad (3.46)$$

eşitliği ile verilir.  $u = x/a$  atomun kesirsel koordinatı ise faz farkı;

$$\phi_{3'1'} = 2\pi h u \quad (3.47)$$

olur. Tek boyuttaki bu ifade üç boyutta;

$$\phi = 2\pi (h u + k v + \ell w) \quad (3.48)$$

ile verilir. Saçılan herhangi bir dalga boyu üstel olarak;

$$A.e^{i\phi} = f.e^{2\pi (h u + k v + \ell w)} \quad (3.49)$$

şeklinde ifade edilir. Kristal yapının tüm atomlarından saçılan dalgaların genlikleri, onların fazları da dikkate alınarak toplanacak olursa, saçılma genliği elde edilir. Buna yapı faktörü denir ve  $F(hk\ell)$  ile gösterilir.

$$|F| = \frac{\text{Birim hücredeki tüm atomlardan saçılan dalga genliği}}{\text{Bir elektrondan saçılan dalga genliği}} \quad (3.50)$$

Birim hücrede  $n$  tane atom bulunan bir kristal için yapı faktörü;

$$F = \sum_{n=1}^N f_n e^{i\phi_n} \quad (3.51)$$

ve  $\phi$  yerine Eşitlik 3.48'deki ifade yazılacak olursa;

$$F = \sum_{n=1}^N f_n e^{2\pi i (h u_n + k v_n + \ell w_n)} \quad (3.52)$$

ifadesi elde edilir.

### 3.12. Yapı Faktörü Hesapları

a) Basit örgüde, 000 kesirsel koordinatlarında bir tek atom vardır. Bu durumda yapı faktörü;

$$F = f \cdot e^{2\pi i (0)} = f \quad (3.53)$$

$hk\ell$  'den bağımsız olup, sönüm şartı yoktur ve  $hk\ell$  'den bağımsız yansıma olur.

b) Taban (C) merkezli örgüde, 000 ve  $\frac{1}{2}\frac{1}{2}0$  kesirsel koordinatlarında aynı cins iki atom vardır.

$$F = f \cdot e^{2\pi i (0)} + f \cdot e^{2\pi i [(h/2) + (k/2)]} \quad (3.54)$$

$$F = f (1 + e^{\pi i (h+k)}) \quad (3.55)$$

$$F = \begin{cases} 0 & h \text{ ve } k \text{ karışık} \\ 2f & h \text{ ve } k \text{ karışık değil (hepsi tek veya çift)} \end{cases} \quad (3.56)$$

c) Cisim merkezli örgüde, 000 ve  $\frac{1}{2}\frac{1}{2}\frac{1}{2}$  kesirsel koordinatlarında aynı cins iki atom vardır.

$$F = f \cdot e^{2\pi i (0)} + f \cdot e^{2\pi i [(h/2) + (k/2) + (\ell/2)]} \quad (3.57)$$

$$F = f (1 + e^{\pi i (h+k+\ell)}) \quad (3.58)$$

$$F = \begin{cases} 2f & h + k + \ell = \text{çift} \\ 0 & h + k + \ell = \text{tek} \end{cases} \quad (3.59)$$

d) Yüz merkezli örgüde 000  $\frac{1}{2}\frac{1}{2}0$ ,  $\frac{1}{2}0\frac{1}{2}$ ,  $0\frac{1}{2}\frac{1}{2}$  kesirsel koordinatlarında aynı cins dört atom vardır.

$$F = f [1 + e^{\pi i (h+k)} + e^{\pi i (k+\ell)} + e^{\pi i (h+\ell)}] \quad (3.60)$$

$$F = \begin{cases} 0 & \text{h, k ve } \ell \text{ karışık} \\ 4f & \text{h, k ve } \ell \text{ karışık olmayan indisli ise} \\ & \text{yani (h+k), (k+\ell), (h+\ell) hepsi çift ise;} \end{cases} \quad (3.61)$$

h, k ve  $\ell$  değerlerine (çift, tek ve karışık) göre yansıma şartları gösterilmiştir.

F : Yapı faktörü

f : Atomik saçma veya saçılma faktörü

h, k ve  $\ell$  : Miller indisleri



## 4. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

### 4.1. Tek Kristal Çalışmaları

#### 4.1.1. Kristalin seçimi

X-ışınları difraksiyon yöntemiyle  $C_{13}H_{11}NOS$  kristalinin yapı analizini yapabilmek için; kristalin uygun büyüklükte ve tek kristal olması gerekmektedir.

Kristalin yeterince büyük olup olmadığı stereo mikroskobu (Euromex-Arnhem Model KTD-2) ile seçildi. Stereo mikroskobu ile seçilen kristallerin, polarizasyon mikroskobu (Hertel & Reuss Optic Kassel CN-hF) ile tek kristal olup olmadığı saptandı.

Kristal seçiminden sonra kristal ince cam çubuğa tutturuldu ve gonyometre başlığına monte edildi. Monte edilirken kristalin yüzeylerinden birisi gonyometre arklarına paralel olacak şekilde ayarlandı. Gonyometre başlığına monte edilen  $C_{13}H_{11}NOS$  kristali, Enraf-Nonius difraksiyon 583 jeneratörüne yerleştirilerek osilasyon ayarı yapıldı. Enraf-Nonius marka x-ışını jeneratörü ile sırasıyla Buerger Presesyon, Döner Kristal ve Weissenberg metodlarıyla tabaka filmleri çekildi. Film ölçümleri 0.01mm hassaslıktaki Enraf-Nonius marka mikrodensimetrede yapıldı. Mikrodensimetrede ölçülen açı, 0.025°'lik hassaslıkta ölçüldü.



#### 4.1.2. Kristalin yoğunluğunun ölçülmesi

$C_{13}H_{11}NOS$ 'nin yoğunluğunu yüzdürme metodu ile karbonditetraklorür ( $CCl_4$ ) ve tolüen ( $C_6H_5-CH_3$ ) kullanılarak ölçüldü. Yoğunluğu  $1.59 \text{ g/cm}^3$   $CCl_4$  ve  $0.87 \text{ g/ml}$  olan tolüen kullanılarak altı ölçüm yapılarak ortalama alındı ve yoğunluğu  $d_{ölç} = 1.337 \text{ g/cm}^3$  olarak bulundu.

#### 4.1.3. Kristalin lineer soğurma katsayısı

$C_{13}H_{11}NOS$ 'ni meydana getiren elementlerin kütle soğurma katsayıları ( $\mu_m = \mu / \rho$ ) bilindiğinden (International Tables for X-Ray Cryst.)  $CuK_\alpha$  için C, H, N, O ve S;

$$\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_C = 4.600 \text{ cm}^2/\text{g}$$

$$\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_H = 0.435 \text{ cm}^2/\text{g}$$

$$\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_N = 7.52 \text{ cm}^2/\text{g}$$

$$\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_O = 11.50 \text{ cm}^2/\text{g}$$

$$\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_S = 89.1 \text{ cm}^2/\text{g}$$

Kristalin soğurma katsayısı ( $\mu$ ) ise;

$$\mu = d_{ölç} \sum_i f_i (\mu / \rho)_i \quad (4.1)$$

$$\mu = d_{ölç} [f_C \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_C + f_H \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_H + f_N \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_N + f_O \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_O + f_S \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_S] \quad (4.2)$$

olur (Lipson ve Steeple, 1961).

$d_{ölç}$  : Kristalin ölçülen yoğunluğu

$f_i$  : Elementin kütle kesri (yüzde kütle)

$$f_C = 156.143 / 229.297 = 0.68$$

$$f_H = 11.08767 / 229.297 = 0.05$$

$$f_N = 14.0067 / 229.297 = 0.06$$

$$f_O = 15.9994 / 229.297 = 0.07$$

$$f_S = 32.06 / 229.297 = 0.14$$

değerleri yerine konulursa lineer soğurma katsayısı;

$$\mu (\text{CuK}_\alpha) = 22.56856 \text{ cm}^{-1}$$

olarak bulunur.

#### 4.1.4. Optimum kristal kalınlığı

$\text{C}_{13}\text{H}_{11}\text{NOS}$  lineer soğurma katsayısı ( $\mu = 22.56856 \text{ cm}^{-1}$ ) bulundu. Optimum kristal kalınlığı  $t$  ile gösterilecek olursa;  $t = 2 / \mu$  olur (Buerger, 1980).

Çalışılan kristal için;

$$t = 2 / \mu = 2 / 22.56856 = 0.0886 \text{ cm}$$

bulundu. Yani  $\text{C}_{13}\text{H}_{11}\text{NOS}$  kristali için en iyi çalışma kalınlığı  $0.0886 \text{ cm}$ 'dir.

Bu araştırmada ise çalışılan kalınlık  $0.03 \text{ cm}$ 'dir.

#### 4.2. Buerger Presesyon Metodu ile İnceleme

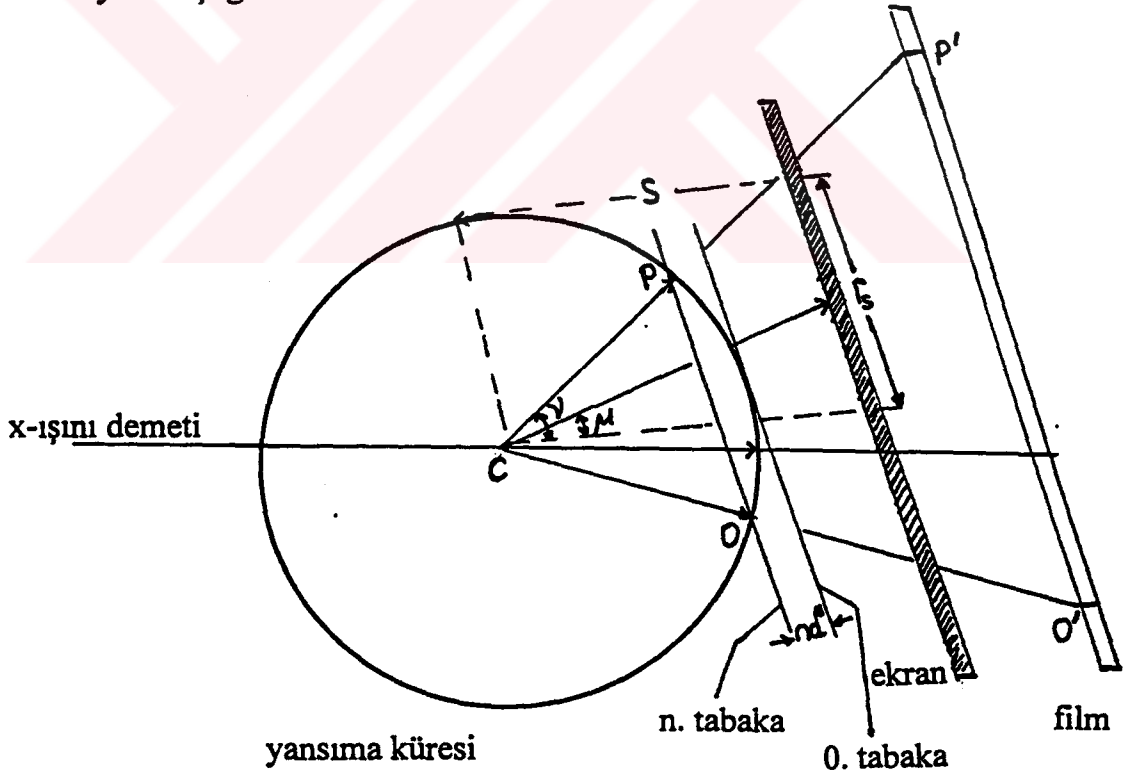
Cam çubuklara tutturulan kristallerin yüzeylerinden biri gonyometrenin arklarına paralel gelecek şekilde gonyometrenin başlığına takıldı. Gerekli açı ve osilasyon ayarı yapılarak Buerger metoduyla filmler çekildi.

Buerger tarafından bulunup geliştirilen bu metotta, ters örgü tabakaları büyültme faktörü ( $F$ ) ile büyütürük film üzerine düşürülür. Film ile kristal arasındaki uzaklığa büyültme faktörü denir (Kullanılan sistemde büyütme faktörü;  $F = 60\text{mm}$ ).

Buerger Presesyon metodunda desenlerin indislenmesi, birim hücre seçimi, boyutlarının ölçülmesi ve uzay grubunun bulunması diğer tek kristal metodlarına göre daha basit ve kullanışlıdır (Buerger, 1942).

Kristal tabakaları presesyon hareketi yaparlarken, filmde ters örgü tabakalarına paralel olarak presesyon hareketi yapar. Ters örgü tabakaları film üzerinde herhangi bir değişikliğe uğramadan oluşur.

Şekil 4.1 de Buerger Presesyon metodunda ters örgü tabakalarının film üzerinde kaydedilişi görülmektedir.



Şekil 4.1 Buerger Presesyon metodunun geometrisi

- $s$  : Tabaka seçici ekranın kristale olan uzaklığı  
 $r_s$  : Tabaka seçicinin ortasındaki açıklığın yarıçapı  
 $\mu$  : Presesyon (eğim) açısı  
 $\nu$  : Yansıma konisinin tepe yarım açısı  
 $d^*$  : Ters örgü birimi ( $d^* = \lambda / d$ )  
 $n$  : Ters örgünün ait olduğu tabakayı gösteren tamsayı  
 Şekil 4.1'den yararlanılarak;

$$\cos \nu = s / r_s \quad (4.3)$$

$$n.d^* = \cos \mu - \cos \nu, \text{ buradan } \cos \nu = \cos \mu - n.d^*$$

$$\nu = \cos^{-1} (\cos \mu - n.d^*) \quad (4.4)$$

olur.

Eşitlik 4.3'deki  $s$ 'nin değeri;

$$s = r_s \cot \nu \quad (4.5)$$

şeklindedir.

Eşitlik 4.5'deki  $\nu$ 'nün değeri yerine konursa;

$$s = r_s \cot \cos^{-1} (\cos \mu - n.d^*) \quad (4.6)$$

bağıntısı elde edilir (Integrating Prescession Camera Operating Instructions).

$\mu$ , eğim açısının sıfır değerinde deneme filmleri çekilerek ters örgü tabakalarından herhangi birinin gelen ışına dik olması sağlandı. Film üzerinde ters örgü tabakaları kaydedildi.

