

T.C.
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK BÖLÜMÜ

X-IŞINLARI TOZ KIRINIMI İLE KRİSTAL YAPILARIN
İNCELENMESİ

Tezi Hazırlayan
Meryem TOPCU

Tez Danışmanı
Doç. Dr. Sevim TÜRKTEKİN ÇELİKESİR

Yüksek Lisans Tezi

Haziran 2019
KAYSERİ

T.C.
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK BÖLÜMÜ

X-IŞINLARI TOZ KIRINIMI İLE KRİSTAL YAPILARIN
İNCELENMESİ

(Yüksek Lisans Tezi)

Tezi Hazırlayan

Meryem TOPCU

Tez Danışmanı

Doç. Dr. Sevim TÜRKTEKİN ÇELİKESİR

Haziran 2019

KAYSERİ

BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK

Bu çalışmadaki tüm bilgilerin, akademik ve etik kurallara uygun bir şekilde elde edildiğini beyan ederim. Aynı zamanda bu kural ve davranışların gerektirdiği gibi, bu çalışmanın özünde olmayan tüm materyal ve sonuçları tam olarak aktardığımı ve referans gösterdiğimi belirtirim.



Meryem TOPCU

İmza

X-ışınları toz kırınımı ile kristal yapıların incelenmesi adlı Yüksek Lisans tezi, Erciyes Üniversitesi Lisansüstü Tez Önerisi ve Tez Yazma Yönergesi' ne uygun olarak hazırlanmıştır.



Tezi Hazırlayan

Meryem TOPCU



Danışman

Doç. Dr. Sevim TÜRKTEKİN ÇELİKESİR



FİZİK ABD BAŞKANI

Prof. Dr. Mustafa GENÇASLAN

Doç. Dr. Sevim TÜRKTEKİN ÇELİKESİR danışmanlığında **Meryem TOPCU** tarafından hazırlanan “**X-Işınları Toz Kırınımı İle Kristal Yapıların İncelenmesi**” adlı bu çalışma, jürimiz tarafından Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü **Fizik** Anabilim Dalında **Yüksek Lisans** tezi olarak kabul edilmiştir.

20 / 06 / 2019

JÜRİ:

Danışman : Doç. Dr. Sevim TÜRKTEKİN ÇELİKESİR.....

Üye : Prof. Dr. Mehmet AKKURT.....

Üye : Prof. Dr. Ercan KARAKÖSE.....

ONAY:

Bu tezin kabulü Enstitü Yönetim Kurulunun 04/07/2019 tarih ve 2019/38-08 sayılı kararı ile onaylanmıştır.


04 / 07 / 2019

Prof. Dr. Mehmet AKKURT

Enstitü Müdürü

TEŞEKKÜR

Yüksek Lisans tezi olarak hazırladığım bu çalışmam sırasında bana bilgilerini ve desteğini esirgemeyen sayın hocam, Doç. Dr. Sevim TÜRKTEKİN ÇELİKESİR'e teşekkür ederim. Eğitimim boyunca bilgilerini esirgemeyen başta sayın hocam Doç. Dr. Sevim TÜRKTEKİN ÇELİKESİR olmak üzere Fizik Bölümündeki tüm hocalarıma teşekkür ederim. Desteklerini hiçbir zaman esirgemeyen sevgili aileme, arkadaşlarıma, eşime ve kızım Ecem Melek'e teşekkürlerimi sunarım.

Meryem TOPCU

Kayseri, 2019

X-IŞINLARI TOZ KIRINIMI İLE KRİSTAL YAPILARIN İNCELENMESİ

Meryem TOPCU

Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü

Yüksek Lisans Tezi, Haziran 2019

Tez Danışmanı: Doç. Dr. Sevim TÜRTEKİN ÇELİKESİR

ÖZET

Bu tez çalışmasında Haloperidol' un kırınım deseni Bruker AxsD8 Advence marka X-ışınları toz difraktometresinden alındı. Numunenin toz kırınım deseninden yararlanarak analitik yöntem ile kristal sistemi ve birim hücre parametreleri belirlendi ve kırınım deseninin indislemesi yapıldı. Analitik yöntem sonucunda kristal sistemi monoklinik ve birim hücre parametreleri, $a = 9,5982 \text{ Å}$, $b = 19,4407 \text{ Å}$, $c = 5,7435 \text{ Å}$, $\beta = 98,27^\circ$ şeklinde tespit edilmiştir. Analitik yöntem ile elimizdeki verilerden dört pik indislenemedi.

Anahtar Kelimeler: X-ışını, Toz kırınım tekniği, Haloperidol, Analitik yöntem, İndisleme.

INVESTIGATION OF CRYSTAL STRUCTURES BY X-RAY POWDER DIFFRACTION

Meryem TOPCU

Erciyes University, Graduate School of Natural and Applied Sciences

M. Sc. Thesis, June 2019

Thesis Supervisor: Assoc. Prof. Sevim TÜRTEKİN ÇELİKESİR

ABSTRACT

In this study, diffraction pattern of haloperidol were taken at Bruker AxsD8 Advance type of X-ray powder diffractometer. Using powder diffraction pattern of the sample were determined crystal lattice and unit cell parameters and were indexed of diffraction pattern, Analytical method were monoclinic system and unit cell parameters; $a = 9,5982 \text{ \AA}$, $b = 19,4407 \text{ \AA}$, $c = 5,7435 \text{ \AA}$, $\beta = 98,27^\circ$ Four peak couldn't been indexed with our data by analytical method.

Keywords: X-ray, Powder diffraction method, Haloperidol, Analytical method, Indexing.

İÇİNDEKİLER

X-IŞINLARI TOZ KIRINIMI İLE KRİSTAL YAPILARIN İNCELENMESİ

BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK.....	ii
YÖNERGEYE UYGUNLUK.....	iii
KABUL ONAY	iv
TEŞEKKÜR.....	v
ÖZET	vi
ABSTRACT	vii
TABLoların LİSTESİ	ix
ŞEKİLLERİN LİSTESİ	xi
GİRİŞ	1

1. BÖLÜM

X-IŞINLARI VE ELDE EDİLMESİ

1.1. X-Işınlarnn Bulunuşu ve Tarihçesi.....	2
1.2. X-Işınları ve Özellikleri	3
1.2.1. X-Işınlarnn Optik Özellikleri.....	5
1.3. X-Işınlarnn Oluşumu	6
1.3.1. Doğal X-Işınları	6
1.3.2. Yapay X-Işınları.....	6
1.4. X-Işını Tüpü	6
1.4.1. Sürekli Spektrum (Frenleme) X-Işınları.....	8
1.4.2. Karakteristik X-Işınları.....	9
1.5. X-Işını Soğurulması.....	10

2. BÖLÜM

X-IŞINLARI KIRINIMI

2.1. X-Işınları Kırınımı.....	11
2.2. Bragg Kanunu	12
2.3. Kristaller	14
2.3.1. Kristal Yapı.....	14
2.3.2. Kristal Sistemleri ve Miller İndisleri.....	17

2.4. X-Işınlari Kırınımı ile Kristal Yapıların Tayini	18
2.5. X-Işınlari Kırınım Yöntemleri	20
2.5.1. Toz Kırınımı	20

3. BÖLÜM

3.1. Haloperidol.....	21
3.2. Haloperidol'un Kristal Yapısının Analitik Olarak İncelenmesi.....	22
3.2.1. Kübik Test	24
3.2.2. Tetragonal Test	37
3.2.3. Hekzagonal Test.....	38
3.2.4. Rombohedral Test	40
3.2.5. Ortorombik Test.....	41
3.2.6. Monoklinik Test.....	53
3.2.7 Triklirik Sistem	60

4. BÖLÜM

SONUÇ VE TARTIŞMA.....	65
KAYNAKLAR.....	66
ÖZGEÇMİŞ	68

TABLoların LİSTESİ

Tablo 2.1. Yedi Kristal Sistemi ve Bravais Örgüleri.....	16
Tablo 3.1. Haloperidol İçin Toz Kırınım Deseni Verileri.....	26
Tablo 3.2. Kübik Sistem İçin $h^2+k^2+l^2$ 'nin Alabileceği Değerler	27
Tablo 3.3. Haloperidol İçin Kübik Test Tablosu.....	29
Tablo 3.4. Haloperidol Oran Tablosu	34
Tablo 3.5. Ortorombik Kristal Sistemine Sahip Bir Numuneye Ait Toz Kırınım Deseni Verileri	45
Tablo 3.6. Ortorombik Bir Numune İçin Örnek Fark Tablosu	48
Tablo 3.7. Haloperidol Fark Tablosu.....	49
Tablo 3.8. Haloperidol İçin Farkların Frekansı.....	55

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 1.1. Elektromanyetik spektrum.....	5
Şekil 1.2. X-Işını Tüpünün Temel Yapısı	7
Şekil 1.3. a) X-Işını sürekli spektrumu	9
Şekil 1.3. b) Bremsstrahlung ışıınımı	9
Şekil 1.3. c) Sürekli spektrum X Işını eldesi.....	10
Şekil 1.4. Karakteristik X-Işını.....	10
Şekil 2.1. Bir kristalde X-Işını kırınımı	13
Şekil 2.2. Kristal düzlemlerinden X-Işınlarının saçılması	14
Şekil 2.3. Ondört Bravais Örgüsü.....	18
Şekil 2.4 Miller İndisleri	20
Şekil 3.1. Haloperidol	23
Şekil 3.2. Haloperidol'un X-Işınları Toz Kırınım Deseni	25
Şekil 3.3. Farkların Frekansını Gösteren Bir Bar Grafik	46

GİRİŞ

X-ışınları ile madde analizi çeşitli metotlarla yapılabilir. X-ışınları toz kırınım metodu uygulanacak olan maddenin mutlaka kristal yapıda olması gerekir. X-ışınları toz kırınım deseni çekilerek ve bu desenden elde edilen veriler kullanılarak maddenin hangi kristal yapıya sahip olduğu ve birim hücre parametreleri belirlenebilir. Bilinmeyen toz deseninin analizinde ilk basamak spektrumda gözlenen tüm pikleri açıklayan bir kristal sistemi bulmaktır. Analiz edilen materyal mutlaka tek fazlı ve deneysel veriler oldukça kaliteli olmalıdır. İndisleme işlemlerinde kırınım desenine ait düzlemler arası mesafe (d), yansıma açısı (2θ), ve şiddet (I) bilgileri kullanılır ve örgü sabitlerinin (a , b , c , α , β , γ) bir setini ve her pik için Miller indisleri (h , k , l) bulunmaya çalışılır.