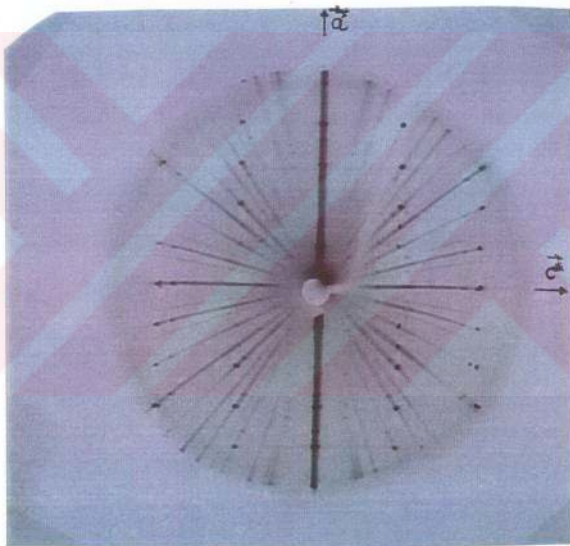
Tabakalara ait Buerger fotoğrafı çekimlerinde  $\mu = 20^\circ$  alındı ve Cu radyasyonu kullanıldı. Sıfırıncı tabaka filmleri ( $n = 0$ ) için  $r_s = 15$  mm alındı ve  $s$  uzaklığı;

$$s = 15 \cot \cos^{-1} (\cos 20) \quad (4.7)$$

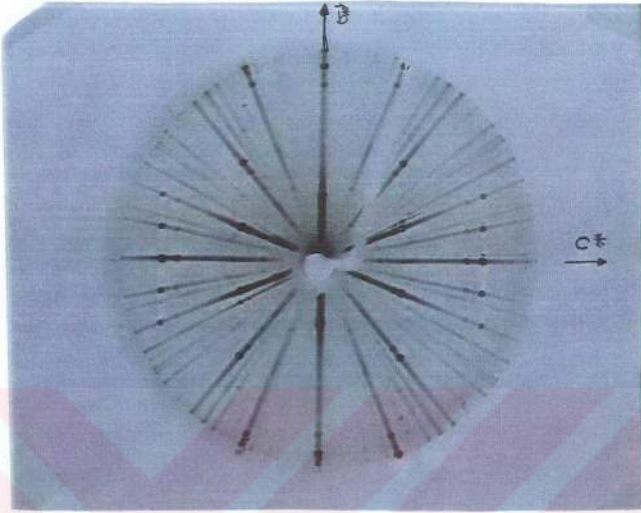
$$s = 41.2 \text{ mm}$$

olarak bulundu ve fotoğraflar buna göre çekildi.

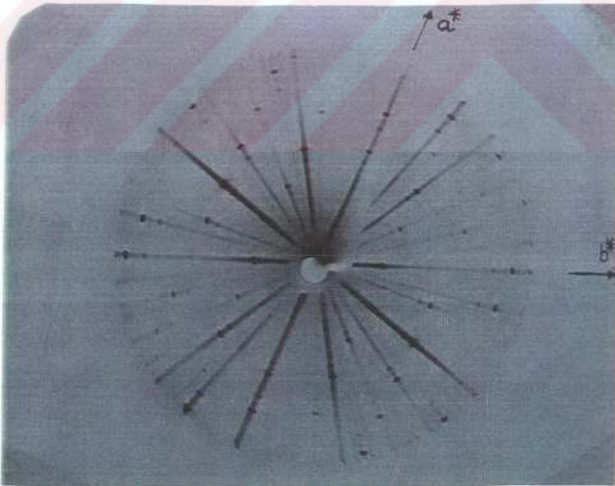
Bu metotla, çekilen Buerger tabaka filmleri Şekil 4.2 - 4.4'de gösterilmiştir.



Şekil 4.2.  $(h0l)$  tabakasının Buerger fotoğrafı 37 kV, 40 mA,  $\mu = 20^\circ$ , Cu radyasyon filtresiz, ışınlama süresi: 4 saat



Şekil 4.3. (0kl) tabakasının Buerger fotoğrafı 37 kV, 40 mA,  $\mu = 20^\circ$ , Cu radyasyon filtresiz, ışınlama süresi: 4 saat



Şekil 4.4. (hk0) tabakasının Buerger fotoğrafı 37 kV, 40 mA,  $\mu = 20^\circ$ , Cu radyasyon filtresiz, ışınlama süresi: 4.5 saat

Birim hücre parametrelerinin hesaplanması sıfıncı tabaka filmleri üzerinde alınan ölçülere göre;

$$\alpha^* = \beta^* = 90^\circ \text{ ve } \gamma^* = 68.3^\circ$$

olduğu bulundu.

$$\alpha = 180 - \alpha^*, \beta = 180 - \beta^*, \gamma = 180 - \gamma^*$$

olduğundan;

$$\alpha = \beta = 90^\circ \text{ ve } \gamma = 111.7^\circ$$

olarak elde edildi.

Birim hücre parametrelerinden;

$$a \cdot a^* = 1 \text{ ve } a = 1/a^*$$

ve  $a^*$ ,  $\lambda$  ve  $F^*$ 'ye bağlı olarak değiştiğinden;

$$a = \lambda \cdot F / a^*$$

bulunur. Aynı şekilde;

$$b = \lambda \cdot F / b^* \cdot \sin \gamma$$

$$c = \lambda \cdot F / c^*$$

olur.

(0k $\ell$ ) tabakasına ait ölçümler Çizelge 4.1'de ve Çizelge 4.2'de gösterilmiştir.

(0k $\ell$ ) tabakasına ait ölçümlerden b ve c birim hücre parametreleri bulundu.

Çizelge 4.1. (0kℓ) filminden alınan ölçüler ve b birim hücre parametresi-  
nin hesaplanması

| Sıra No | Aralık sayısı (n) | y <sub>i</sub> (mm) | y <sub>s</sub> (mm) | Δy = y <sub>s</sub> - y <sub>i</sub> (mm) | b* = Δy/n (mm) | Radyasyon türü    | $b = \frac{F \lambda}{b^* \sin \gamma}$ (Å) |
|---------|-------------------|---------------------|---------------------|-------------------------------------------|----------------|-------------------|---------------------------------------------|
| 1       | 4                 | 100.680             | 126.000             | 25.330                                    | 6.330          | Cu K <sub>α</sub> | 15.729                                      |
| 2       | 6                 | 94.400              | 132.470             | 38.070                                    | 6.345          | Cu K <sub>α</sub> | 15.692                                      |
| 3       | 12                | 79.000              | 147.730             | 68.730                                    | 5.727          | Cu K <sub>β</sub> | 15.696                                      |
| 4       | 12                | 75.290              | 151.560             | 76.270                                    | 6.356          | Cu K <sub>α</sub> | 15.665                                      |
| 5       | 12                | 79.060              | 147.890             | 68.830                                    | 5.736          | Cu K <sub>β</sub> | 15.674                                      |
| 6       | 9                 | 94.330              | 151.570             | 57.240                                    | 6.360          | Cu K <sub>α</sub> | 15.655                                      |
| 7       | 12                | 79.050              | 148.000             | 68.950                                    | 5.746          | Cu K <sub>β</sub> | 15.646                                      |
| 8       | 4                 | 100.740             | 126.190             | 25.450                                    | 6.363          | Cu K <sub>α</sub> | 15.649                                      |

$$b = 15.676 \pm 0.028 \text{ Å}$$

Çizelge 4.2. (0kℓ) filminden alınan ölçüler ve c birim hücre parametresi-  
nin hesaplanması

| Sıra No | Aralık sayısı (n) | z <sub>i</sub> (mm) | z <sub>s</sub> (mm) | Δz = z <sub>s</sub> - z <sub>i</sub> (mm) | c* = Δz/n (mm) | Radyasyon türü    | $c = \frac{F \lambda}{c^*}$ (Å) |
|---------|-------------------|---------------------|---------------------|-------------------------------------------|----------------|-------------------|---------------------------------|
| 1       | 2                 | 73.100              | 101.400             | 28.300                                    | 14.150         | Cu K <sub>β</sub> | 5.903                           |
| 2       | 2                 | 71.390              | 102.900             | 31.510                                    | 15.755         | Cu K <sub>α</sub> | 5.872                           |
| 3       | 2                 | 72.920              | 101.570             | 28.650                                    | 14.325         | Cu K <sub>β</sub> | 5.831                           |
| 4       | 4                 | 55.620              | 118.630             | 63.010                                    | 15.752         | Cu K <sub>α</sub> | 5.873                           |
| 5       | 4                 | 55.530              | 118.640             | 63.110                                    | 15.778         | Cu K <sub>α</sub> | 5.863                           |
| 6       | 4                 | 55.500              | 118.620             | 63.120                                    | 15.780         | Cu K <sub>α</sub> | 5.862                           |
| 7       | 4                 | 58.570              | 115.530             | 56.960                                    | 14.240         | Cu K <sub>β</sub> | 5.866                           |
| 8       | 4                 | 55.500              | 118.710             | 63.210                                    | 15.802         | Cu K <sub>α</sub> | 5.854                           |
| 9       | 4                 | 55.600              | 118.850             | 63.250                                    | 15.813         | Cu K <sub>α</sub> | 5.850                           |
| 10      | 2                 | 71.370              | 103.120             | 31.750                                    | 15.875         | Cu K <sub>α</sub> | 5.827                           |
| 11      | 2                 | 72.910              | 101.620             | 28.710                                    | 14.355         | Cu K <sub>β</sub> | 5.819                           |
| 12      | 2                 | 73.020              | 101.450             | 28.430                                    | 14.215         | Cu K <sub>β</sub> | 5.876                           |

$$c = 5.858 \pm 0.024 \text{ Å}$$



Çizelge 4.3. (hk0) filminden alınan ölçüler ve a birim hücre parametresinin hesaplanması

| Sıra No | Aralık sayısı (n) | $x_i$ (mm) | $x_s$ (mm) | $\Delta x = x_s - x_i$ (mm) | $a^* = \Delta x/n$ (mm) | Radyasyon türü  | $a = \frac{F \lambda}{a^*}$ (Å) |
|---------|-------------------|------------|------------|-----------------------------|-------------------------|-----------------|---------------------------------|
| 1       | 8                 | 53.500     | 117.500    | 64.000                      | 8.000                   | Cu $K_{\alpha}$ | 12.445                          |
| 2       | 7                 | 48.820     | 104.790    | 55.970                      | 7.996                   | Cu $K_{\alpha}$ | 12.452                          |
| 3       | 6                 | 68.190     | 116.240    | 48.050                      | 8.008                   | Cu $K_{\alpha}$ | 12.433                          |
| 4       | 4                 | 71.330     | 103.380    | 32.050                      | 8.012                   | Cu $K_{\alpha}$ | 12.426                          |
| 5       | 7                 | 66.150     | 122.260    | 56.110                      | 8.016                   | Cu $K_{\alpha}$ | 12.421                          |
| 6       | 8                 | 54.760     | 119.070    | 64.310                      | 8.039                   | Cu $K_{\alpha}$ | 12.385                          |
| 7       | 4                 | 67.270     | 99.360     | 32.090                      | 8.023                   | Cu $K_{\alpha}$ | 12.411                          |

$$a = 12.425 \pm 0.022 \text{ Å}$$

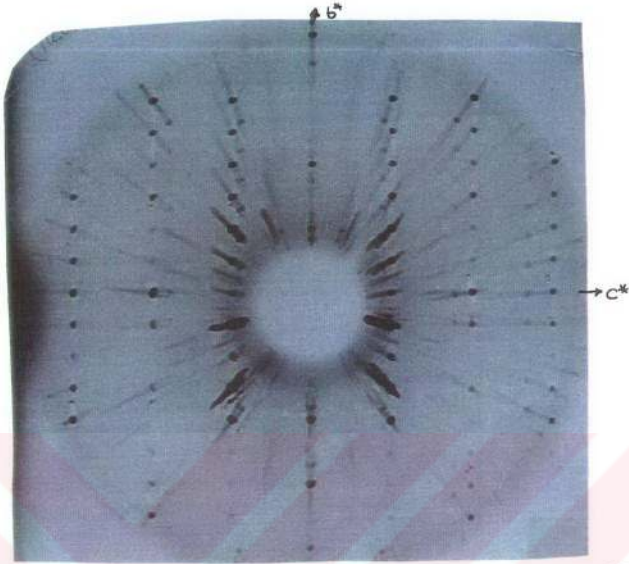
Tabakalardaki sönmüm ve yansıma şartlarını araştırmak için üst tabaka (1k0), (h10) ve (hk1) düzlemlerindeki difraksiyon desenleri çekildi. Bu desenler Şekil 4.5. - 4.7'de gösterilmiştir.

Tabaka filmleri çekilirken;

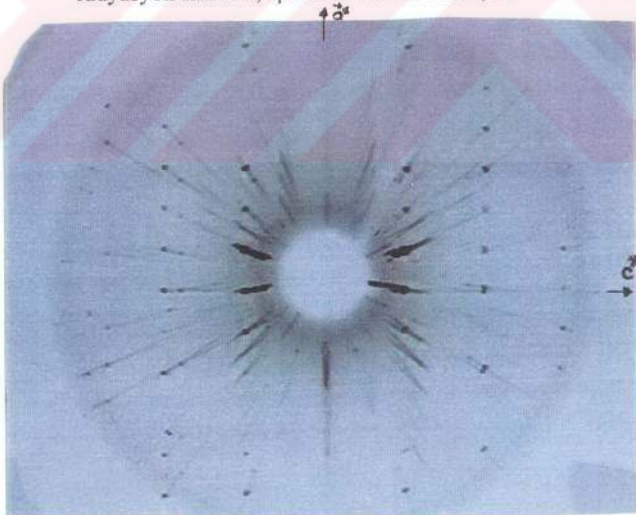
$$s = r_s \cot \cos^{-1} (\cos \mu - d^*) \quad (4.8)$$

ifadesinden yararlanılarak ayarlamalar yapıldı (International Tables for X-Ray Cryst).

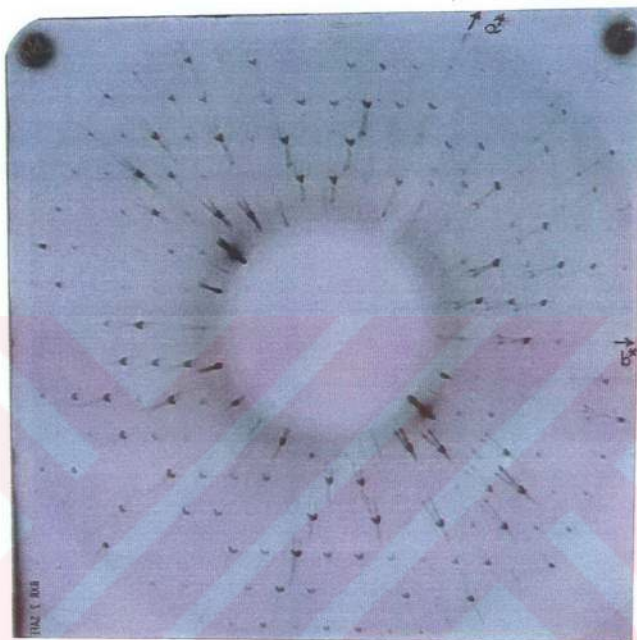
Gerekli ayarlar yapılarak üst tabaka filmleri çekildi.