1. BÖLÜM

X-IŞINLARI VE ELDE EDİLMESİ

1.1. X-ışınlarının Bulunuşu ve Tarihçesi

Günümüz görüntüleme yöntemlerinin temelini oluşturan ve tıp biliminde yeni bir çağ açan X-ışınları 1895 yılında Alman Fizik Profesörü Wilhelm Conrad Röntgen tarafından keşfedilmiştir. Röntgen; bir Crooks tüpünü indüksiyon bobinine bağlayarak, tüpten yüksek gerilimli elektrik akımı geçirdiğinde, tüpten oldukça uzakta durmakta olan cam bir kavanoz içindeki baryumlu platin siyanür kristallerinde bir takım pırıltıların oluştuğunu gözlemiş; bu tür pırıltılara neden olan ışınlara, o ana kadar bilinmemesinden dolayı "X-ışınları" adını vermiştir. [1]

Tüpten yüksek gerilimli akım geçirildiğinde karşısındaki ekranda parıldamalar oluşturan ışınların değişik cisimleri, farklı derecelerde geçebildiği, kurşun plaklar tarafından ise tutulduğunu gözleyen Röntgen, eliyle tuttuğu kurşun levhaların ekrandaki gölgesini incelerken kendi parmak kemiklerinin gölgelerini de fark etti. Bu olay üzerine, içinde fotoğraf plağı bulunan bir kasetin üzerine karısının elini yerleştirerek parmak kemiklerinin ve yüzüğünün görüntüsünü elde etmiştir. Hago ile Wind 1899'da bir X-ışını demetini dar bir yarıktan geçirmişler, böylece bir kırınım deseni elde etmeyi başarmışlardır fakat gözlenen desen oldukça küçük olduğu için kabul görmemiştir. X-ışınlarının dalga karakterine sahip olduğu 1912'de Laue'nin kristallerdeki kırınım deneyleri ile ortaya konulmuştur. Charles Glover Barkla deneyi ile X-ışınlarının polarize edilebilmesi, bunların ışık ışınları gibi enine dalgalar olduğunu ortaya koymuştur. Charles Glover Barkla yaptığı bu deneylerde, katı cisimlerden büyük açı altında saçılan X-ışınlarının iki farklı dalga boyu gözlemlemiştir. Bu dalga boylarından ilki, gelen elektromanyetik dalganın frekansı ile aynı diğeri farklıdır. Klasik

elektromanyetik dalgalar teorisi ile bu ilk dalga boyu açıklanabilmektedir: Gelen elektromanyetik dalganın elektrik alanı, atomlara bağlı elektronları kendi frekansı ile sürer. Salınım hareketi yapan bu elektronlar, her doğrultu boyunca aynı frekansta elektromanyetik dalgalar yayımlarlar. Bu yayımlanan elektromanyetik dalgalar gelen elektromanyetik dalgalar ile aynı frekanslıdır. Bu süreçte elektronlar atomlardan sökülmez, atomun durumu geçici olarak bozulur. Böyle bir saçılmayı atomlara sıkıca bağlı elektronlar gerçekleştirir. Charles Glover Barkla'nın deneyinde gözlenen diğer dalga boyulu saçılan elektromanyetik dalgalar ise ancak Compton'un hipotezi ile açıklanabilmiştir.

1901 yılında ilk kez verilmeye başlanan Nobel Fizik Ödülüne de layık görülen W. C. Röntgen 1923 yılında 78 yaşındayken ölmüştür. Röntgen'in X-ışınlarını keşfi, bilim çevresinde çok büyük yankılar uyandırırken yeni gelişmelere de önderlik etmiştir. Bu buluştan çok kısa bir zaman sonra H. Antonie Becquerel X-ışınları üzerinde çalışırken uranyumun radyoaktifliğini; Curie'ler ise radyum elementini keşfederek "Radyoloji" adında yeni bir bilimin doğuşunu gerçekleştirmişlerdir [2].

1.2. X-ışınları ve Özellikleri

X-ışınları yüksek enerjili elektronların yavaşlatılması veya atomların iç yörüngelerindeki elektron geçişleri ile meydana gelen dalga boyları 0,1-100 Å arasında değişen elektromanyetik dalgalardır. Dalga boyları küçük, girginlik dereceleri fazla olan X-ışınına “sert X-ışını”, dalga boyları büyük, girginlik dereceleri az olan X-ışınına “yumuşak X-ışını” denir. Kristalografide 0.5-2.5 Å (yumuşak), radyolojide 0.5-1 Å (sert) dalga boylarındaki X-ışınları kullanılır. X-ışınlarının frekansı görünür ışığın frekansından ortalama 1000 defa daha büyüktür ve X-ışını fotonu (parçacığı) görülen ışığın fotonundan daha yüksek enerjiye sahiptir. Şu halde bu ışınları belirleyen iki özellik kısa dalga boyu ve yüksek enerjiye sahip olmalarıdır. X-ışınları hem dalga hem tanecik özelliği gösterirler. Dolayısıyla çift karakterlidirler. Fotoelektrik soğurulma, Compton saçılması (inkoherent saçılma) gaz iyonizasyonu ve sintilasyon tanecik özellikleri; hız, polarizasyon ve Rayleigh saçılması (koherent saçılma) dalga özellikleridir. Tanecik karakteri gösteren elektromanyetik radyasyona foton denir [3].

Genel Özellikler

- Sürekli spektrum verir.
- Çizgi spektrum verir.
- Işık hızı ile yayılır.
- Doğrular halinde yayılır.
- Elektrik ve manyetik alandan etkilenmezler.

Etkileşme sonucu maddeden çıkan tanecik

- İyon
- Foto elektron
- Geri tepme elektronu
- Elektron pozitron çifti

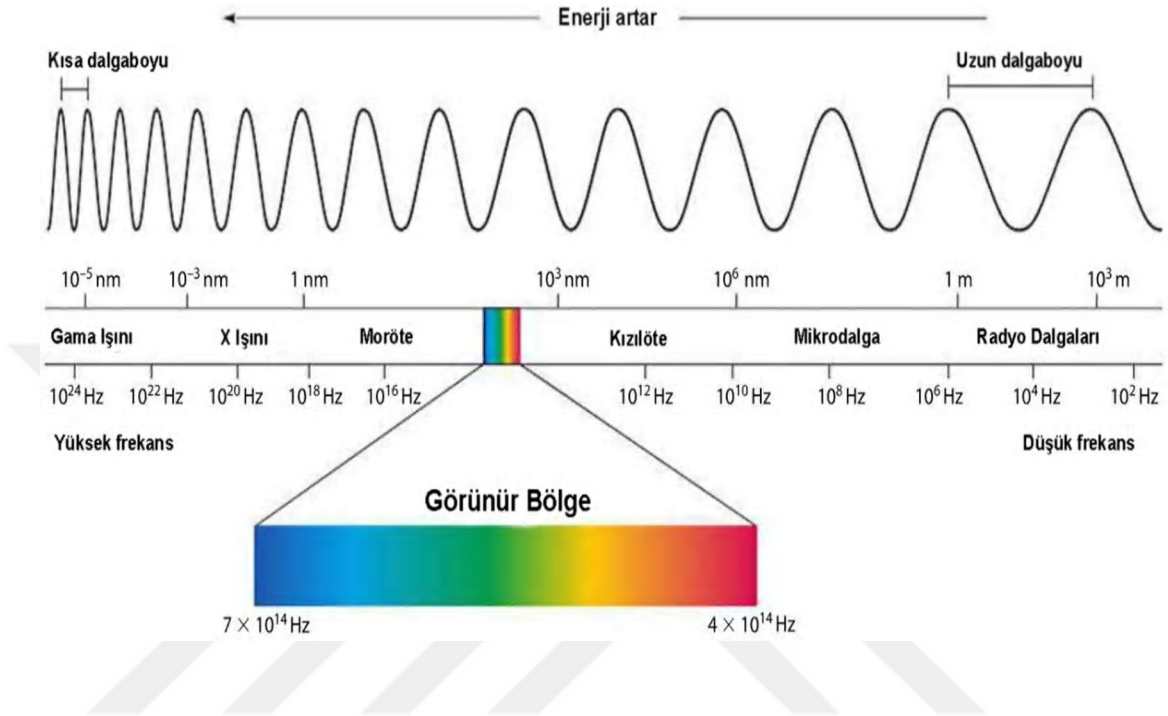
Yapabileceği fiziksel olaylar

- Transmisyon
- Kırılma
- Yansıma
- Polarizasyon
- Koherent saçılma
- İnkoherent saçılma
- Fotoelektrik olay

X-ışını soğurmasının kalıcı sonuçları

- Radyasyon tahribatı
- Sıcaklık artması
- Fotoelektrik iyonizasyon
- Genetik değişme
- Hücrenin ölümü [3].

X-ışınları Şekil 1.1’de ki elektromanyetik spektrumda gama ışınları ile mor ötesi ışınlar arasında yer alırlar [4].



Şekil 1.1. Elektromanyetik spektrum [4].

1.2.1. X-ışınlarının Optik Özellikleri

X-ışınları için optik geometri oldukça basit bir durum gösterir, çünkü bu ışınlar homojen veya homojen olmayan ortamlarda daima ışığın boşluktaki hızına çok yakın bir hızla yayılırlar. Bu ışınların maruz kaldığı kırılma ihmal edilebilecek kadar azdır. Bu durumda X-ışınlarını mercekler vasıtasıyla odaklaştırmanın imkânı yoktur. Buna rağmen X-ışınlarını tam yansıtmaya uğratma imkânlarından yararlanılarak bir X-ışınları mikroskobu yapılabilmektedir. Ancak, bu cihazın kullanılışı oldukça zahmetlidir. Tam yansıma, X-ışınlarının oldukça yatay bir açıyla parlak yüzeyler üzerine düşmesiyle gerçekleşir. Bu amaçla kullanılan aynaların meridyen kesitleri elips şeklindedir.