Şekil 4.5. (1kl) tabakasının Buerger fotoğrafı 37 kV, 40 mA,  $\mu = 20^\circ$ , Cu radyasyon filtresiz, ışınlama süresi: 4 saat,  $Fd^* = 7.47$  mm



Şekil 4.6. (h1l) tabakasının Buerger fotoğrafı 37 kV, 40 mA,  $\mu = 20^\circ$ , Cu radyasyon filtresiz, ışınlama süresi: 4 saat,  $Fd^* = 5.93$  mm



Şekil 4.7. (hk1) tabakasının Buerger fotoğrafı 37 kV, 40 mA,  $\mu = 20^\circ$ , Cu radyasyon filtresiz, ışınlama süresi: 5 saat,  $Fd^* = 15.75$  mm

#### 4.3. Kristalin Hacmi

$C_{13}H_{11}NOS$  kristalinin hacmi;

$$V = a.b.c \rightarrow$$

$$V = 12.43 \times 15.67 \times 5.86 = 1141.40 \text{ \AA}^3$$

$$V = 11414 \times 10^{-25} \text{ cm}^3$$

#### 4.4. Kristalin Molekül Kütlesi



$$M = 13 (C) + 11 (H) + N + O + S = 229.297 \text{ akb}$$

#### 4.5. Birim Hücredeki Molekül Sayısı

$$Z = \frac{d_{ölç} V}{M} \text{ eşitliğinden,}$$

$Z \cong 4$  olarak bulunur.

$Z$  : Birim hücredeki molekül sayısı

Kristalin birim hücresinde 4 molekül vardır.

Kristalin yoğunluğu;

$$d_x = \frac{Z \cdot M}{V} \text{ eşitliğinden;}$$

$$d_x = 1.3339 \text{ g/cm}^3$$

$$d_{ölç} \cong d_x \cong 1.337 \text{ g/cm}^3 \text{ olur.}$$

#### 4.6. Kristal Uzay Grubunun Belirlenmesi

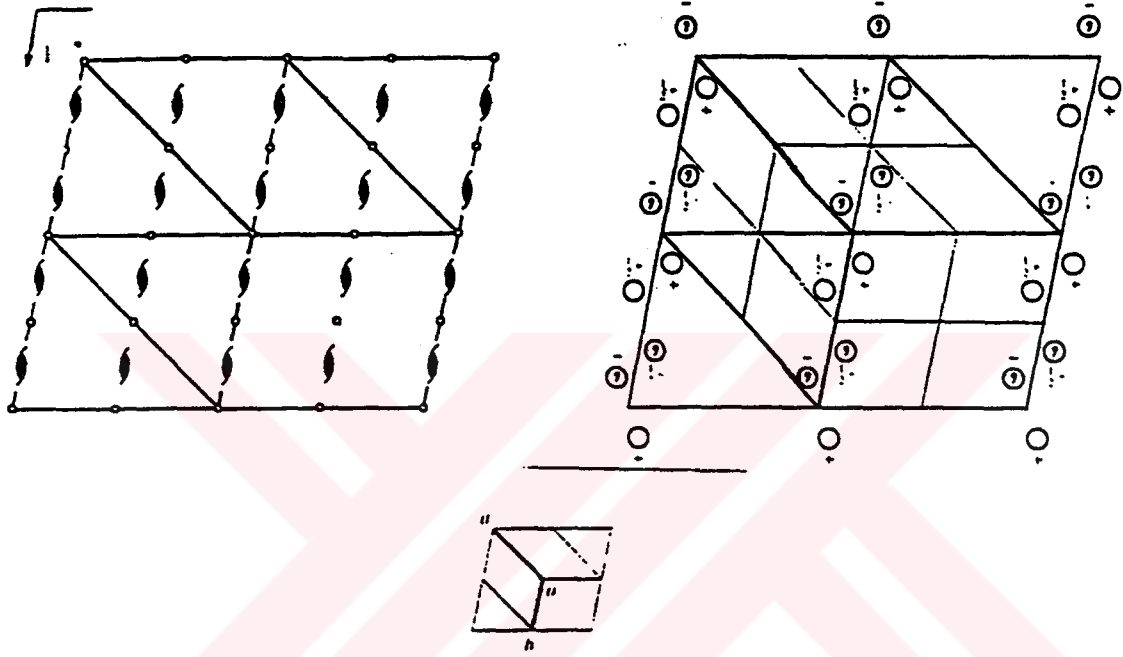
$C_{13}H_{11}NOS$  kristalinin  $(0k\ell)$ ,  $(h0\ell)$ ,  $(hk0)$ ,  $(1k\ell)$ ,  $(h1\ell)$  ve  $(hk1)$  tabaka filmlerindeki tüm yansımalar dikkate alınarak yansıma şartlarının;

$$hk0 \Rightarrow k = 2n$$

$$00\ell \Rightarrow \ell = 2n$$

$$0k0 \Rightarrow k = 2n$$

olduğu görüldü. Birim hücredeki molekül sayısı ve sönüm şartlarından kristalin uzay grubunun  $P112_1 / b$  (No:14) olduğu tesbit edildi (Int.Tables for Cryst.).



Şekil 4.8.  $P112_1 / b$  uzay grubunun simetri elemanları

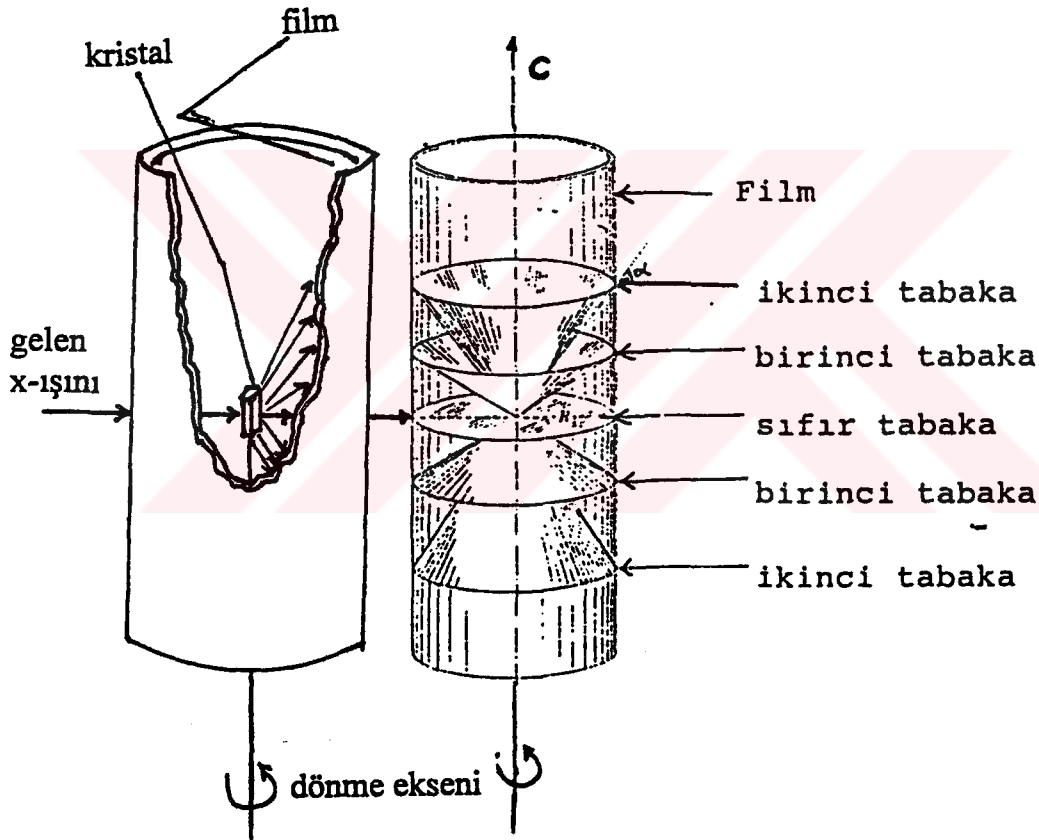
Eşdeğer konumlar:

- (1)  $x, y, z$
- (2)  $\bar{x}, \bar{y} + \frac{1}{2}, \bar{z} + \frac{1}{2}$ ,
- (3)  $\bar{x}, \bar{y}, \bar{z}$ ,
- (4)  $x, y + \frac{1}{2}, \bar{z} + \frac{1}{2}$

#### 4.7. Döner Kristal Metodu ile İnceleme

Döner kristal metodu Şekil 4.9'da şematik olarak gösterilmektedir. Döner kristal metodu düzlemlere ait yansımalar birbirinden ayrı olarak tesbit edilir.

$C_{13}H_{11}NOS$  kristali x-ışını üzerine gelecek şekilde yerleştirildi. Herhangi bir eksen etrafında dönerken, iç yüzeyinde fotoğraf filmi olan silindirin Bragg yansımalarına uygun konumlara gelen kristalin düzlem takımları belirlenir.



Şekil 4.9. Döner kristal metodu için deneysel düzenek

Düşey dönme eksenine paralel tüm düzlemlerden yansıyan ışınlar, yatay düzlem içinde meydana gelen sıra tabaka çizgisini oluşturacak şekilde difraksiyon verir. Elde edilen yansımalar mikrodensimetre ile ölçüldü ve birim



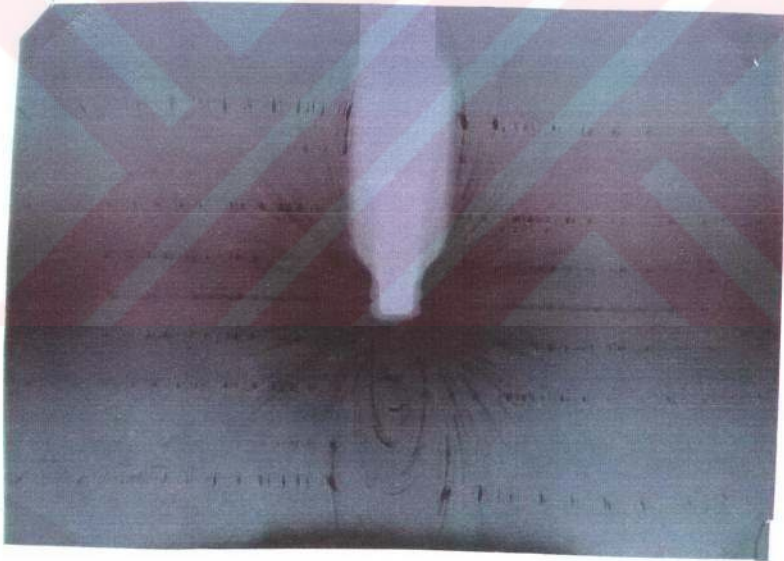
$$|BC| = n \lambda = d_{hkl} \sin v \quad (4.10)$$

$d_{hkl} = n \lambda / \sin v$  ve Eşitlik 4.10'da,  $v = \tan^{-1} (y_n / r_f)$  olduğundan;

$$d_{hkl} = \frac{n \lambda}{\sin \tan^{-1} (y_n / r_f)} \quad (4.11)$$

eşitliği bulunur (Lipson ve Steeple, 1961).

Döner kristal metodu ile filmler  $\pm 10^\circ$  osilasyon ile 3.5 saat ışınladı. [001] doğrultularından takılı kristalin fotoğrafları Şekil 4.11'de görülmektedir.



Şekil 4.11. [001] doğrultusundan takılı kristalin döner kristal metodu ile elde edilen fotoğrafı, 37 kV, 40 mA,  $\mu = \pm 10$ , Cu radyasyon filtresiz, ışınlama süresi: 3.5 saat



Yukarıdaki döner kristal filminde ölçülen değerler Çizelge 4.4'de verilmiştir. Bu değerlerden yararlanılarak b birim hücre parametresi hesaplandı.

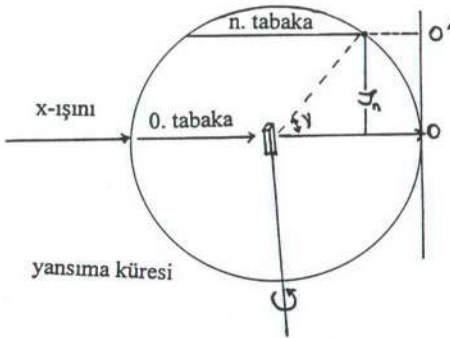
Çizelge 4.4. [001] doğrultusundan takılı kristalin döner kristal metoduyla elde edilen veriler ve c birim hücre parametresinin hesaplanması

| Sıra No | Aralık sayısı (n) | $z_i$ (mm) | $z_s$ (mm) | $\Delta z = z_s - z_i$ (mm) | $z_n = \Delta z/2$ (mm) | Radyasyon türü | $c = \frac{n \lambda}{\sin \tan^{-1}(z_n / r_f)} (\text{\AA})$ |
|---------|-------------------|------------|------------|-----------------------------|-------------------------|----------------|----------------------------------------------------------------|
| 1       | 1                 | 87.50      | 103.26     | 15.76                       | 7.880                   | Cu $K_\alpha$  | 5.81                                                           |
| 2       | 2                 | 77.89      | 113.14     | 35.25                       | 17.625                  | Cu $K_\alpha$  | 5.88                                                           |
| 3       | 2                 | 58.05      | 130.67     | 72.65                       | 36.325                  | Cu $K_\alpha$  | 5.89                                                           |

$$c = 5.86 \pm 0.04 \text{ \AA}$$

#### 4.8. Weissenberg Metodu ile İnceleme

Weissenberg presesyon tekniğinde kristal  $2^\circ$  dönerken film kasedi 1mm ilerler. Gelen ışığın doğrultusu dönme eksenine dik olduğu durumlarda (Şekil 4.12) "normal demet" Weissenberg metodu olarak adlandırılır. Orijin yansıma küresi üzerine getirilirse (Şekil 4.13) "eş-eğimli" Weissenberg metodu olarak adlandırılır.



Şekil 4.12. Normal demet Weissenberg metoduyla Bragg yansımalarının tesbiti



Döner kristal filminde;

$$\tan \nu = (y_n / r_f), \quad \nu = \tan^{-1} (y_n / r_f) \quad (4.13)$$

olur.

$$\sin \mu = \xi_n / 2 \Rightarrow \mu = \sin^{-1} (\xi_n / 2) \quad (4.14)$$

Şekil 4.13’de  $\sin \nu$ ,  $\xi_n$  olur.

$$\xi_n = \sin \tan^{-1} (y_n / r_f) \quad (4.15)$$

$$\mu = \sin^{-1} \left( \frac{\sin (\tan^{-1} (y_n \cdot r_f))}{2} \right) \quad (4.16)$$

Pratikte n’inci tabakanın sıfırıncı tabakaya olan uzaklığı olan  $y_n$ ’in maksimum değeri sonsuzdur. Bu duruma karşılık gelen  $\mu = 30^\circ$  değerini alır. Weissenberg filminde ise  $y_n$ ’in maksimum değeri filmin boyu kadardır. Maksimum osilasyon  $200^\circ$ , film ötelemesi 100mm ve  $y_n$ ’in maksimum değeri 50mm’dir. Buna karşılık  $\mu$ ’nün maksimum değeri  $25^\circ 42''$  dir (Glasser, 1983).