Normal ışınlar gibi X-ışınları da polarizasyona uğrarlar. Birbirine dik iki polarizörden geçen bir X-ışını demeti tam olarak söndürülebilir. X-ışınlarının maddeyi geçişi polarize ışığın titreşim düzlemi üzerine etki etmez [5].

1.3. X-ışınlarının Oluşumu

X-ışınları, doğal X-ışınları ve yapay X-ışınları olmak üzere iki şekilde meydana gelir;

1.3.1. Doğal X-ışınları

Atom çekirdeği tarafından K enerji kabuğundan elektron yakalanması, alfa bozunumu, iç dönüşüm ve beta bozunumu olaylarıyla meydana gelmektedir.

Bir atoma dışarıdan gelen veya dışarıya gönderilen yüksek enerjili elektronlar o atomun ilk halkalarından elektronlar koparır. Atomdan kopan bu elektronun yerine daha yüksek seviyelerden (üst halkalardan) elektronlar atlayarak kopan elektronun yerindeki boşluğu doldurur. Bu sırada ortaya çıkan enerji fazlalığı X-ışını şeklinde dışarı salınmaktadır [6].

1.3.2. Yapay X-ışınları

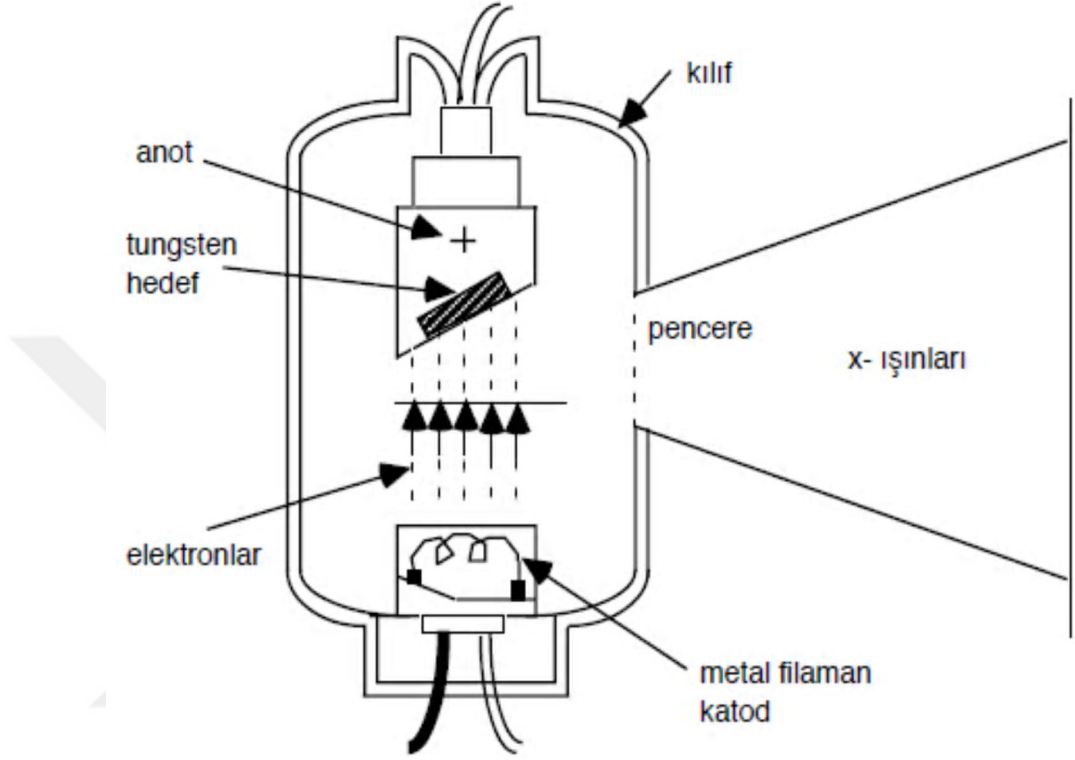
Maddenin; elektron, proton veya iyonlar gibi hızlandırılmış parçacıklarla etkileşmesinden ya da X-ışını tüpünden veya başka bir uygun radyoaktif kaynağından çıkan fotonlarla etkileşmesinden meydana gelmektedir.

Maddenin, fotonlarla ve elektronlarla etkileşmesinden karakteristik (çizgi) X-ışınları, yüklü parçacıklarla etkileşmesinden hem karakteristik hem de sürekli X-ışınları elde edilir [6].

1.4. X-ışını Tüpü

X-ışını tüpü yüksek voltajlı bir katot ışını tüpüdür. Tüp yüksek vakumda havası boşaltılmış cam bir kılıftan oluşmuştur. Bir ucunda anot (pozitif elektrot), diğer ucunda katot (negatif elektrot) bulunur ve bunların her ikisi de lehimle sıkıca mühürlenmiştir. Katot, ısıtıldığında elektron salan tungsten materyalinden yapılmış bir flaman olup; Anot, kalın bir çubuk ve bu çubuğun sonundaki metal hedeften oluşur. Anot ve katot arasına yüksek voltaj uygulandığında katot flamanında elektron yayınlanır ve bu elektronlar yüksek gerilim altında anoda doğru hızlandırılır ve hedefe çarpmadan önce yüksek hızlara ulaşır. Yüksek hızlı elektronlar metal hedefe çarptıklarında enerjilerini

aktararak bir foton yayınlanır ve oluşan X-ışını demeti cam zarfın içindeki ince cam pencereden geçer. Bazı tüplerde tek dalga boylu X-ışını elde etmek için filtre kullanılır.



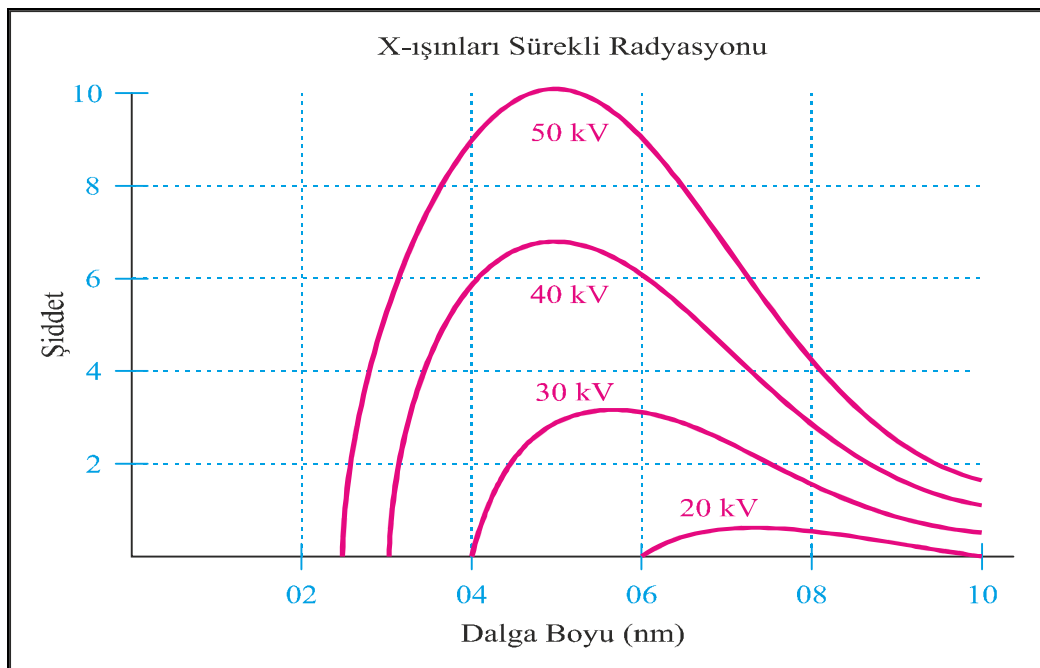
Şekil 1.2. X-ışını Tüpünün Temel Yapısı [7].

Hareketli bir elektronun kinetik enerjisi vardır. Yüksek hıza sahip bir elektron tungstene çarpınca bir tungsten atomu ile çarpışır. Elektron durdurulana kadar birçok atomla çarpışmak zorunda kalabilir. Elektronun durdurulması sırasında kaybedilen kinetik enerjinin yüzde biri veya daha az kısmı X-ışını ışımasına, geri kalan kısmı ise ısı enerjisine dönüşür. Vakum tüpündeki (Şekil 1.2 X-ışını tüpündeki) hedefin elektronlarla bombardıman edilmesi sonucu elde edilen X-ışınlarının maddenin içine işleyebilme gücüne "sertlik" denir. Bu ışınların sertliği başlıca iki şeye bağlıdır. Bunlardan birincisi, lambadaki havanın ya da gazın ne derece boşaltılmış olduğudur. Tüpüte kalan gaz moleküllerinin sayısı ne kadar azsa, bu moleküllerle çarpışarak hedeften sapan elektronların sayısı da o kadar az olur. İkinci etken tüpe uygulanan gerilimin şiddeti, yani elektrik basıncıdır. Gerilim ne kadar yüksekse, hedefe çarpan elektron akımının darbe etkisi de o ölçüde büyük olur. Bugün kullanılmakta olan X-ışını lambalarının çoğu Coolidge lambasıdır. Bu lamba türünü ABD'li bilim adamı William David

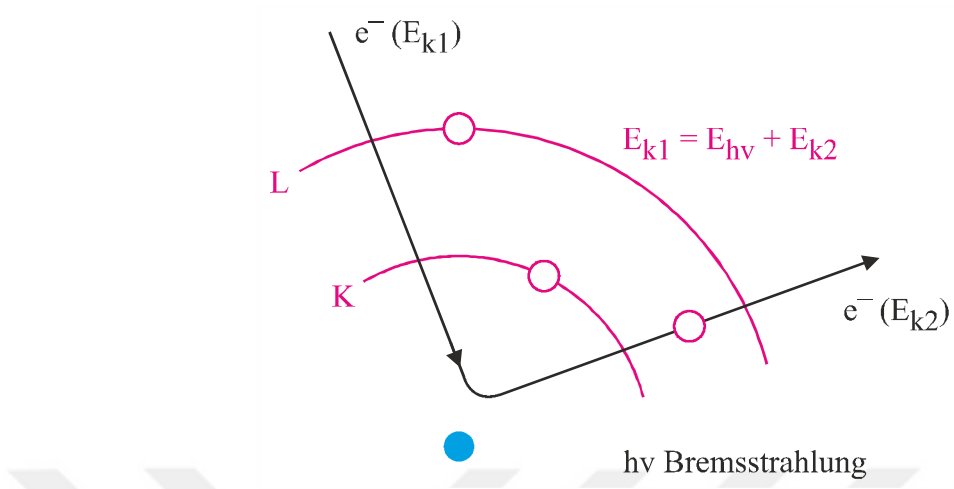
Coolidge (1873-1975) geliřtirmiřtir. Son derece yksek bir vakum dzeyine sahip olan bu tplerde elektronlar, radyo lambalarında olduėu gibi sıcak bir filamandan (ince bir telden) yayılır. Katottan ıkan ve yksek bir gerilimle hızlandırılan elektronlar tungstenden yapılmıř aėır bir ubuėa arpıtılır. Tungsten, elektron bombardımanının neden olduėu yksek sıcaklıklara erimeden dayanabilir. Tungsten ubuėun flamana yakın olan ucu belirli bir eėimle kesilmiřtir; bu uca hedef denir. Hedeften X ışınları yayılır, ama lamba belirli bir aıklık dıřında kalın bir kurřun katmanıyla sıvanmıř olduėundan X-ışınları yalnızca bu aıklıktan dıřarı ıkar, bu yzden de bir demet halinde yol alır [8].

1.4.1. Srekli Spektrum (Frenleme) X-ışınları

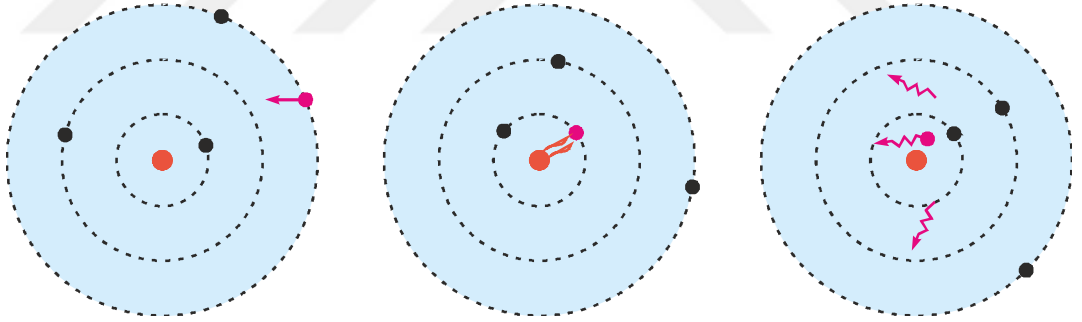
Elektron demeti, hedef atomun ekirdeėine yaklařtıėında, ivmeli hareket yapmaya zorlanarak dıřarıya fotonlar yayar. Srekli bir enerji spektrumuna sahip bu fotonlara srekli x-ışınları, bu olaya da bremsstrahlung veya frenleme radyasyonu (řekil 1.3 a,b,c) adı verilir [9].



řekil 1.3. a) X-ışını srekli spektrumu



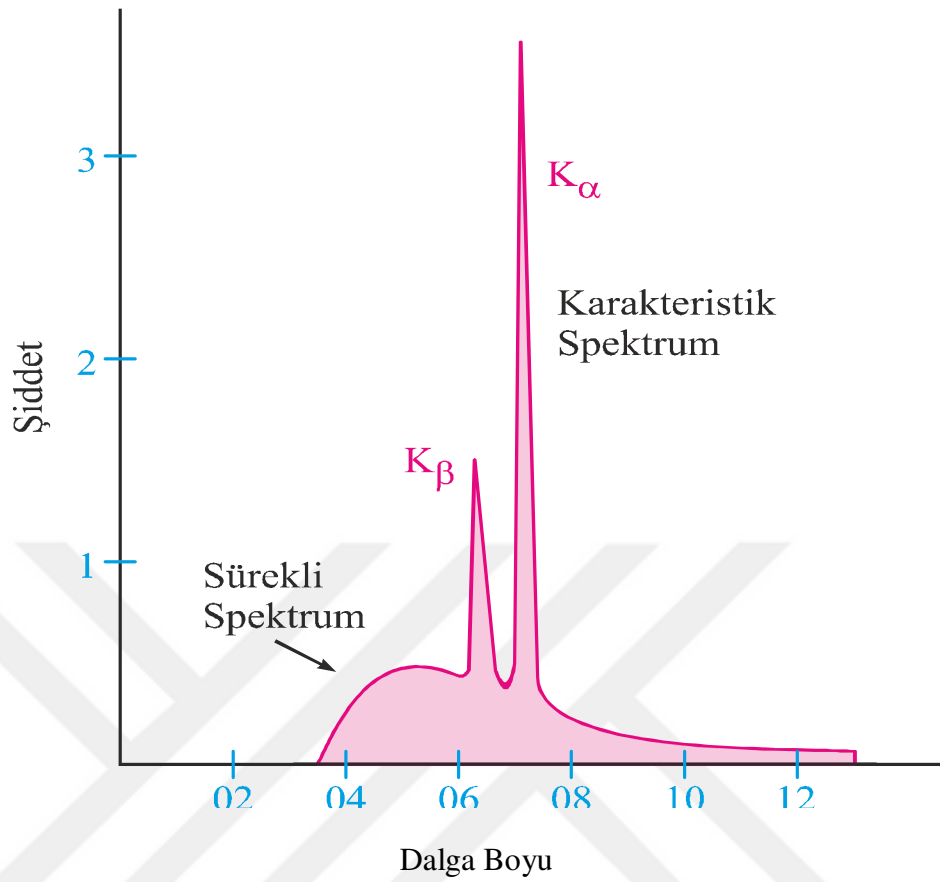
Şekil 1.3. b) Bremsstrahlung ışıınımı



Şekil 1.3. c) Sürekli spektrum X ışını eldesi

1.4.2. Karakteristik X-ışınları

Hedef atom üzerine gönderilen elektronların, hedef atomun yörüngesindeki elektronlarla etkileşimi sonrasında, aldıkları enerjiyle üst enerji seviyelerine çıkarlar. Kararsız durumdaki bu enerji seviyeleri geri bozunduğunda dışarıya foton yayınlanır. Enerjileri, seviyeleri arasındaki farka eşit olan bu fotonlara karakteristik X-ışınları (Şekil 1.4) adı verilir [10].



Şekil 1.4. Karakteristik X-ışını

1.5. X-ışını Soğurulması

X-ışınlarının en göze çarpan özelliği, az enerjik ışınlamaları geçirmeyen cisimlerden geçebilmeleridir. Mor ötesi, görünür ve kızıl ötesi ışınların soğurulmalarının temel nedeni fotonun enerjisinin soğurulduğu maddenin elektronik, titreşim ve dönüş enerjileri hallerine dönüşmesidir. X-ışını fotonları için, enerjilerinin fazla olması ve her titreşmenin az miktar enerjiyi fotondan koparması nedeni ile etkileşme art arda çok sayıda oluşur. Bir X-ışını fotonunun enerjisini bu yolla tüketmesi için çok sayıda etkileşme yapması gerekir. Bu çarpışmada enerjisinin büyük bir kesrini kaybedebilmesi için X-ışını fotonunun, en içteki K veya L tabakasındaki bir elektronla etkileşmesi gerekmektedir. Bir x-ışını fotonunun bu tür çarpışma yapma ihtimaliyeti az olduğundan yüksek enerjili foton, madde içerisinde az enerjili (kısa dalga boylu veya sert) X-ışınları, madde içerisinde dikkate değer bir geçiş yeteneğine sahiptirler [11].

2. BÖLÜM

X-IŞINLARI KIRINIMI

2.1. X-ışınları Kırınımı

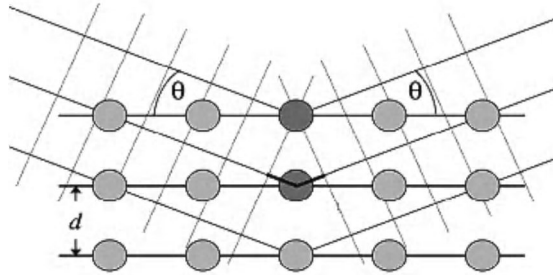
Kristal yapı, üç boyutlu uzayda düzgün tekrarlanan bir deseni temel alan bir atomik yapıya sahiptir. Bu nedenle, katıların kristal yapısı, yapıda bulunan atom gruplarının ya da moleküllerin katıya özgü olacak şekilde geometrik düzende bir araya gelmesi ile oluşur. İlk kez Max van Laue tarafından kristal yapı ve yapı içerisindeki atomların dizilişleri X-ışını kırınım desenleri kullanılarak incelenmiştir. Bir malzemenin atomik yapısını görüntülemek, yüksek çözünürlüğe sahip çeşitli elektron mikroskopları kullanılarak mümkündür. Fakat bilinmeyen yapıları belirtmek veya yapısal parametreleri tayin etmek için kırınım tekniklerini kullanmak gerekir. Katıların kristal yapılarını incelemek için en çok kullanılan kırınım tekniği X-ışını kırınımıdır. Bu tekniğin uygun olması, temelde iki nedenden dolayıdır;

1. X-ışınlarının dalga boyları, katı malzemedeki atomik mesafeler ölçüsündedir ve bu özellik, yapısal araştırmalarda kullanılmalarını sağlar.
2. X-ışını saçılma teknikleri, yıkıcı değildir ve incelenen numuneyi değiştirmez.