Şekil 4.13. incelendiğinde;

Bragg şartından;  $2d \sin \theta = n \lambda$  ve  $2 \sin \theta = n \lambda / d = n d^*$

$a^*$  ters örgü eksenini boyunca;

$$2 \sin \theta = h \lambda / a = h a^* \quad (4.17)$$

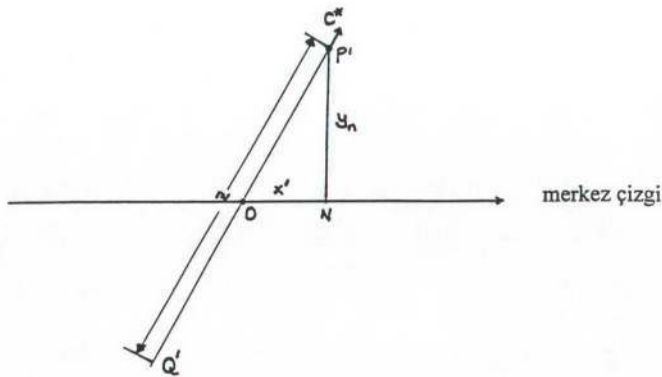
$b^*$  ters örgü eksenini boyunca;

$$2 \sin \theta = k \lambda / b = k b^* \quad (4.18)$$

$c^*$  ters örgü eksenini boyunca;

$$2 \sin \theta = \ell \lambda / c = \ell c^* \quad (4.19)$$

eşitlikleri vardır (Jefery, 1971).



Şekil 4.14. Weissenberg filminde sıfırıncı tabaka üzerinden  $c^*$  ekseninin gösterimi

Şekil 4.14'te  $P'$ ,  $00\ell$  ve  $Q'$   $00\bar{\ell}$  yansımalarıdır.  $c^*$  eksen  $|P'Q'|$  uzunluğuna eşittir ve doğrunun denklemi;  $y' = 2x'$  dir.

$$\frac{z}{2} = \sqrt{5} x' = \sqrt{5} \left(\frac{y'}{2}\right) \quad (4.20)$$

$$y' = \frac{z}{\sqrt{5}} \quad (4.21)$$

olarak bulunur.  $ON$  ve  $x'$  (mm),  $P'N$  ve  $y'$  (mm),  $OP'$  ve  $z/2$  (mm)'dir.

Eşitlik 4.19'da;

$$d_{00\ell}^* = 2 \sin \theta = \ell c^* = 2 \sin (y'/2r) \text{ dir (kameranın yarıçapı: } 2r = 57.3 \text{ mm).}$$

$$d_{00\ell}^* = 2 \sin \theta = \ell c^* = 2 \sin \left(\frac{z}{\sqrt{5}}\right) \text{ ve } \theta = \frac{z}{\sqrt{5}} \text{ tir (Jefery, 1971).}$$

$z$ : Weissenberg filmindeki merkez çizgiye eşit uzaklarda bulunan yansımaların farkı (Şekil 4.14).

$$c = \frac{\ell.\lambda}{2 \sin \theta} = \frac{\ell.\lambda}{2 \sin \left(\frac{z}{\sqrt{5}}\right)} = \frac{\ell.\lambda}{2 \sin y_t} \quad (4.22)$$

olur. Aynı şekilde;

$$a = \frac{h.\lambda}{2 \sin y_h} \quad (4.23)$$

ve

$$b = \frac{k.\lambda}{2 \sin y_k} \quad (4.24)$$

şeklinde yazılır. Burada herhangi bir  $\ell$  indisi yansıma noktası yardımıyla gerçek örgüdeki eksen uzaklığının hesaplanması sağlanır.

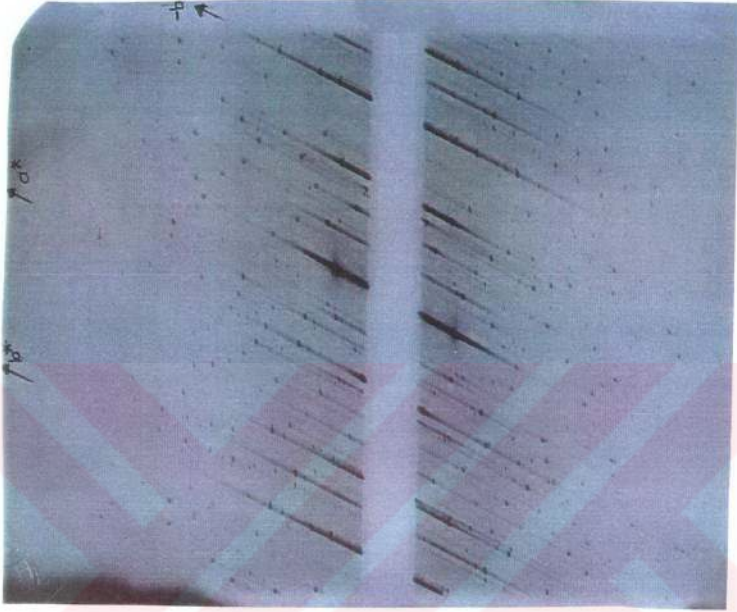
(hk0) Weissenberg filminden eksen uzunlukları yansılardan yararlanılarak hesaplandı.

a, b; birim hücre parametreleri:

$$a = \frac{h.\lambda}{2 \sin y_h} \quad \text{ve}$$

$$b = \frac{k.\lambda}{2 \sin y_k}$$

denklemlerinden yararlanılarak Çizelge 4.5'de a birim hücre parametresi, Çizelge 4.6'da ise b birim hücre parametresi hesaplandı (Şekil 4.15).



Şekil 4.15. (hk0) tabakasının normal demet Weissenberg fotoğrafı, 37 kV, 40 mA, Cu radyasyon, filtresiz ışınlama süresi: 8 saat

Çizelge 4.5. (hk0) Weissenberg filminde ölçülen değerler ve a birim hücre parametresinin hesaplanması

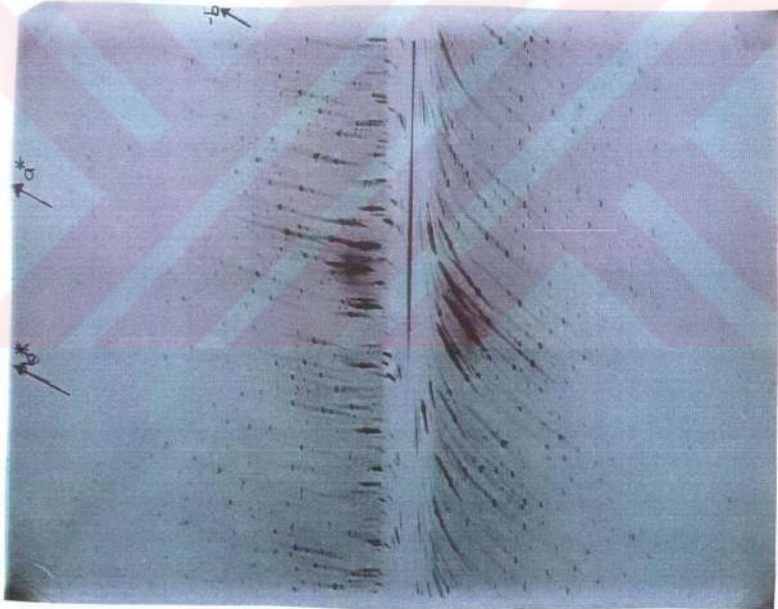
| Sıra No | Aralık sayısı (h) | $x_i$ (mm) | $x_s$ (mm) | $\Delta x = x_s - x_i$ (mm) | $x_n = \Delta x / \sqrt{5}$ (mm) | Radyasyon türü | $a = \frac{h \cdot \lambda}{2 \sin y_h}$ (Å) |
|---------|-------------------|------------|------------|-----------------------------|----------------------------------|----------------|----------------------------------------------|
| 1       | 2                 | 99.61      | 113.34     | 13.73                       | 6.14                             | Cu $K_\alpha$  | 13.01                                        |
| 2       | 8                 | 85.49      | 127.41     | 41.92                       | 18.74                            | Cu $K_\alpha$  | 12.44                                        |
| 3       | 11                | 78.08      | 134.83     | 56.75                       | 27.38                            | Cu $K_\alpha$  | 12.83                                        |
| 4       | 12                | 52.18      | 160.34     | 108.16                      | 48.37                            | Cu $K_\alpha$  | 12.37                                        |

$$a = 12.67 \pm 0.27 \text{ Å}$$

Çizelge 4.6. (hk0) Weissenberg filminde ölçülen değerler ve b birim hücre parametresinin hesaplanması

| Sıra No | Aralık sayısı (k) | $y_i$ (mm) | $y_s$ (mm) | $\Delta y = y_s - y_i$ (mm) | $y_n = \Delta y / \sqrt{5}$ (mm) | Radyasyon türü | $b = \frac{k \cdot \lambda}{2 \sin y_k}$ (Å) |
|---------|-------------------|------------|------------|-----------------------------|----------------------------------|----------------|----------------------------------------------|
| 1       | 4                 | 68.32      | 94.34      | 26.02                       | 11.637                           | Cu $K_\alpha$  | 15.29                                        |
| 2       | 6                 | 63.88      | 98.71      | 34.83                       | 34.577                           | Cu $K_\alpha$  | 15.55                                        |
| 3       | 8                 | 54.81      | 107.93     | 53.12                       | 23.756                           | Cu $K_\alpha$  | 15.31                                        |

$$b = 15.38 \pm 0.12 \text{ Å}$$



Şekil 4.16. (hk1) film tabakasının normal demet Weissenberg fotoğrafı,  
37 kV, 40 mA, Cu radyasyon, filtresiz ışınlama süresi: 8.5 saat,  
 $\mu = 7.62$ ,  $s = 3.24$



#### 4.9. Tek Kristal Çalışmalarının Değerlendirilmesi

##### 4.9.1. Birim hücre parametreleri

Tek kristal çalışmalarında Enraf - Nonius marka x-ışınları jeneratörü kullanılarak; Buerger presesyon, Döner kristal ve Normal demet Weissenberg metodları ile çekilen filmler üzerinden alınan ölçülerle birim hücre parametreleri hesaplandı.

Buna göre;

$$a = 12.43 (2) \text{ \AA}$$

$$b = 15.67 (4) \text{ \AA}$$

$$c = 5.86 (2) \text{ \AA}$$

$$\alpha = \beta = 90^\circ, \quad \gamma = 111.7 (3)^\circ \text{ dir.}$$

Buradan kristalin monoklinik yapıda olduğuna karar verildi.

#### 4.10. Toz Difraksiyon Çalışması

##### 4.10.1. X-ışınları toz difraksiyonu ile madde analizi

X-ışınları difraksiyonu ile analiz yöntemi çeşitli bilim dallarında kullanılmaktadır. Bu alanlar; tıp, kimyasal analiz, madencilik ve numunelerin en iyi analiz yöntemi olarak kullanılmaktadır. Kristalleşmiş madde ister saf ister karışım olsun, kendine özgü pikini her zaman oluşturur ve piklerin hangi kristal yapıya ait olduğu belirlenir. Kimyasal olarak maddeyi meydana getiren elementleri, madde içerisindeki bulundukları şekilde açıklar. X-ışını ile toz difraksiyonu metodunun bir avantajı da; numuneden az miktarda gerekmesi ve analiz



sırasında bozulmamasıdır. Bu metod ile bir maddenin toz desenini almak, o maddenin karakteristiğini belirlemektir. Maddelere ait önceden belirlenmiş toz desenleri ile incelenen maddenin toz desenleri karşılaştırılıp piklerin hangi maddeye karşılık geldiği belirlenir.

1938'de Hanawalt Rinn ve Frevel tarafından 1000 kadar bileşiğin toz difraksiyon verileri elde edilip düzenlenmiştir.

Günümüzde American Soc. for Testing Materials (ASTM) tarafından yayınlanmış bir çok maddeyi kapsayan toz difraksiyon deseni x-ışını madde analizinde kullanılmaktadır.

#### **4.10.2. Hanawalt metodu**

Hanawalt metodunda difraksiyon çizgilerinin  $d$  ve  $I$  değerleri  $d$  mesafesinin azalan değerlerine göre sıralanır. Bu methodda en şiddetli piklere ait  $d$  değerleri sırasıyla  $d_1$ ,  $d_2$  ve  $d_3$  olarak adlandırılır. Bu üç değer ASTM kartlarındaki en büyük üç değere karşılık geliyorsa madde adlandırılır. Doğada  $d_1$ ,  $d_2$  ve  $d_3$  değerleri aynı olan iki madde yoktur.

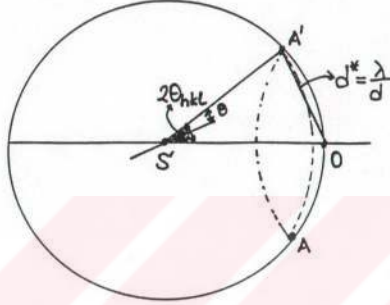
Hanawalt indeksi alfabetik ve numerik fihrist kullanılmaktadır.

#### **4.10.3. Bilinmeyen maddenin tayini**

Toz numuneden yansıyan x-ışınları herhangi bir  $hkl$  için tepe yarım açısı  $2\theta$  olan koni üzerinde bulunur.

Şekil 4.17'de gösterilen AA' dairesi üzerinde yansıma küresini kesebilir. Burada  $2\theta$  dalga boyuna ve  $d$ 'ye (düzlemlerarası uzaklık) bağlıdır.

Bilinmeyen maddenin difraksiyon deseni elde edildikten sonra, desen üzerindeki her çizgiye karşılık gelen düzlemlerarası mesafeler hesaplanır. En büyük pik değeri 100 birim alınarak  $I/I_0$  değerlerinin hesaplanmasıyla numune aşağıdaki sıra izlenerek tayin edilir.