Katı malzemelerin incelenmesinde kullanılan X-ışınlarının dalga boyları, atomlar arası mesafelerle kıyaslanabilir büyüklükte olup yaklaşık olarak 0.5 Å ile 2.5 Å arasında değişir. Kristal ve moleküllerdeki atomlar arası mesafeler 0.15 - 0.4 nm arasındadır. Bu mesafe 3 keV ve 8 keV arasında foton enerjilerine sahip X-ışınlarının elektromagnetik spektrum dalga boyuna karşılık gelir. Bundan dolayı, kristal ve molekül yapıları X-ışınlarına maruz kaldığında, yapıcı ve yıkıcı girişim gibi olgular gözlemlenebilmektedir. X-ışınları kristal yapı üzerine düşürüldüğünde, ışınlar katı yüzeyinden küçük geliş açılarıyla tam yansımaya uğrarlar ve ışınlar kristaldeki atomların paralel düzlemleri tarafından saçılırlar. Kristal yapıdaki bu saçılmalar kırınım olarak adlandırılır ve kırınım

çok sayıda atomu içeren saçılmalardan meydana gelir. X-ışınlarının kristal yapıda kırınımı (Şekil 2.1) Bragg Kanunu ile açıklanır ve Bragg kanunun en basit sekli (Formül 2.1) aşağıdaki formül ile verilir.

$$(2.1)$$

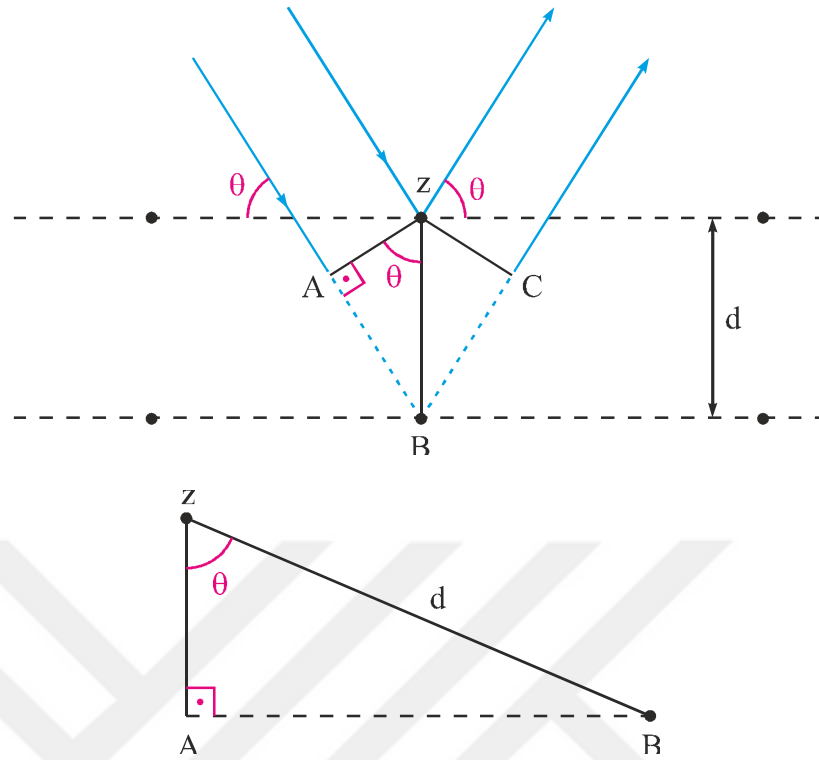


Şekil 2.1. Bir kristalde X-ışını kırınımı

Modern X-ışını cihazlarında, kırınıma uğrayan ışının kırınım açısını ve şiddetini ölçecek ışınım sayıcılar bulunur. Böylece kırınım açısı 2θ 'nın, kırınıma uğrayan ışının şiddetine göre değişimini veren kırınım deseni elde edilir. Desen üzerindeki pik genişliklerine ve zemin şiddetine bakılarak malzemenin kristalleşmesi hakkında bilgi edinilebilir [12].

2.2. Bragg Kanunu

W. L. Bragg bir kristal tarafından kırınıma uğratılan ışın demeti için basit bir açıklama yaptı. Buna göre tek renkli bir x-ışını demeti bir kristalin üzerine düştüğünde x-ışını kristaldeki atomların paralel düzlemleri tarafından saçılırlar. Her düzlem x-ışınının sadece küçük bir oranını yansıtır ve yansıma sadece gelme açısı uygun değerler aldığında meydana gelir. Bu değerler ışının dalga boyuna ve kristalin örgü sabitine bağlıdır. Atomların paralel düzlemleri tarafından yansıtılan ışınlar kuvvetlendirici girişim meydana getirebilecek şekilde üst üste geldiklerinde ise kırınım oluşur. Kristallerde kırınım olayını fiziksel bir modelle anlatmamızı sağlayan Bragg kanununu açıklayabilmek için bir kristal yapıda yer alan paralel atomik düzlemleri düşünelim. Şekil 2,2'deki gibi tek dalga boylu x-ışını demeti, kristal düzlemlerine bir θ açısı altında düşürülürse, gelen ışınların geliş doğrultusuna dik bir dalga cephesi kristale çarptığında kristalin B noktasına çarparak saçılan ışını, kristalin z atomuna çarparak saçılan ışına göre $|AB|+|BC|$ kadarlık bir yolu fazladan gider ve saçılan bir dalga cephesi oluşturur.



Şekil 2.2. Kristal düzlemlerinden x-ışınlarının saçılması

Yani bu iki ışın arasında $|AB|+|BC|$ kadarlık bir yol farkı vardır. Işınlardan kuvvetlendirici girişim yapabilmesi için iki ışın arasındaki yol farkı λ dalga boyunun tam katı olmalıdır. Yani;

$$\text{Yol Farkı} = |AB|+|BC| = n\lambda$$

olmalıdır. Şekil 2.2'ye göre;

$$|AB|=d \sin\theta \text{ ve } |BC|=d \sin\theta$$

yazabiliriz.

$$2d \sin\theta = n\lambda \quad (2.1)$$

olur. Bu eşitliğe Bragg Kanunu adı verilir. Bu ifadede λ kullanılan ışının dalga boyu, n difraksiyon derecesi, d düzlemler arası mesafeler, θ Bragg saçılma açısı olup gelen ve saçılan ışının kristal düzlemi ile yaptığı açıya denir [13].

2.3. Kristaller

Dış görünüşlerinin düzenli olması, kristallerin özdeş yapı taşları olarak seçilebilecek birimlerin düzenli tekrarı sonucu oluştuklarını göstermektedir. Bir kristal katı dışarıdan bakıldığında sürekli ve sert bir cisim olarak görülür. Deneyler ise, katıların atomlar ve atom gruplarının oluşturduğu temel birimlerinin düzenli tekrarı ile oluştuğunu göstermektedir. Bu temel birimler kristal içinde rastgele dağılmamıştır.

Atomların yerleşiminin geometrisine bağlı olarak değişen birçok kristal yapı tipi vardır. Katının fiziksel özellikleri genellikle kristalin yapı tipine bağlı olduğundan, bu yapıların bilinmesi bilim adamları kadar mühendisleri de ilgilendirmektedir [13].

2.3.1. Kristal Yapı

Kristal üç boyutlu uzayda periyodik olarak tekrarlanan atomlardan oluşur. Kristaller gazlardan ve sıvılardan ayrılırlar. Çünkü sıvı ve gazlarda atomların yerleşimi kısa mesafelerde bir düzene sahip iken uzun mesafelerde bu düzen bozulur. Bununla birlikte bütün katılar kristal değildir. Cam gibi bazıları amorfudur. Amorf katılarda atomların uzun mesafe düzeni olmayıp, kısa mesafeli düzeni söz konusudur.

Kristalin tüm özelliklerini taşıyan en küçük yapı taşına birim hücre denir. Bir birim hücrenin şekli ve büyüklüğü, orijin olarak alınan köşeden çizilen a , b ve c vektörleri ile belirtilir. Bu vektörler hücreyi temsil eder ve hücrenin kristalografik eksenleri olarak adlandırılır. Bu vektörler ve bu vektörler arasındaki açılar (α , β , γ) birim hücre parametreleri olarak adlandırılır.

Kristal yapı, malzeme biliminde makroskopik olarak kristalli minerallerin yüzeyleri arasında, mikroskopik olarak ise çoğu katının atomları arasında görülen tekrarlı düzen. Mineraloji ve kristalografide kristaller, yüzey düzlemlerinin birbirlerine göre yerleşimi esas alınarak sınıflandırılırlar.

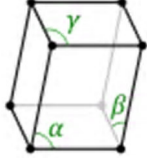
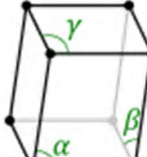
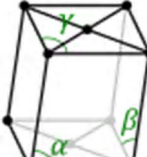
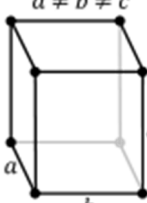
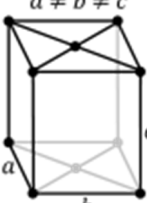
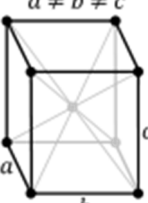
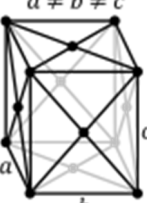
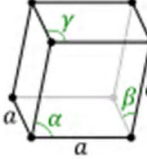
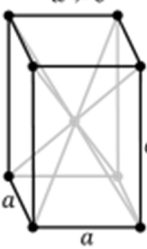
Tablo 2.1 ve şekil 2.3’de yedi kristal sistemi, kristal birim hücre parametreleri, ondört bravais örgüsü yer almaktadır.