Şekil 4.17. Toz numuneden yansıyan ışığın geometrisi

1.  $d_1$  değerinin numerik fihristen yeri bulunur.
2. İkinci dereceden şiddetli pik için hesaplanan  $d_2$  değerine uyan ikinci sütun bulunur.
3. Üçüncü dereceden şiddetli pik için  $d_3$  değeri bulunur ve  $d_1$ ,  $d_2$  ve  $d_3$  değerlerine ait bağıl şiddetleri karşılaştırılır ( $I / I_0$ ). İndeksden ASTM kart numarası tesbit edilir .
4. ASTM kartlarındaki değerler ile uygunluk tam sağlanıyor ise bilinmeyen madde tayin edilir.

Eğer  $d_1$ ,  $d_2$  ve  $d_3$  değerlerine karşılık gelen değerler bulunamıyorsa maddenin tek bir fazda olmadığı, maddenin birden çok fazda olduğu,  $d_1$ ,  $d_2$  ve  $d_3$  değerlerinin farklı fazlara ait olduğu düşünülür. Herhangi iki fazın pikleri aynı açı değerlerine tesadüfen karşılık gelmiş veya pikler üst üste binmiş olabilir.  $d_1$ 'in şiddetli olması gerekirken  $d_2$  daha şiddetli olabilir. O zaman  $d_1$  ve  $d_2$  aynı faz,  $d_3$ 'ün başka faz değeri olduğu düşünülerek;  $d_3$ 'den sonra gelen en şiddetli pik  $d_3$  alınarak uygunluk

sağlanuncaya kadar işleme devam edilir. Bu şekilde karışımın bir fazı bulunur. Geriye kalan pikler kendi aralarında sıralanarak normalize edilir ve birinci fazın tayini için yapılan işlemler aynen tekrar edilir. Bütün piklerin ait olduğu maddeler bulununcaya kadar devam edilir (Cullity, 1966).

#### 4.10.4. Toz difraksiyonu ile nımunenin incelenmesi

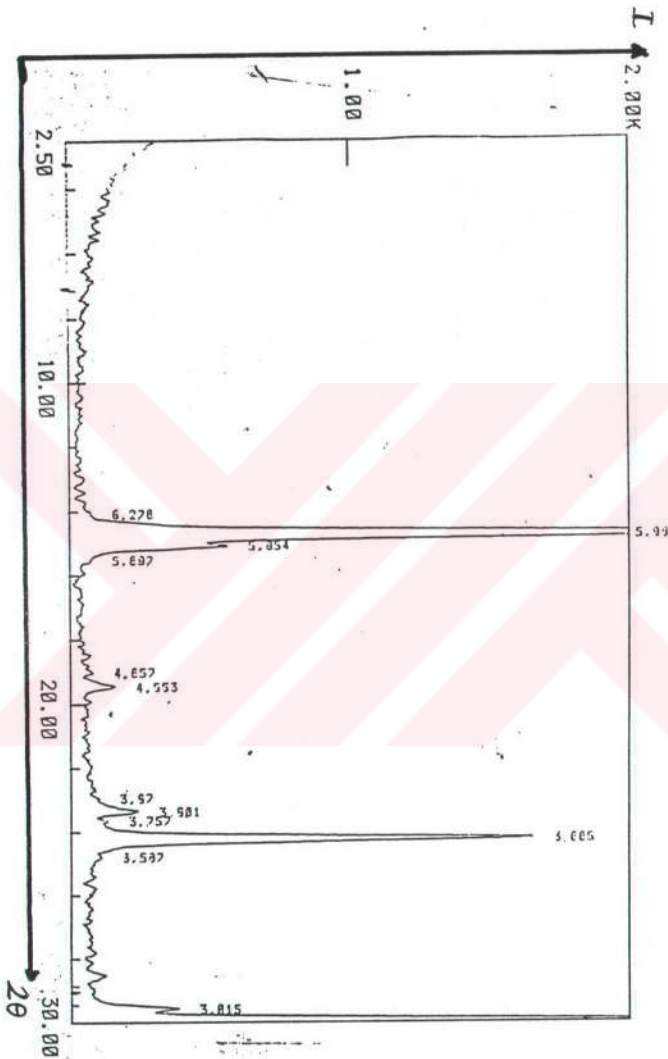
Çeşitli hastalara ait böbrek ve üreter taşları alındı. Her biri ayrı ayrı agad havanda dövülerek toz haline getirildi. Toz haline getirilen numune alüminyum numune kabına konularak sistemdeki yerine yerleştirildi. Bunun üzerine Cu K $\alpha$  ışınları gönderildi ve yansıma pikleri kaydedildi.

Deneyde Philips PW-1010 Model X-ışınları Difraktometresi kullanılmıştır (Çalışma şartları: V = 40kV, I = 20mA,  $\lambda$  = 1.5418Å, Hız = 2°/dak).

Elde edilen difraksiyon desenleri Şekil 4.18. - 4.24'de gösterilmiştir. Desenlerden elde edilen d değerleri ve I / I<sub>0</sub> değerlerine karşılık gelen maddeler Çizelge 4.8. - 4.14'de gösterilmiştir. Bulunan maddelere ait ASTM kartları ise EKLER kısmında verilmiştir.

Çizelge 4.7. Böbrek ve üreter taşlarında bulunan maddeler

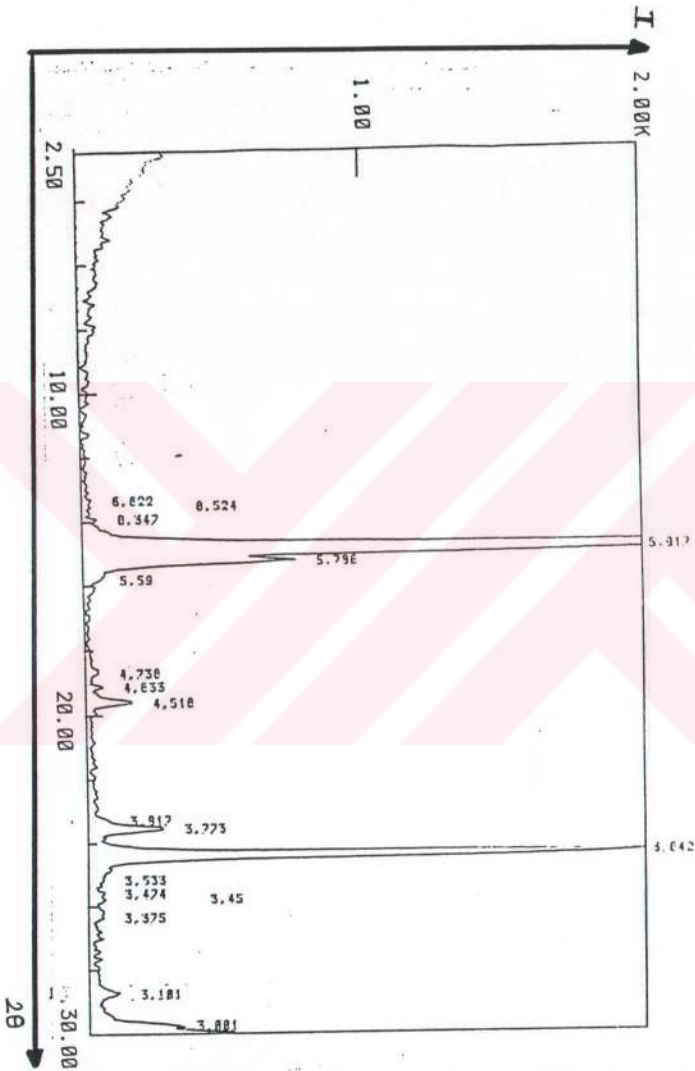
| Madde No | Madde Adı                                      | Kimyasal Formül                                                      | ASTM Kart Numarası |
|----------|------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------|--------------------|
| 1        | Calcium oxalate hydrate (Whewellite)           | CaC <sub>2</sub> O <sub>4</sub> .H <sub>2</sub> O                    | 20-231             |
| 2        | Ürik asit                                      | C <sub>4</sub> (NH) <sub>2</sub> O <sub>2</sub> C(NH) <sub>2</sub> O | 28-2016            |
| 3        | Calcium oxalate hydrate (Weddellite)           | CaC <sub>2</sub> O <sub>4</sub> .2H <sub>2</sub> O                   | 17-541             |
| 4        | Calcium phosphate hydroxide hydrate (Brushite) | CaPO <sub>3</sub> (OH).2H <sub>2</sub> O                             | 9-77               |



Şekil 4.18. Ahmet SALAMAN'a ait böbrek taşı difraksiyon deseni ( $V = 40$  kV,  $I = 20$  mA, Cu  $K_{\alpha}$  Ni Filtre, Hız =  $2^{\circ}/\text{dak}$ )

Çizelge 4.8. Şekil 4.18'de elde edilen veriler ve numunede bulunan maddeler

| Pik No | $2\theta$ (°) | I (Şiddet) | $d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}$ (Å) | $I / I_0$ (Bağıl) | Madde No |
|--------|---------------|------------|-----------------------------------------|-------------------|----------|
| 1      | 14.80         | 117        | 5.980                                   | 100               | 1        |
| 2      | 15.13         | 28         | 5.854                                   | 23                | 1        |
| 3      | 16.02         | 4          | 5.532                                   | 3                 | 1        |
| 4      | 19.05         | 2          | 4.657                                   | 1                 | 1        |
| 5      | 19.49         | 6          | 4.553                                   | 5                 | 1        |
| 6      | 23.00         | 5          | 3.870                                   | 4                 | 1        |
| 7      | 23.40         | 12         | 3.801                                   | 10                | 1        |
| 8      | 23.68         | 7          | 3.757                                   | 6                 | 1        |
| 9      | 24.28         | 82         | 3.665                                   | 70                | 1        |
| 10     | 24.82         | 5          | 3.587                                   | 4                 | 1        |
| 11     | 29.61         | 18         | 3.015                                   | 16                | 1        |
| 12     | 30.00         | 53         | 2.978                                   | 45                | 1        |

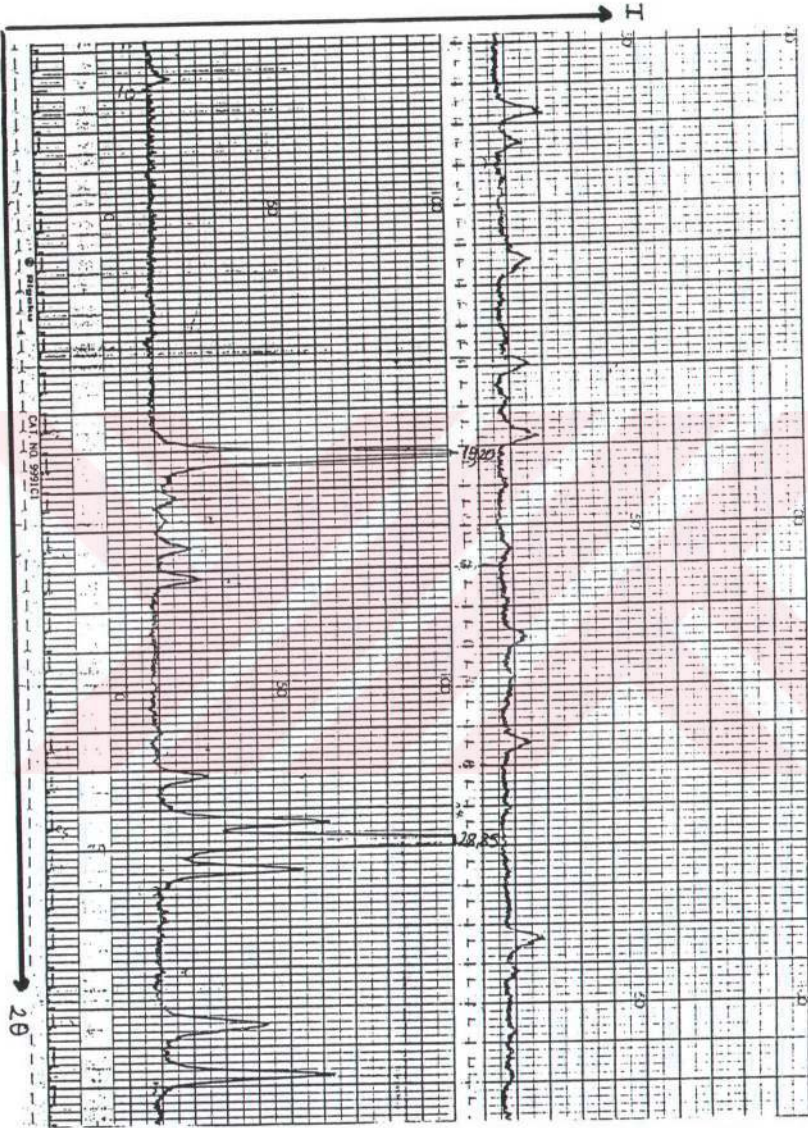


Şekil 4.19. Sebahattin KOÇ'a ait böbrek taşı difraksiyon deseni ( $V = 40$  kV,  $I = 20$  mA, Cu  $K_{\alpha}$  Ni Filtre, Hız =  $2^{\circ}/\text{dak}$ )

Çizelge 4.9. Şekil 4.19'da elde edilen veriler ve numunede bulunan maddeler

| Pik No | $2\theta$ (°) | I (Şiddet) | $d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}$ (Å) | I / I <sub>0</sub> (Bağıl) | Madde No |
|--------|---------------|------------|-----------------------------------------|----------------------------|----------|
| 1      | 14.97         | 142        | 5.917                                   | 100                        | 2        |
| 2      | 15.31         | 39         | 5.785                                   | 27                         | 2        |
| 3      | 18.72         | 3          | 4.738                                   | 2                          | 2        |
| 4      | 19.15         | 2          | 4.633                                   | 1                          | 2        |
| 5      | 19.64         | 6          | 4.518                                   | 4                          | 2        |
| 6      | 23.30         | 8          | 3.817                                   | 6                          | 2        |
| 7      | 23.43         | 12         | 3.773                                   | 8                          | 2        |
| 8      | 24.44         | 100        | 3.642                                   | 70                         | 2        |
| 9      | 25.20         | 4          | 3.533                                   | 2                          | 2        |
| 10     | 25.44         | 3          | 3.474                                   | 2                          | 2        |
| 11     | 26.40         | 3          | 3.375                                   | 2                          | 2        |
| 12     | 28.78         | 5          | 3.101                                   | 3                          | 2        |
| 13     | 29.77         | 16         | 3.001                                   | 11                         | 2        |



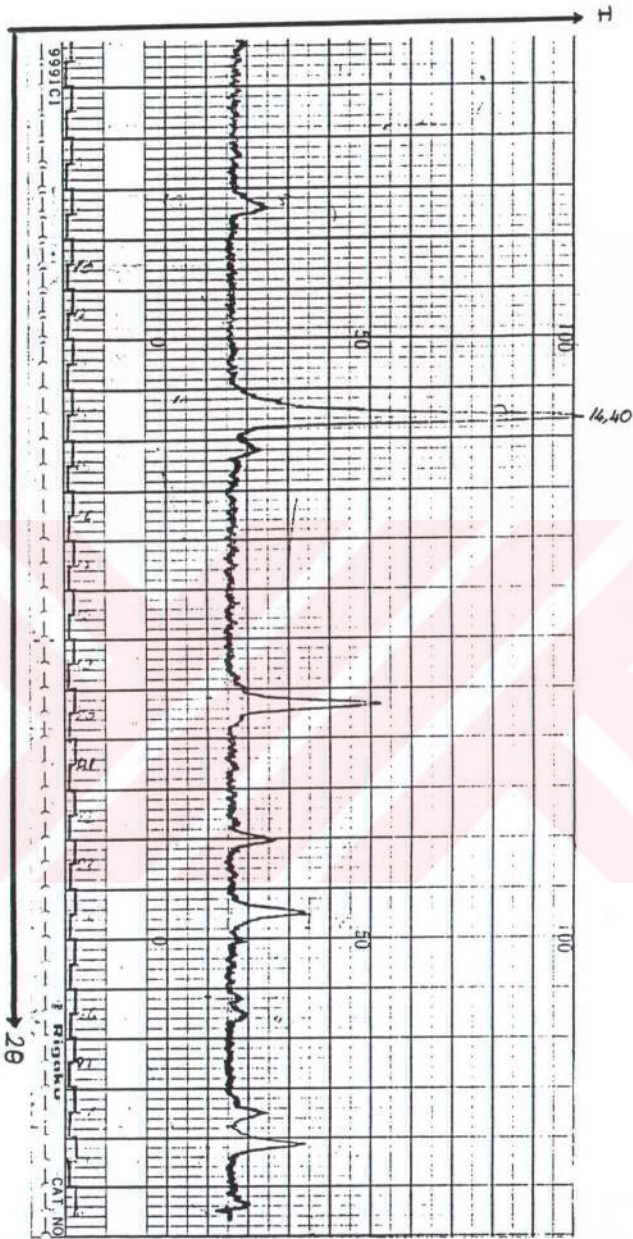


Şekil 4.20. İsmail KAYA'a ait üreter taşı difraksiyon deseni ( $V = 40$  kV,  
 $I = 20$  mA,  $\text{Cu K}_\alpha$  Ni Filtre, Hız =  $2^\circ/\text{dak}$ )



Çizelge 4.10. Şekil 4.20'de elde edilen veriler ve numunede bulunan maddeler

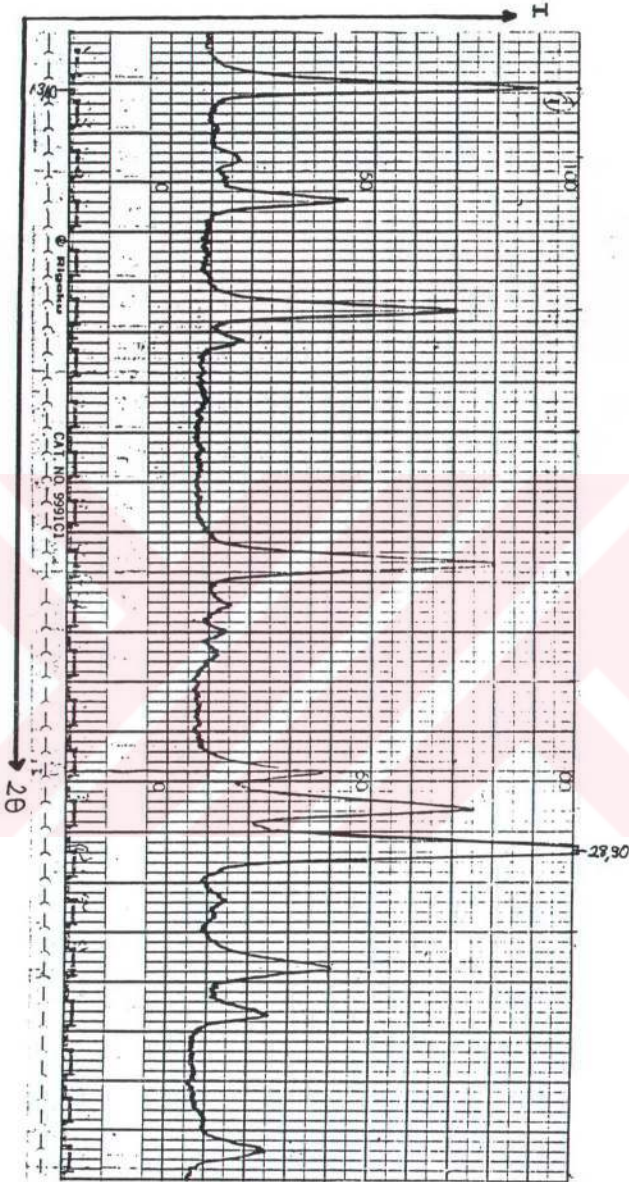
| Pik No | $2\theta$ (°) | I (Şiddet) | $d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}$ (Å) | $I / I_0$ (Bağıl) | Madde No |
|--------|---------------|------------|-----------------------------------------|-------------------|----------|
| 1      | 9.70          | 6          | 9.110                                   | 6                 |          |
| 2      | 19.20         | 80         | 4.620                                   | 84                | 4        |
| 3      | 20.20         | 6          | 4.395                                   | 6                 | 2        |
| 4      | 21.50         | 10         | 4.132                                   | 10                |          |
| 5      | 22.25         | 13         | 3.395                                   | 13                | 2        |
| 6      | 27.15         | 15         | 3.284                                   | 15                | 2        |
| 7      | 28.35         | 52         | 3.148                                   | 54                | 2        |
| 8      | 28.85         | 95         | 3.094                                   | 100               | 2        |
| 9      | 29.55         | 44         | 3.022                                   | 46                | 4        |
| 10     | 33.45         | 32         | 2.678                                   | 33                | 4        |
| 11     | 34.75         | 53         | 2.581                                   | 56                | 2        |
| 12     | 38.78         | 10         | 2.322                                   | 10                | 2        |
| 13     | 39.50         | 5          | 2.281                                   | 5                 | 2        |
| 14     | 42.45         | 7          | 2.129                                   | 7                 | 2        |
| 15     | 44.95         | 7          | 2.016                                   | 7                 | 4        |
| 16     | 46.79         | 8          | 1.941                                   | 8                 | 4        |
| 17     | 51.80         | 3          | 1.764                                   | 3                 | 2        |



Şekil 4.21. Selma ALTINOK'a ait böbrek taşı difraksiyon deseni ( $V = 40$  kV,  
 $I = 20$  mA, Cu  $K_{\alpha}$  Ni Filtre, Hız =  $2^{\circ}/\text{dak}$ )

Çizelge 4.11. Şekil 4.21'de elde edilen veriler ve numunede bulunan maddeler

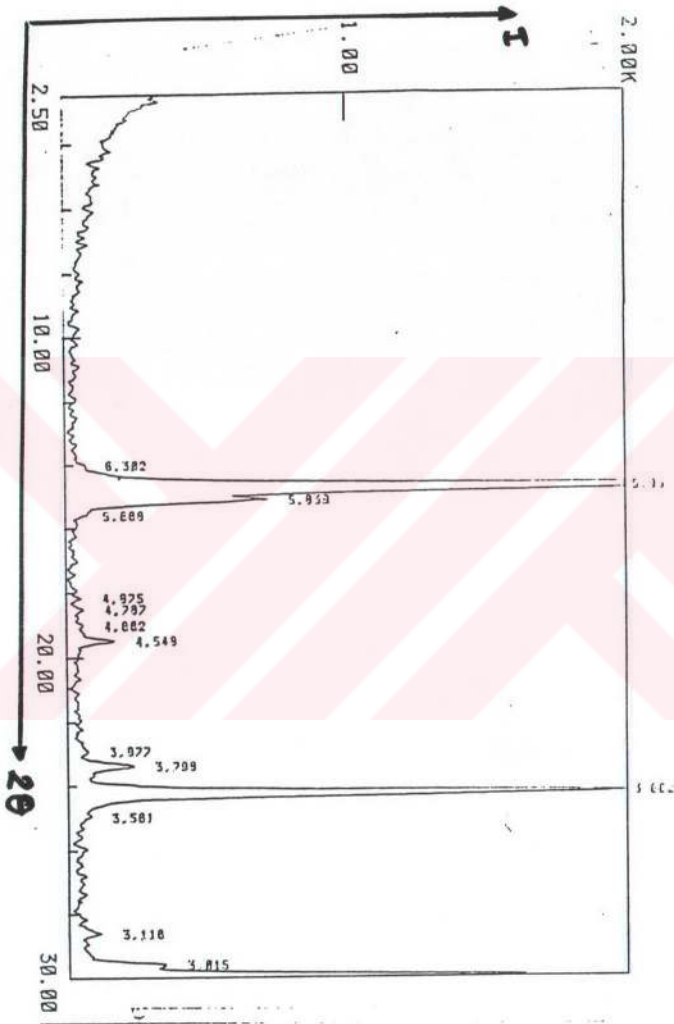
| Pik No | $2\theta$ (°) | I (Şiddet) | $d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}$ (Å) | I / I <sub>0</sub> (Bağıl) | Madde No |
|--------|---------------|------------|-----------------------------------------|----------------------------|----------|
| 1      | 10.00         | 5          | 8.670                                   | 4                          | 3        |
| 2      | 14.40         | 105        | 6.150                                   | 100                        | 3        |
| 3      | 15.00         | 12         | 5.900                                   | 11                         |          |
| 4      | 20.10         | 32         | 4.417                                   | 30                         | 3        |
| 5      | 22.80         | 6          | 3.900                                   | 5                          | 3        |
| 6      | 24.30         | 14         | 3.662                                   | 13                         | 3        |
| 7      | 26.40         | 2          | 3.375                                   | 1                          | 3        |
| 8      | 28.30         | 4          | 3.153                                   | 3                          | 3        |
| 9      | 28.96         | 13         | 3.083                                   | 12                         | 3        |



Şekil 4.22. Halil KARAKAŞ'a ait üreter taşı difraksiyon deseni ( $V = 40$  kV,  $I = 20$  mA,  $\text{Cu K}\alpha$  Ni Filtre, Hız =  $2^\circ/\text{dak}$ )

Çizelge 4.12. Şekil 4.22’de elde edilen veriler ve numunede bulunan maddeler

| Pik No | $2\theta$ (°) | I (Şiddet) | $d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}$ (Å) | I / I <sub>0</sub> (Bağıl) | Madde No |
|--------|---------------|------------|-----------------------------------------|----------------------------|----------|
| 1      | 13.60         | 80         | 6.510                                   | 65                         |          |
| 2      | 15.00         | 6          | 5.906                                   | 5                          | 2        |
| 3      | 15.90         | 33         | 5.573                                   | 27                         |          |
| 4      | 18.20         | 60         | 4.874                                   | 50                         | 2        |
| 5      | 18.70         | 8          | 4.745                                   | 6                          | 2        |
| 6      | 23.25         | 70         | 3.825                                   | 58                         | 2        |
| 7      | 24.00         | 6          | 3.707                                   | 5                          | 2        |
| 8      | 25.50         | 5          | 3.633                                   | 4                          | 2        |
| 9      | 27.30         | 26         | 3.266                                   | 21                         | 2        |
| 10     | 28.00         | 66         | 3.186                                   | 55                         | 2        |
| 11     | 28.90         | 120        | 3.089                                   | 100                        | 2        |
| 12     | 29.90         | 4          | 2.988                                   | 3                          | 2        |
| 13     | 31.30         | 30         | 2.866                                   | 25                         | 2        |
| 14     | 34.90         | 15         | 2.570                                   | 12                         | 2        |
| 15     | 37.20         | 3          | 2.416                                   | 2                          | 2        |

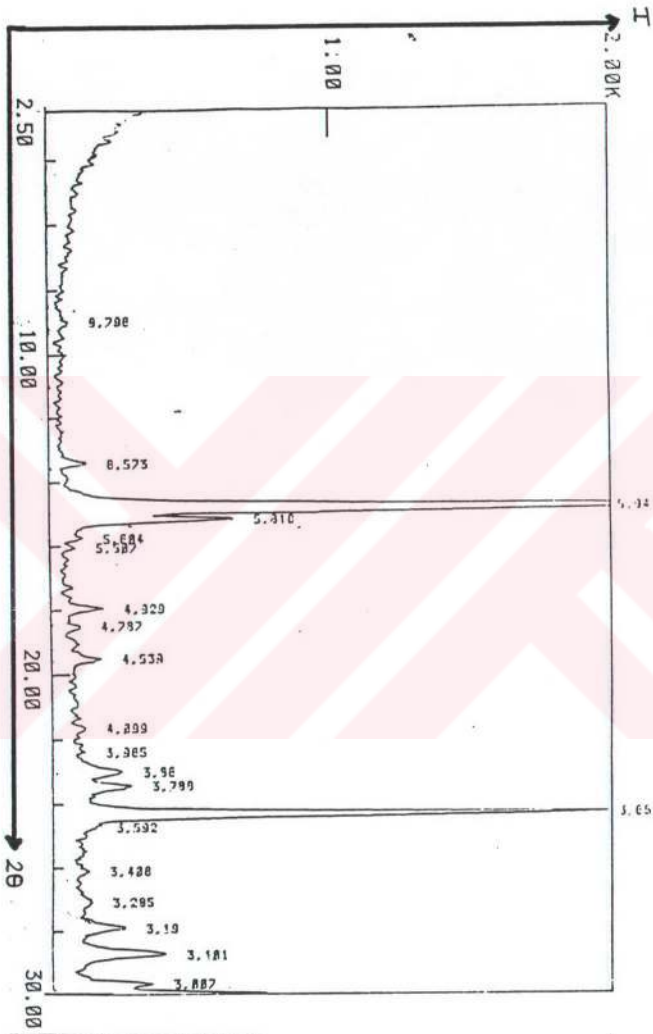


Şekil 4.23. Hasan ATAŞ'a ait böbrek taşı difraksiyon deseni ( $V = 40$  kV,  $I = 20$  mA,  $\text{Cu K}\alpha$  Ni Filtre, Hız =  $2^\circ/\text{dak}$ )