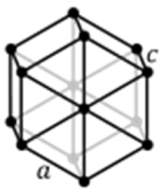
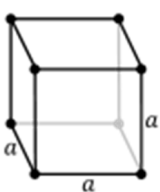
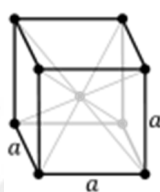
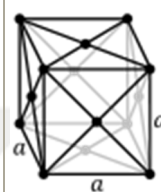
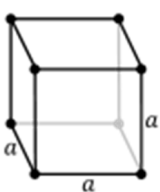
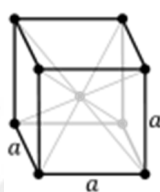
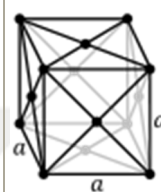
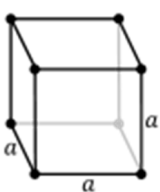
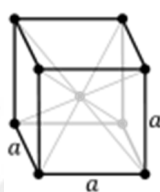
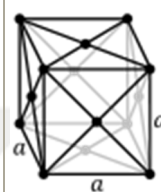
Tablo 2.1. Yedi Kristal Sistemi ve Bravais Örgüleri

Sistem	Eksen Uzunlukları ve Açılar	Bravais Örgüsü
Kübik	Birbirine dik üç eksen $a = b = c \quad \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Basit (P) Cisim merkezli (I) Yüzey merkezli (I)
Tetragonal	İkisi eşit olan birbirine dik üç eksen $a = b \neq c \quad \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Basit (P) Cisim merkezli (I)
Ortorombik	Birbirine dik eşit olmayan üç eksen $a \neq b \neq c \quad \alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Basit (P) Taban merkezli (C) Cisim merkezli (I) Yüzey merkezli (I)
Rombohedral	Aralarındaki açılar birbirine eşit üç eşit eksen $a = b = c \quad \alpha = \beta \neq \gamma = 90^\circ$	Basit (P)
Hekzagonal	Aralarındaki açı 120° olan iki eşit eksen ve üçüncü eksen ilk ikisinin düzlemine dik $a = b \neq c \quad \alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$	Basit (P)
Monoklinik	Birbirine eşit olmayan üç eksen, eksenlerden ikisi birbirine dik değil $a \neq b \neq c \quad \alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$	Basit (P) Taban merkezli (C)
Triklinik	Birbirine eşit olmayan üç eksen aralarındaki açılar farklı ve hiç biri diğerine dik değil $a \neq b \neq c \quad \alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$	Basit (P)

Bu tabloda:

- Basit örgü sadece köşelerde örgü noktalarına,
- Cisim merkezli örgüde, köşelerdeki örgü noktalarına ilave olarak hücrenin merkezinde bir örgü noktasına
- Yüzey merkezli örgüde, köşelerindeki örgü noktalarının yanında hücrenin her yüzünün merkezinde birer tane daha olmak üzere ek altı örgü noktasına sahiptir.

Kristal sistemi (7 Adet)	Bravais kafesi (14 Adet)			
1. <u>Triklinik</u>	$\alpha, \beta, \gamma \neq 90^\circ$ 			
2. <u>Monoklinik</u>	Basit	Basit, taban merkezli		
	$\alpha \neq 90^\circ$ $\beta, \gamma = 90^\circ$ 	$\alpha \neq 90^\circ$ $\beta, \gamma = 90^\circ$ 		
3. <u>Ortorombik</u>	Basit	Taban merkezli	Hacim merkezli	Yüzey merkezli
	$a \neq b \neq c$ 	$a \neq b \neq c$ 	$a \neq b \neq c$ 	$a \neq b \neq c$ 
4. <u>Rombohedral</u>	$\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$ 			
5. <u>Tetragonal</u>	Basit	Hacim merkezli		
	$a \neq c$ 	$a \neq c$ 		

6. <u>Hegzagonal</u>							
7. <u>Kübik</u>	<table><tr><td>Basit kübik (BK)</td><td><u>hacim merkezli</u> (HCC)</td><td><u>yüzey merkezli</u> (FCC)</td></tr><tr><td></td><td></td><td></td></tr></table>	Basit kübik (BK)	<u>hacim merkezli</u> (HCC)	<u>yüzey merkezli</u> (FCC)			
Basit kübik (BK)	<u>hacim merkezli</u> (HCC)	<u>yüzey merkezli</u> (FCC)					
							

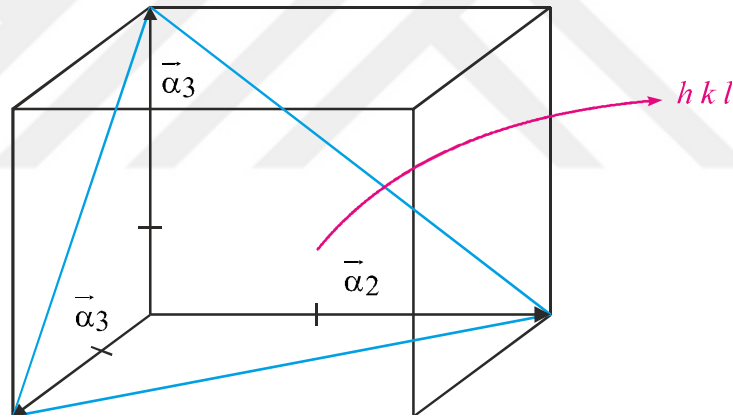
Şekil 2.3. Ondört Bravais Örgüsü

Uzayı üç takım düzleme bölünce, bu düzlemleri seçiş şeklimize göre çeşitli şekilde birim hücreler elde edebiliriz. Birim hücre parametrelerinin alabileceği farklı değerlere bağlı olarak, doğada bulunan bütün kristalleri temsil edebilmek için birim hücrelerin yedi farklı şekil ve büyüklükte olduğu görülür. Bunlara yedi kristal sistemi denir. Tabloda bu yedi kristal sistemi ve bunların Bravais örgüleri görülmektedir. 1848’de Fransız bilim adamı Bravais, noktaların (atomların) birim hücrelerin köşelerinde bulunması ile oluşan yedi birim hücrenin değişik konumlarında (yüzeylerinde, hacim merkezlerinde) da başka noktaların bulunması ile en fazla on dört çeşit nokta örgü olabileceğini ispatlamıştır. Bu on dört çeşit nokta örgüye Bravais örgüsü denir [14].

2.3.2. Kristal Sistemleri ve Miller İndisleri

Kristal düzlemleri adı geçen düzlemin kristal eksenlerini kestiği noktaların koordinat başlangıcına olan uzaklıkları cinsinden ifade edilebilir. Bu durumda kristal eksenlerine paralel olan önemli düzlemler kristal eksenlerini sonsuzda keserler. Sonsuzlukta işlem yapılamadığından düzlemin kristal eksenini kestiği noktalar yerine bu uzunlukların tersi olan büyüklükler kullanılır. İşte bu büyüklükler Miller İndisleri (Şekil 2.4) dediğimiz gösterimlerdir. Genel olarak herhangi bir P düzleminin Miller İndislerini tayin etmek için aşağıda sıralanan işlemler takip edilir.

- 1) P düzleminin a, b ve c eksenlerini kestiği noktaların yerleri sırasıyla a, b ve c örgüsü sabitleri cinsinden bulunur. Bu kesim noktalarına sırasıyla x, y ve z denir.
- 2) x/a , y/b , z/c oranları hesaplanır.
- 3) İkinci maddedeki oranların tersleri alınarak yeni a/x , b/y , c/z oranları oluşturulur.
- 4) Üçüncü maddedeki oranların ortak bir çarpanla çarpımı sonucu en küçük tamsayılar elde edilir. Bu tamsayılar P düzleminin Miller İndisleri'dir ve P düzlemi (hkl) şeklinde ifade edilir. (hkl) Miller indisleri, bir tek düzlemi temsil ettiği gibi, paralel düzlemlerin bütün takımını da temsil eder. Bu gösterimi kullanmak için iyi bir sebep vardır. X ışınlarının kristal tarafından kırınıma uğratıldığı bilinmektedir. Kırınım x-ışınlarının çok büyük sayıdaki eşdeğer paralel düzlemler tarafından saçılması sonucu oluşur. Miller indisleri böyle paralel düzlemlerin hepsini birden temsil eder [13].



Şekil 2.4 Miller İndisleri

2.4. X-ışınları Kırınımı ile Kristal Yapıların Tayini

Kristallerde x-ışını kırınımı ve diğer kırınım (elektron ve nötron kırınımı) teknikleri ile sağlanan bilgiler şunlardır:

- Kristalin yapısını belirleme
- Kristalin mükemmelliği veya fazın saflığını belirleme
- Kristalin doğrultularını belirleme
- Kristalin örgü sabitlerini belirleme

Günümüzde kristallerde kırınım, kristal yapıların hemen hemen hepsinin yapısının biliniyor olması sebebiyle, kristalin mükemmelliği ve doğrultularının belirlenmesinde kullanılmaktadır. Ayrıca, yeni modeller geliştirmeye yönelik çalışmalarda veya endüstriyel değere sahip polimerler, biomoleküller, zeolitler gibi yapıların ve örgü sabitlerinin belirlenmesi çalışmaları önemli bir yere sahiptir. Kristal yapıların ortaya çıkarılması denince a, b, c ve alfa, beta, gama (α , β , γ) birim hücre parametrelerini, birim hücrede kaç tane atom veya molekül olduğunun çıkarılması anlaşılır. Bunların dışında atomların konumları bağ uzunlukları, kristal yüzlerinin indislenmesi, kristalin mükemmelliği de tespit edilebilir. Kristal yapıyı tespit ederken atomların veya moleküllerinin yerlerinin belirlenmesi spektroskopik yöntemlerle gerçekleştirilir. Bu yöntemlerden ilki x-ışınlarıdır bunun dışında nötron kırınımı ve elektron kırınımı da kullanılır. Bir kırınım için saçan ve saçılan x-ışınlarının dalga boyları eşit ve sabit bir faz farkına sahip olmalıdır. Saçılan bir x-ışını atomun elektron yoğunluğunun çok olduğu kısmıyla etkileşir. Saçılan x-ışınının enerjisi 10-50 KeV'tur.

Nötron Kırınımı: Nötronların enerjisi yaklaşık olarak 0.08 eV'tur. Bir nötronun kütlesi yaklaşık olarak elektronun kütlesinin 2000 katıdır. Nötronlar kristal maddenin çekirdeği ile etkileşirler. Etkileşme esnek etkileşmedir ve dipol momentli olan moleküllerle etkileşirler.

Elektron Kırınımı: Enerjileri yaklaşık olarak 100 eV'tur. Elektronlar katının derinliklerine giremezler. Çünkü enerjileri düşüktür. Bu nedenle elektron kırınımıyla sadece katılarda yüzey araştırması yapılır.

X-ışınları ve Nötron Kırınımı Karşılaştırması:

1. X-ışınları atom etrafındaki elektronlarla etkileşir. Elektronların sayısı azsa x-ışınlarının etkileşimi zordur. Elektron sayısı az olan (atom numarası küçük) elementlerin atomlarının yerlerinin bulunmasında nötronlar avantaja sahiptir. X-ışınlarıyla atomların yerlerinin belirlenmesi zordur.
2. Buna karşılık nötron kaynağını yapmak oldukça pahalıdır [15].