Çizelge 4.13. Şekil 4.23’de elde edilen veriler ve numunede bulunan maddeler

| Pik No | $2\theta$ (°) | I (Şiddet) | $d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}$ (Å) | I / I <sub>0</sub> (Bağıl) | Madde No |
|--------|---------------|------------|-----------------------------------------|----------------------------|----------|
| 1      | 14.81         | 140.0      | 5.980                                   | 100                        | 1        |
| 2      | 15.17         | 46.0       | 5.839                                   | 32                         | 1        |
| 3      | 18.19         | 2.5        | 4.875                                   | 1                          | 1        |
| 4      | 18.53         | 3.0        | 4.787                                   | 2                          | 1        |
| 5      | 18.95         | 2.5        | 4.682                                   | 1                          | 1        |
| 6      | 19.51         | 9.0        | 4.549                                   | 6                          | 1        |
| 7      | 22.93         | 3.5        | 3.877                                   | 2                          |          |
| 8      | 23.49         | 11.0       | 3.798                                   | 7                          | 1        |
| 9      | 24.17         | 99.0       | 3.682                                   | 70                         | 1        |
| 10     | 24.86         | 4.5        | 3.571                                   | 3                          | 1        |
| 11     | 28.62         | 5.5        | 3.118                                   | 3                          | 1        |
| 12     | 29.62         | 17.0       | 3.015                                   | 12                         | 1        |
| 13     | 30.00         | 63.0       | 2.966                                   | 45                         | 1        |



Şekil 4.24. Ali KARACA'ya ait böbrek taşı difraksiyon deseni (V = 40 kV, I = 20 mA, Cu K $\alpha$  Ni Filtre, Hız = 2°/dak)



Çizelge 4.14. Şekil 4.24'de elde edilen veriler ve numunede bulunan maddeler

| Pik No | $2\theta$ (°) | I (Şiddet) | $d = \frac{\lambda}{2 \sin \theta}$ (Å) | $I / I_0$ (Bağıl) | Madde No |
|--------|---------------|------------|-----------------------------------------|-------------------|----------|
| 1      | 9.02          | 4          | 9.798                                   | 2                 |          |
| 2      | 10.31         | 7          | 8.573                                   | 5                 | 4        |
| 3      | 14.91         | 141        | 5.940                                   | 100               | 1        |
| 4      | 15.22         | 33         | 5.818                                   | 23                | 1        |
| 5      | 15.81         | 6          | 5.604                                   | 4                 | 2        |
| 6      | 16.09         | 4          | 5.507                                   | 2                 | 4        |
| 7      | 17.99         | 9.5        | 4.929                                   | 6                 | 2        |
| 8      | 18.53         | 5          | 4.787                                   | 3                 | 1        |
| 9      | 19.55         | 9          | 4.539                                   | 6                 | 1        |
| 10     | 21.68         | 6          | 4.099                                   | 4                 | 4        |
| 11     | 22.30         | 5          | 3.985                                   | 3                 | 4        |
| 12     | 22.99         | 12.5       | 3.880                                   | 8                 | 1        |
| 13     | 23.48         | 9          | 3.788                                   | 6                 | 1        |
| 14     | 24.38         | 99         | 3.650                                   | 70                | 1        |
| 15     | 24.78         | 9          | 3.592                                   | 6                 | 2        |
| 16     | 26.14         | 3          | 3.408                                   | 2                 | 2        |
| 17     | 27.14         | 7          | 3.285                                   | 5                 | 2        |
| 18     | 27.96         | 13         | 3.190                                   | 9                 | 2        |
| 19     | 28.79         | 20         | 3.101                                   | 14                | 2        |
| 20     | 29.70         | 18         | 3.007                                   | 12                | 1        |
| 21     | 30.00         | 64         | 2.978                                   | 45                | 1        |

#### 4.11. Toz Difraksiyon Çalışmalarının Değerlendirilmesi

Böbrek taşlarının ortalama çapları; 2-3 mm'dir. Bunlar düzgün veya çentikli olabilirler. Yaklaşık %75'i kalsiyum okzalat ve kalsiyum fosfat bileşiklerinin karışımından oluşmaktadır. Kalanının %15'i magnezyum amonyum fosfat ve %10'u ise ürik asit veya sistin taşlarıdır. Taşların oluşum nedeni özellikle kalsiyum içeren taşlarda, taşı oluşturan maddelerin idrarda yoğunluklarının artmasındandır. Yani hastaların %50'sinde plazmada (veya idrarda) kalsiyumun normal değerin üzerine çıkmasındandır. Bazı hastaların böbreklerinde fazla miktarda kalsiyum sızdıran bozukluklar vardır (Kumar, 1992).

Bir araştırmada iki köy seçilip, birinde su içme özendirilmiş, diğerine bu konuda telkin yapılmamıştır. Birinci köyde idrar atımı 200-300 ml/gün daha fazla olmuştur. Yine birinci köyde taş oluşma durumu; %0.07 olurken, ikinci köyde %1.80'dir. Bir başka çalışmada da gemicilerin idrarını 800-1200 ml/gün arttırmakla, taş oluşma durumu %86 azaldığı tesbit edilmiştir. Bir başka durum da oturarak çalışanlarda taş oluşma durumu daha fazladır (Sayek, 1996).

Yedi hastaya ait böbrek ve üreter taşları toz haline getirilip üzerine x-ışını göndererek difraksiyon pikleri çekildi, yapılarında yer alan maddeler analiz edildi. Analiz yapılırken  $\pm 0.01-0.10$  hata aralığı gözönünde bulundurularak piklerin karşılık geldiği ASTM kartları belirlendi. Taşların meydana getirdiği piklerin içerisinden bazılarının açıkta kaldığı için (numune kabından veya safsızlıklardan dolayı) bunlar normalize edilerek işlemlere devam edildi.

Üriner taşları ile ilgili olarak yapılan bu çalışmada; iki üreter taşında ürik asit, kalsiyum fosfat hidroksit hidrat bileşikleri, beş böbrek taşında ise kalsiyum okzalat hidrat, ürik asit, kalsiyum fosfat hidroksit hidrat bileşikleri bulunmuştur. Böbrek taşlarının büyük bölümünü kalsiyum bileşikleri oluştururken, üreter taşlarının büyük bölümünü de ürik asit oluşturmaktadır.

## 5. SONUÇ VE TARTIŞMA

Tek kristal çalışmasında  $C_{13}H_{11}NOS$  (2-hidroksi-benziliden-2-tiyoanilin) kristaline ait Buerger Presesyon, Döner Kristal ve Weissenberg metodlarıyla (0k $\ell$ ), (h0 $\ell$ ) ve (hk0) tabaka filmleri çekildi. Filmlerden elde edilen verilere dayanılarak mikrodensimetre yardımıyla birim hücre parametreleri ve eksenler arasındaki açılar hesaplandı. Birim hücre parametreleri ile eksenler arasındaki açılardan yararlanılarak kristalin monoklinik yapıda olduğuna karar verildi.

Kristalin 1. tabaka [(1k $\ell$ ), (h1 $\ell$ ), (hk1)] filmleri çekildi ve 0. tabaka filmleri ile karşılaştırılarak sistematik sönüm şartları tesbit edildi. Kristalin yoğunluğu yüzdürme tekniği ile bulundu. Yoğunluktan yararlanarak birim hücredeki molekül sayısı belirlendi.

Birim hücre parametrelerinden sistematik sönüm şartlarından ve birim hücredeki molekül sayısından yararlanılarak uzay grubunun  $P_{112_1} / b$  (No:14) olduğuna karar verildi. Tek kristal çalışmasında elde edilen sonuçlar Çizelge 5.1'de verilmiştir.

Toz difraksiyon çalışmasında böbrek ve üreter taşları incelendi. Taşlar toz haline getirilip numune kaplarına yerleştirilerek difraksiyon desenleri elde edildi. Elde edilen desenlerden (pikler) yararlanılarak  $\theta$  (Bragg açısı) ve  $d$  (düzlemler arası uzaklık) hesaplandı. Elde edilen  $d$  ve bağıl şiddetten yararlanılarak Hanawalt İndeksi ve ASTM kartlarından maddeler belirlendi. Taşlarda bulunan maddeler ve ASTM kart numaraları Çizelge 5.2'de verilmiştir.

Bazı piklerin açıkta kalmasına numune kabının ve safsızlıkların neden olduğu düşünülmüştür.

Çizelge 5.1.  $C_{13}H_{11}NOS$  kristaline ait kristalografik veriler

|                                                     |                                                                    |
|-----------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------|
| Bileşiğin adı                                       | 2-hiroksi-benziliden-2-tiyoanilin                                  |
| Kimyasal formülü                                    | $C_{13}H_{11}NOS$                                                  |
| Molekül kütlesi (M)                                 | 229.297 a.k.b.                                                     |
| a                                                   | $12.43 \pm 0.02 \text{ Å}$                                         |
| b                                                   | $15.67 \pm 0.04 \text{ Å}$                                         |
| c                                                   | $5.86 \pm 0.02 \text{ Å}$                                          |
| $\alpha$                                            | $90^\circ$                                                         |
| $\beta$                                             | $90^\circ$                                                         |
| $\gamma$                                            | $111.7^\circ$                                                      |
| Ölçülen yoğunluk ( $d_{ölç}$ )                      | $1.337 \text{ g/cm}^3$                                             |
| Hesaplanan yoğunluk ( $d_x$ )                       | $1.333 \text{ g/cm}^3$                                             |
| Hacim (V)                                           | $1141.40 \text{ Å}^3$                                              |
| Birim hücredeki molekül sayısı (Z)                  | 4                                                                  |
| Lineer absorpsiyon katsayısı $\mu$ ( $CuK_\alpha$ ) | $22.57 \text{ cm}^{-1}$                                            |
| Optimum kristal kalınlığı (t)                       | 0.0886 cm                                                          |
| Kullanılan ışığın dalga boyu ( $\lambda$ )          | $CuK_\alpha=1.5418 \text{ Å}$ , $CuK_\beta=1.39217 \text{ Å}$      |
| Sıcaklık (T)                                        | 293 °K                                                             |
| Kristal sistemi                                     | Monoklinik                                                         |
| Sistemik sönüm şartları                             | $hk0 \quad k=2n, \quad 0k0 \quad k=2n, \quad 00\ell \quad \ell=2n$ |
| Kristalin uzay grubu                                | $P_{112_1/b}$ (No:14)                                              |

Çizelge 5.2. Hasta adlarına göre taşlarda bulunan maddeler

| Hasta Adı                       | Taşlarda Bulunan Maddeler                                                                                 | ASTM<br>Kart No           |
|---------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------|
| Ahmet SALAMAN<br>(Böbrek taşı)  | Calcium oxalate hydrate<br>(Whewellite)                                                                   | 20-231                    |
| Sebahattin KOÇ<br>(Böbrek taşı) | Uric acid                                                                                                 | 28-2016                   |
| İsmail KAYA<br>(Üreter taşı)    | Uric acid<br>Calcium phosphate hydroxide hydrate<br>(Brushite)                                            | 28-2016<br>9-77           |
| Selma ALTINOK<br>(Böbrek taşı)  | Calcium oxalate hydrate<br>(Weddellite)                                                                   | 17-541                    |
| Halil KARAKAŞ<br>(Üreter taşı)  | Uric acid                                                                                                 | 28-2016                   |
| Hasan ATAŞ<br>(Böbrek taşı)     | Calcium oxalate hydrate<br>(Whewellite)                                                                   | 20-231                    |
| Ali KARACA<br>(Böbrek taşı)     | Calcium oxalate hydrate<br>(Whewellite)<br>Uric acid<br>Calcium phosphate hydroxide hydrate<br>(Brushite) | 20-231<br>28-2016<br>9-77 |

## KAYNAKLAR

- Aygün, E., Zengin, M., 1992, "**Kuantum fiziği**", Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümü, Ankara, s.33-34, 40-42.
- Buerger, M.J., 1942, "**X-ray crystallograpy**", John Willey and Sons Inc., New York, s.51-55.
- Buerger, M.J., 1980, "**X-ray crystallograpy**", Robert E., Krieger Publishing Company, Huntington, New York, s.179.
- Cullity, B.D., 1966, "**X-ışınları difraksiyonu**" (Çev: A. SÜMER), İstanbul Teknik Üniversitesi Matbaası, Gümüşsuyu, İstanbul, s.9-10, 30-40, 99-102, 110-116,
- Cullity, B.D., 1978, "**Elements of x-ray diffraction**", Addison-Wesley Publishing Company Inc. London, s.43, 501-502.
- Dikici, M., 1993, "**Katıhal fiziğine giriş**", Ondokuz Mayıs Üniversitesi Samsun, s.48.
- Durlu, T.N., 1992, "**Katıhal fiziğine giriş**", Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümü, Ankara, s.9-11, 21-22.
- Glasser, L.S., 1983, "**Crystallography and its applications**", Van Nostrand Reinhold Co. Ltd., England, s.93-103.
- "**Integrating Precession Camera Operating Instructions**", Scientific Instrument, Division, Enraf-Nonius Delf, Holland.
- "**International tables for crystallography**", 1983, Space Group Symmetry Volume A, Dordrecht, Boston, s.179-181.
- "**International tables for x-ray crystallography**", 1985, vol.II, Mathematical Tables, Dordrecht, Boston, Lancaster, s.194.



**"International tables for x-ray crystallography"**, 1985, vol.II, D. Reidel Publishing, Company, Dordrecht, Boston, Lancaster, s.162-163, 194.

Jefery, J.W., 1971, **"Methods in x-ray crystallography"**, Academic Press., London, New York, Sydney, s.188-201.

Kumar, V., 1992, **"Temel patoloji"**, Fifty Edition, Philedelphia, s.465-466.

Lipson, H. and Philips, D.C., 1975, **"The development of x-ray analysis"**, A. Division of Macmillan London, Publishing Co. Inc., Hafner Press. New York, s.51-52.

Lipson, H. and Steeple, H., 1961, **"Interpretation of x-ray powder patterns"**, Macmillan London, St. Martin's Press. New York, s.39-45, 51-53, 63-64.

Raymond, A.S., 1996, **"For scientists and engineers with modern physics"** (Çev:Kemal ÇOLAKOĞLU), Gazi Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü, Ankara, s.1343-1367, 1404-1408.

Sayek, İ., 1996, **"Temel cerrahi"**, Hacettepe Üniversitesi Tıp Fakültesi Genel Cerrahi Anabilimdalı, Ankara, s.1705-1713.