2.5. X-ışınlarının Kırınım Yöntemleri

Bragg yasasının gerçekleşmesi için λ ve θ 'nın birbirleri ile uyum içinde olmaları gereklidir. Böylece kırınım oluşabilir. Verilen herhangi bir kristal için λ ve θ 'nın değerleri üzerinde sınırlayıcı koşullar bulunur. Üç boyutlu bir tek kristalin x-ışınları demeti içine keyfi olarak konulması durumunda genel olarak hiçbir kırınım deseni oluşmaz. Kırınımın oluşabilmesi için deney boyunca ya λ 'yı ya da θ 'yı sürekli olarak değiştirmek gereklidir. λ ve θ 'nın değiştirme durumu için üç esas kırınım yöntemi vardır.

1. Laue yöntemi: λ değişken θ sabit
2. Döner kristal yöntemi: λ sabit θ değişken
3. Toz yöntemi: λ sabit θ değişken [16].

2.5.1. Toz Kırınımı

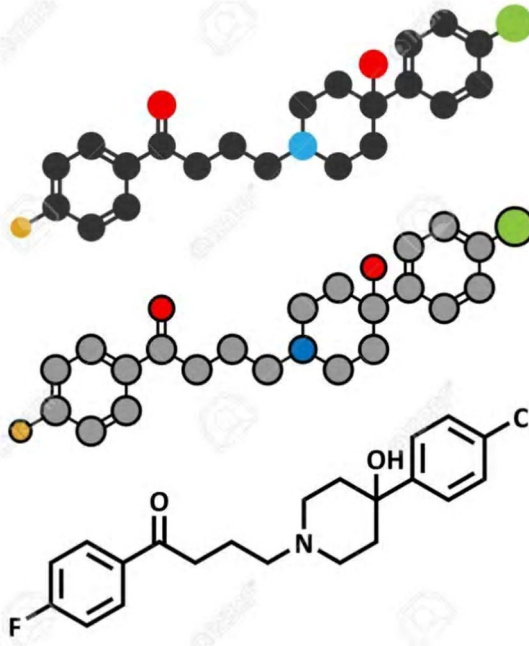
Kristal yapı hakkında bilgi edinebilmek amacıyla en sık kullanılan deneysel metotlardan birisi de toz kırınımı metodudur. Toz kırınım metodunun en büyük avantajı tek kristal kullanmadan kırınım desenlerini bulabilmektedir. Bu metotta, toz haline getirilmiş kristal numunelerinin üzerine belirli bir doğrultudan tek dalga boylu X-ışınları düşürülür. Böylece değişik açılarda toz numuneden Bragg kanununu sağlayan yansımaların oluşması gözlenecektir. Bragg kanunu kullanılarak kristal örgü düzlemleri ile örgü parametreleri bulunabilecektir.

XRD (X-Ray Diffraction) spektroskopisi olarak bilinen 'X-ışını Difraksiyon Spektroskopisi' isminden anlaşılacağı üzere, ultraviyole ışınından daha kuvvetli fakat gamma ışınından daha zayıf enerjili, X-ışınları kullanılarak yapılan analizi temel alır. Bu yöntem ile kristal yapıya sahip olan madde gerçekte bulunduğu şekil ile incelenir. Maddenin yapısı incelenirken, optik yöntemler bir yere kadar yardımcı olurlar ama atomik boyutlarda inceleme yapılmak istendiğinde X-ışınlarının difraksiyonu kullanılarak, madde hakkında bilgi toplanmaya çalışılır. Her maddenin kristal içerisinde atomlarının belirli bir dizilimi vardır ve X-ışınları bu atomların diziliminden oluşan düzlemlerden kırınımına uğrayarak, o maddenin karakteristik özelliklerini anlamamızı sağlar. Bu yöntemin kullanılabilmesi için kristal yapıya sahip olan maddenin toz haline getirilmesi gerekir [17].

3. BÖLÜM

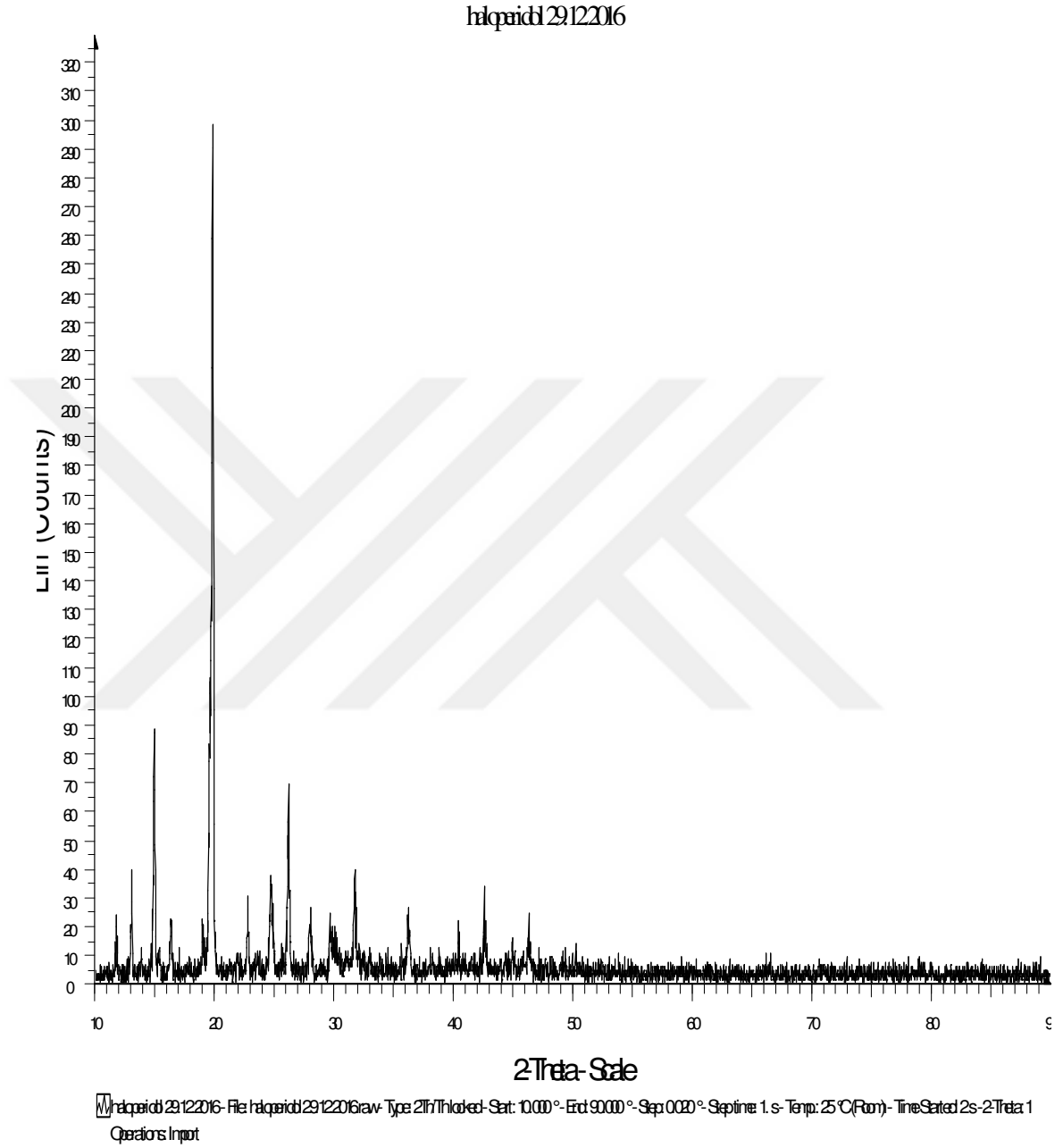
3.1. Haloperidol

Haloperidol, yirmi yılı aşkın bir süredir yaygın olarak kullanılan nöroleptik bir ilaçtır. Nöroleptik ilaçların butirofenon yapısını taşıyan gurubuna dahildir. Bu grup ilaçlar içinde antipsikotik olarak en sık kullanılanıdır. Özellikle fenotiyazinlere dirençli veya alerjik olan psikoz olgularının tedavisi için tercih edilir. Katı halde iken stabildir. Ancak ışığın etkisi ile zamanla rengi sararır. Nem çekici değildir. Saklanıldığı kaplar ışıktan korunaklı olmalıdır. Erime derecesi 147°-152° dir . Haloperidolun santral sinir sistemi (SSS) üzerine seçici etkiye bulunduğu, doparrin reseptörlerinin beyinde dopaminerjik etkiyi azalttığı ve dopamin yıkımını çoğalttığı bilinmektedir. Haloperidolün kapalı formülü $C_{21}H_{23}ClFNO_2$ şeklindedir [18].