EKLER



20-251  
Calcium Oxide Hydride

Whewellite, syn

Rad. CuK $\alpha$   $\lambda$  1.5405 Filter  $d$ -sp Guinier  
Cut off 50.0 Int. Densitometer  $D_{100}$   
Ref. de Wolff, P., *Technisch Physische Dienst, Licht, The Netherlands, ICDD Green in Aid*

Syn. Monoclinic S.G.  $P2_1/a$  (14)  
 $a$  9.876  $b$  2.284  $c$  6.291  $A$  1.3677  $C$  0.8625  
 $\alpha$   $\beta$  107.00  $\gamma$   $Z$  4 mp

Ref. Dist.  $D_{100}$  2.22  $D_{100}$  2.21  $SGT$  (M.F. 64) (99.32)

mp 1438 and 1553  $\alpha$  1.6450  $\beta$  1.6450  $\gamma$  1.6450  $\delta$  1.6450  
Ref. *Thoma's System of Mineralogy, 7th Ed., II 1100*

Color Colorless, yellow, brown  
Optical data specimen from Bugh, Sweden, Saxony, CA 58, 5784  
25.5 PSC ml/40

See following end

| d Å   | Int | hkl | d Å   | Int | hkl |
|-------|-----|-----|-------|-----|-----|
| 5.93  | 100 | 101 | 2.254 | 6   | 031 |
| 3.79  | 30  | 110 | 2.210 | 6   | 402 |
| 4.77  | 2   | 200 | 2.136 | 2   | 220 |
| 4.64  | 1   | 011 | 2.089 | 2   | 103 |
| 4.23  | 4   | 101 | 2.075 | 14  | 321 |
| 3.78  | 6   | 211 | 1.985 | 2   | 501 |
| 3.68  | 70  | 020 | 1.978 | 10  | 202 |
| 3.41  | 2   | 120 | 1.957 | 2   | 231 |
| 3.12  | 2   | 021 | 1.930 | 10  | 411 |
| 3.11  | 2   | 121 | 1.933 | 8   | 013 |
| 3.01  | 10  | 002 | 1.922 | 2   | 222 |
| 2.84  | 45  | 202 | 1.900 | 6   | 222 |
| 2.81  | 8   | 220 | 1.896 | 6   | 510 |
| 2.80  | 10  | 121 | 1.833 | 6   | 040 |
| 2.72  | 4   | 301 | 1.817 | 4   | 123 |
| 2.68  | 18  | 112 | 1.793 | 6   | 132 |
| 2.44  | 4   | 312 | 1.737 | 6   | 223 |
| 2.417 | 6   | 311 | 1.704 | 2   | 240 |
| 2.184 | 4   | 311 | 1.691 | 2   | 320 |
| 2.153 | 30  | 130 | 1.683 | 1   | 501 |
| 2.147 | 12  | 411 | 1.648 | 1   | 402 |
| 2.120 | 1   | 022 | 1.639 | 2   | 311 |
| 2.101 | 2   | 222 | 1.621 | 1   | 611 |
| 2.063 | 8   | 202 | 1.590 | 2   | 600 |

## Uricite, syn

28-2016

C

Uric Acid

Uricite, syn

Rad. CuK $\alpha$   $\lambda$  1.54056 Filter  $d$ -sp Calculated  
Cut off Int. Calculated  $D_{100}$   
Ref. *Rad. Res. Stand. 115.5.1 Monoclinic, 25, B 154 (1970), Mineralog. Mag. 30 889 (1974)*

Syn. Monoclinic S.G.  $P2_1/a$  (14)  
 $a$  14.465(3)  $b$  7.403(2)  $c$  6.206(1)  $A$   $C$   
 $\alpha$   $\beta$  65.70(5)  $\gamma$   $Z$  4 mp  
Ref. *Rompre, Acta Crystall., 20 102 (1964)*

$D_{100}$  1.85  $D_{100}$   $SGT$  (M.F. 34) (915.36)

Peak heights intensities Phase 1,  $C$  (1) Cell  $a$ -13.132,  $b$ -7.403,  $c$ -6.206,  $\beta$ -60.61,  $\alpha$ -1.7718,  $\alpha$ -0.8186,  $S$ -0.72,  $P$ -0.14  
PSC: ml/4

See following end

| d Å   | Int | hkl | d Å    | Int | hkl |
|-------|-----|-----|--------|-----|-----|
| 6.55  | 41  | 200 | 2.422  | 3   | 130 |
| 6.45  | 2   | 110 | 2.404  | 2   | 112 |
| 5.61  | 20  | 001 | 2.310  | 4   | 230 |
| 4.91  | 51  | 210 | 2.277  | 3   | 121 |
| 4.76  | 7   | 111 | 2.265  | 2   | 202 |
| 4.48  | 1   | 011 | 2.245  | 3   | 602 |
| 3.864 | 42  | 111 | 2.240  | 8   | 022 |
| 3.815 | 20  | 111 | 2.186  | 5   | 600 |
| 3.702 | 6   | 020 | 2.164  | 2   | 131 |
| 3.590 | 3   | 201 | 2.144  | 1   | 612 |
| 3.281 | 14  | 400 | 2.096  | 1   | 122 |
| 3.222 | 3   | 220 | 2.028  | 2   | 431 |
| 3.208 | 5   | 411 | 1.910  | 1   | 332 |
| 3.190 | 35  | 121 | 1.877  | 2   | 331 |
| 3.093 | 103 | 021 | 1.8073 | 2   | 321 |
| 3.083 | 40  | 221 | 1.7978 | 3   | 302 |
| 3.070 | 3   | 410 | 1.7912 | 2   | 223 |
| 2.866 | 25  | 121 | 1.7685 | 1   | 322 |
| 2.826 | 1   | 220 | 1.7584 | 1   | 041 |
| 2.815 | 2   | 002 | 1.7478 | 1   | 412 |
| 2.796 | 9   | 402 | 1.7447 | 1   | 123 |
| 2.632 | 2   | 012 | 1.6648 | 2   | 623 |
| 2.613 | 1   | 412 | 1.6462 | 1   | 800 |
| 2.566 | 15  | 421 | 1.6190 | 2   | 222 |
| 2.454 | 3   | 420 | 1.6113 | 2   | 821 |

| Brushite, syn.                                                                                                               |  | 9-77          |     |     |       |     |     | ★ |  |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--|---------------|-----|-----|-------|-----|-----|---|--|
| CaPO <sub>3</sub> OH 210                                                                                                     |  | d Å           | Int | hkl | d Å   | Int | hkl |   |  |
| Calcium Phosphate Hydroxide Hydrate                                                                                          |  | Brushite, syn |     |     |       |     |     |   |  |
| Rad. CuKα <sub>1</sub> λ 1.54056 Filter                                                                                      |  | 4.93          | 100 | 070 | 2.084 | 10  | 311 |   |  |
| Cut off                                                                                                                      |  | 4.93          | 2   | 111 | 2.022 | 4   | 170 |   |  |
| Ref. de Wolff, P., Technische Physische Dienst, Delft, The Netherlands, ICDD Grant in Aid                                    |  | 4.24          | 100 | 071 | 2.001 | 10  | 171 |   |  |
| Sps. Monoclinic                                                                                                              |  | 3.80          | 4   | 040 | 1.976 | 6   | 112 |   |  |
| a 6.361 b 15.19 c 5.815                                                                                                      |  | 3.75          | <1  | 130 | 1.943 | 2   | 331 |   |  |
| β 118.5 γ                                                                                                                    |  | 3.63          | 2   | 131 | 1.899 | 2   | 080 |   |  |
| Ref. Bial, Bremer, Hodge, Ind. Eng. Chem., Anal. Ed., 17:491 (1945)                                                          |  | 3.85          | 75  | 041 | 1.888 | 4   | 113 |   |  |
| D <sub>5</sub> 2.31 D <sub>10</sub> 2.31 SSFDM F <sub>40</sub> -646 012,37                                                   |  | 2.928         | 50  | 221 | 1.878 | 14  | 260 |   |  |
| on 1.539 on 1.545 et 1.551                                                                                                   |  | 2.855         | 10  | 112 | 1.858 | 8   | 223 |   |  |
| Ref. Bial, Bremer, Hodge, Ind. Eng. Chem., Anal. Ed., 17:491 (1945)                                                          |  | 2.797         | 2   | 200 | 1.835 | <1  | 132 |   |  |
| Color Colorless, light yellow                                                                                                |  | 2.670         | 4   | 130 | 1.819 | 20  | 241 |   |  |
| Dana's System of Mineralogy, 7th Ed., H. W. Beers, Jr. in Crystallog., 11:273-274 (1959) reports: a=5.812, b=15.80, c=6.259, |  | 2.525         | 4   | 131 | 1.799 | 10  | 062 |   |  |
| B=118.25, S.G.=12/c=a=6.558, b=15.180, c=5.182, β=118.31,                                                                    |  | 2.623         | 50  | 250 | 1.780 | 4   | 081 |   |  |
| S.G.=C2/c in the setting used here. Gypsum group, rhombohedral sub-                                                          |  | 2.603         | 30  | 202 | 1.748 | 2   | 330 |   |  |
| group. C.D. Cell: a=6.244, b=15.190, c=5.815, β=116.42, α=0.8111,                                                            |  | 2.554         | 4   | 002 |       |     |     |   |  |
| χ=0.3029, S.G.=14 (R. FSC: mC2). Plus additional reflections.                                                                |  | 2.532         | 2   | 060 |       |     |     |   |  |
| Additional optical data reference: Wierhell, A., Wierhell, H.,                                                               |  | 2.520         | 4   | 112 |       |     |     |   |  |
| Microscopic Characters of Artificial Inorg. Solid Sub., 194 (1964).                                                          |  | 2.434         | 14  | 241 |       |     |     |   |  |
|                                                                                                                              |  | 2.421         | 16  | 012 |       |     |     |   |  |
|                                                                                                                              |  | 2.268         | 4   | 061 |       |     |     |   |  |
|                                                                                                                              |  | 2.252         | 2   | 240 |       |     |     |   |  |
|                                                                                                                              |  | 2.172         | 20  | 131 |       |     |     |   |  |
|                                                                                                                              |  | 2.148         | 16  | 242 |       |     |     |   |  |
|                                                                                                                              |  | 2.120         | 2   | 042 |       |     |     |   |  |
|                                                                                                                              |  | 2.100         | 6   | 152 |       |     |     |   |  |

17-541

| C <sub>2</sub> CaO <sub>2</sub> 210                                                                                          |  | d Å             | Int | hkl | d Å   | Int | hkl |  |  |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--|-----------------|-----|-----|-------|-----|-----|--|--|
| Calcium Oxalate Hydrate                                                                                                      |  | Weddellite, syn |     |     |       |     |     |  |  |
| Rad. CuKα <sub>1</sub> λ 1.54056 Filter                                                                                      |  | 8.73            | 4   | 190 | 2.024 | 6   | 312 |  |  |
| Cut off 50.0 Int. Denominator                                                                                                |  | 6.32            | 6   | 101 | 1.996 | 4   | 223 |  |  |
| Ref. de Wolff, P., Technische Physische Dienst, Delft, The Netherlands, ICDD Grant in Aid                                    |  | 6.18            | 100 | 200 | 1.977 | 10  | 411 |  |  |
| Sps. Triclinic                                                                                                               |  | 6.02            | 36  | 211 | 1.975 | 6   | 420 |  |  |
| a 12.35 b 7.36 c 7.36                                                                                                        |  | 4.37            | 2   | 220 | 1.899 | 16  | 443 |  |  |
| β 118.5 γ                                                                                                                    |  | 3.91            | 8   | 310 | 1.878 | <1  | 442 |  |  |
| Ref. Bial, Bremer, Hodge, Ind. Eng. Chem., Anal. Ed., 17:491 (1945)                                                          |  | 3.68            | 12  | 002 | 1.856 | 10  | 132 |  |  |
| D <sub>5</sub> 1.94 D <sub>10</sub> 1.94 SSFDM F <sub>40</sub> -34 016,34                                                    |  | 3.39            | 2   | 301 | 1.797 | 2   | 602 |  |  |
| on 1.521 et 1.544                                                                                                            |  | 3.39            | 4   | 112 | 1.786 | 2   | 631 |  |  |
| Ref. Bial, Bremer, Hodge, Ind. Eng. Chem., Anal. Ed., 17:491 (1945)                                                          |  | 3.18            | 4   | 202 | 1.764 | 2   | 204 |  |  |
| Color Colorless, light yellow                                                                                                |  | 3.12            | 2   | 321 | 1.742 | 2   | 330 |  |  |
| Dana's System of Mineralogy, 7th Ed., H. W. Beers, Jr. in Crystallog., 11:273-274 (1959) reports: a=5.812, b=15.80, c=6.259, |  | 2.09            | 10  | 400 | 1.741 | 6   | 433 |  |  |
| B=118.25, S.G.=12/c=a=6.558, b=15.180, c=5.182, β=118.31,                                                                    |  | 2.815           | 14  | 222 | 1.725 | <1  | 622 |  |  |
| S.G.=C2/c in the setting used here. Gypsum group, rhombohedral sub-                                                          |  | 2.775           | 65  | 411 | 1.713 | <1  | 640 |  |  |
| group. C.D. Cell: a=6.244, b=15.190, c=5.815, β=116.42, α=0.8111,                                                            |  | 2.762           | 4   | 420 | 1.696 | 4   | 224 |  |  |
| χ=0.3029, S.G.=14 (R. FSC: mC2). Plus additional reflections.                                                                |  | 2.676           | 2   | 312 | 1.676 | <1  | 523 |  |  |
| Additional optical data reference: Wierhell, A., Wierhell, H.,                                                               |  | 2.422           | 8   | 310 | 1.646 | <1  | 314 |  |  |
| Microscopic Characters of Artificial Inorg. Solid Sub., 194 (1964).                                                          |  | 2.408           | 16  | 101 | 1.633 | 2   | 721 |  |  |
|                                                                                                                              |  | 2.367           | 2   | 402 | 1.622 | 2   | 730 |  |  |
|                                                                                                                              |  | 2.342           | 4   | 431 | 1.578 | 2   | 552 |  |  |
|                                                                                                                              |  | 2.284           | 2   | 332 | 1.544 | 2   | 613 |  |  |
|                                                                                                                              |  | 2.243           | 25  | 212 | 1.533 | 2   | 643 |  |  |
|                                                                                                                              |  | 2.210           | 6   | 422 | 1.532 | 2   | 424 |  |  |
|                                                                                                                              |  | 2.189           | 2   | 331 | 1.500 | 2   | 741 |  |  |
|                                                                                                                              |  | 2.118           | 8   | 530 | 1.495 | 2   | 820 |  |  |

See following card

## ÖZGEÇMİŞ

1966 Kayseri-Bünyan'da doğdu. İlkokulu Samağır Köyü İlkokulu'nda, orta öğrenimini Kayseri Fevzi Çakmak Lisesi'nde tamamladı. 1988 yılında yerleştirildiği Anadolu Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü'nden 1992 yılında mezun oldu. 1993 yılında Gazi Üniversitesi Kastamonu Eğitim Fakültesi Fen Bilimleri Eğitimi Bölümüne Araştırma Görevlisi olarak atandı. 1995 yılında vatani görevini yerine getirdi. Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Eğitimi Anabilimdalı'nda Yüksek Lisans yapmaktadır.

Halen Gazi Üniversitesi Kastamonu Eğitim Fakültesi Fen Bilimleri Eğitimi Bölümünde Araştırma Görevlisi olarak görev yapmaktadır.