Şekil 3.1. Haloperidol

3.2. Haloperidol'un Kristal Yapısının Analitik Olarak İncelenmesi



Şekil 3.2. Haloperidol'un X-Işınlari Toz Kırınım Deseni

Tablo 3.1. Haloperidol İçin Toz Kırınım Deseni Verileri

	2θ°	d(A°)	% / o
1	10,34	8,55	2,00
2	11,72	7,55	7,69
3	12,98	6,81	13,04
4	13,80	6,41	4,01
5	14,90	5,94	29,43
6	15,32	5,78	4,01
7	16,32	5,43	7,36
8	17,02	5,21	4,01
9	17,86	4,96	3,01
10	18,96	4,68	7,36
11	19,82	4,48	100,00
12	21,80	4,07	3,34
13	22,74	3,91	10,03
14	23,76	3,74	3,68
15	24,82	3,58	9,03
16	25,74	3,46	3,34
17	26,18	3,40	23,08
18	26,60	3,35	3,68
19	28,04	3,18	8,70
20	29,70	3,01	6,35
21	29,92	2,98	3,68
22	30,26	2,95	4,01
23	30,40	2,94	4,01
24	30,96	2,89	3,68

25	31,82	2,81	8,70
26	32,10	2,79	3,68
27	32,50	2,75	3,68
28	33,04	2,71	3,34
29	33,80	2,65	3,34
30	34,50	2,60	4,01
31	35,64	2,52	4,35
32	36,04	2,49	4,01
33	36,22	2,48	8,70
34	36,34	2,47	5,69
35	38,04	2,36	4,01
36	38,22	2,35	3,34
37	38,82	2,32	4,01
38	40,00	2,25	3,34
39	40,14	2,25	3,34
40	40,40	2,23	7,02
41	42,36	2,13	3,34
42	42,58	2,12	11,04
43	44,96	2,02	5,02
44	46,40	1,96	4,35

3.2.1. Kübik Test

Her toz kırınım desenini indislemek için ilk adım simetrisinin kübik olup olmadığını bulmaktır. Çünkü en yüksek simetriye sahip kristal sistemi, kübik yapıdır. Bir kübik kristalde 'd' düzlemler arası uzaklık ile 'a' birim hücre parametresi arasındaki ilişki,

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (3.1)$$

olarak verilir. Bragg kanununda d_{hkl} 'yi yerine yazarsak,

$$2d \sin \theta_{hkl} = \lambda$$

$$\sin^2 \theta_{hkl} = \frac{\lambda^2}{4d^2} \quad (3.2)$$

$$\sin^2 \theta_{hkl} = \frac{\lambda^2}{4a^2} (h^2 + k^2 + l^2)$$

olur. Burada $\frac{\lambda^2}{4a^2}$ ifadesi sabit olduğu için, A ile ifade edersek,

$$\sin^2 \theta_{hkl} = A (h^2 + k^2 + l^2) \quad (3.3)$$

formülü elde ederiz. $(h^2 + k^2 + l^2)$ terimi için bazı değerler birim kübik hücresi primitif, yüzey merkezli ve cisim merkezli olan üç durum için Tablo 3.2'de verilmiştir.

Tablo 3.2. Kübik Sistem İçin $h^2 + k^2 + l^2$ 'nin Alabileceği Değerler

Basit Kübik	1	2	3	4	5	6	8	9	10	11	12	13	14	16	17	18
Cisim Merkezli Kübik	2		4		6		8		10		12		14	16		18
Yüzey Merkezli Kübik		3	4				8			11	12			16		
Yasak numaralar							7							15		

Kübik yapı için $\sin^2 \theta$ değeri gözlenirse 1, 2, 3, 4, 5, 6 ve 8'in katları şeklinde olduğu bulunur. Bu durumda hücrenin primitif kübik olduğu oldukça belirgindir. Genel faktör A bulunduğunda, buradan hücre sabiti a hesaplanabilir. $h^2 + k^2 + l^2$ terimi 7,15,23.... değerlerine asla sahip olmaz. Çünkü bu sayılar üç tamsayının karelerinin toplamı değildir.

Yüzey merkezli kübik hücre kolayca tanımlanabilir. Örneğin, ilk iki pik genellikle A faktörü ise ve A'ya tüm gözlenen $\sin^2 \theta$ değerleri bölüldüğünde 3,4,8,11,12,16....

sayıları bulunursa, simetrisinin yüzey merkezli kübik olduğu oldukça kesindir. Hücre sabiti a , A' 'dan hesaplanabilir.

Cisim merkezli kübik hücre de bir benzer yolla tanımlanabilir; Oranlar 2:4:6:8.... olur (Tablo 3.2) [19].

Tablo 4.2. incelendiğinde $h^2+k^2+l^2$ değerini karşılayabilecek sayı değerleri bazı örgüler için bulunmaz. Örneğin cisim merkezli kübik yapı için $h^2+k^2+l^2=1$ olması imkânsızdır. Çünkü $h^2+k^2+l^2$ 'nin 1 değerini alabilmesi için hkl 'nin ya (100), (010) ya da (001) değerlerinden birini alabilmesi gereklidir. Ancak cisim merkezli kübik yapı için, bu yüzeylerden meydana gelen yansımalar yapıcı girişim meydana getiremezler. Böylece kırınım deseninde de bu indislere sahip yüzeylerin bulunması beklenemez [20].

Haloperidol maddesinin kübik yapıya sahip olup olmadığını anlamak ve birim hücre parametresini tespit etmek için öncelikle Tablo 3.2.'den yararlanılır. Burada $\sin^2\theta$ değerleri Tablo 3.2.'de verilen sayılara bölünerek Tablo 3.3. oluşturulmuştur. (3.3) ifadesine göre oluşturduğumuz bu tablo aslında A' 'nın katlarını içeren tablodur. Bu tablo üzerinde sütunlar arasında eğer ortak bir A değeri bulabilirsek Haloperidolun kübik yapıya sahip olup olmadığını anlayabiliriz ve eğer sahipse $\frac{\lambda}{4a^2} = A$ ifadesinde de λ 'yı

bildiğimize göre a 'yı yani birim hücre parametresini tespit etmiş oluruz. Ancak Haloperidol için kübik test tablosu 3.3. incelendiğinde böyle ortak bir A değerini göremediğimiz için numunenin kübik kristal sistemine sahip olmadığı sonucunu çıkarırız.

Tablo 3.3 incelendiği zaman en çok tekrar eden en küçük sayının 0,0013 olduğu görülür. Buna göre A değerini 0,0013 olarak kabul edelim,

Tablo 3.3. Haloperidol İçin Kübik Test Tablosu

NO	$\square$	$2\square$	$\sin\square$	$\sin^2\square$	$\sin^2\square\square 2$	$\sin^2\square\square 3$	$\sin^2\square\square 4$	$\sin^2\square\square 5$	$\sin^2\square\square 6$	$\sin^2\square\square 8$	$\sin^2\square\square 9$	$\sin^2\square\square 10$	$\sin^2\square\square 11$	$\sin^2\square\square 12$	$\sin^2\square\square 13$	$\sin^2\square\square 14$
1	5,17	10,34	0,0901	0,0081	0,0041	0,0027	0,0020	0,0016	0,0014	0,0010	0,0009	0,0008	0,0007	0,0007	0,0006	0,0006
2	5,86	11,72	0,1021	0,0104	0,0052	0,0035	0,0026	0,0021	0,0017	0,0013	0,0012	0,0010	0,0010	0,0009	0,0008	0,0008
3	6,49	12,98	0,1130	0,0128	0,0064	0,0043	0,0032	0,0026	0,0021	0,0016	0,0014	0,0013	0,0012	0,0011	0,0010	0,0009
4	6,9	13,8	0,1201	0,0144	0,0072	0,0048	0,0036	0,0029	0,0024	0,0018	0,0016	0,0014	0,0013	0,0012	0,0011	0,0010
5	7,45	14,9	0,1297	0,0168	0,0084	0,0056	0,0042	0,0034	0,0028	0,0021	0,0019	0,0017	0,0015	0,0014	0,0013	0,0012
6	7,66	15,32	0,1333	0,0178	0,0089	0,0059	0,0044	0,0036	0,0030	0,0022	0,0020	0,0018	0,0016	0,0015	0,0014	0,0013
7	8,16	16,32	0,1419	0,0202	0,0101	0,0067	0,0050	0,0040	0,0034	0,0025	0,0022	0,0020	0,0018	0,0017	0,0016	0,0014
8	8,51	17,02	0,1480	0,0219	0,0110	0,0073	0,0055	0,0044	0,0037	0,0027	0,0024	0,0022	0,0020	0,0018	0,0017	0,0016
9	8,93	17,86	0,1552	0,0241	0,0121	0,0080	0,0060	0,0048	0,0040	0,0030	0,0027	0,0024	0,0022	0,0020	0,0019	0,0017
10	9,48	18,96	0,1647	0,0271	0,0136	0,0090	0,0068	0,0054	0,0045	0,0034	0,0030	0,0027	0,0025	0,0023	0,0021	0,0019
11	9,91	19,82	0,1721	0,0296	0,0148	0,0099	0,0074	0,0059	0,0049	0,0037	0,0033	0,0030	0,0027	0,0025	0,0023	0,0021
12	10,9	21,8	0,1891	0,0358	0,0179	0,0119	0,0089	0,0072	0,0060	0,0045	0,0040	0,0036	0,0033	0,0030	0,0028	0,0026
13	11,37	22,74	0,1971	0,0389	0,0194	0,0130	0,0097	0,0078	0,0065	0,0049	0,0043	0,0039	0,0035	0,0032	0,0030	0,0028
14	11,88	23,76	0,2059	0,0424	0,0212	0,0141	0,0106	0,0085	0,0071	0,0053	0,0047	0,0042	0,0039	0,0035	0,0033	0,0030
15	12,41	24,82	0,2149	0,0462	0,0234	0,0156	0,0117	0,0094	0,0078	0,0059	0,0052	0,0047	0,0043	0,0039	0,0036	0,0033
16	12,87	25,74	0,2227	0,0496	0,0248	0,0165	0,0124	0,0099	0,0083	0,0062	0,0055	0,0050	0,0045	0,0041	0,0038	0,0035
17	13,09	26,18	0,2265	0,0513	0,0257	0,0171	0,0128	0,0103	0,0086	0,0064	0,0057	0,0051	0,0047	0,0043	0,0040	0,0037
18	13,30	26,6	0,2301	0,0529	0,0265	0,0176	0,0132	0,0106	0,0088	0,0066	0,0059	0,0053	0,0048	0,0044	0,0041	0,0038

19	14,02	28,04	0,2423	0,0587	0,0294	0,019563	0,0147	0,0117	0,0098	0,0073	0,0065	0,0059	0,0053	0,0049	0,0045	0,0042
20	14,85	29,7	0,2563	0,0657	0,0328	0,021895	0,0164	0,0131	0,0110	0,0082	0,0073	0,0066	0,0060	0,0055	0,0051	0,0047
21	14,96	29,92	0,2582	0,0666	0,0333	0,022213	0,0167	0,0133	0,0111	0,0083	0,0074	0,0067	0,0061	0,0056	0,0051	0,0048
22	15,13	30,26	0,2610	0,0681	0,0341	0,022709	0,0170	0,0136	0,0114	0,0085	0,0076	0,0068	0,0062	0,0057	0,0052	0,0049
23	15,2	30,4	0,2622	0,0687	0,0344	0,022914	0,0172	0,0138	0,0115	0,0086	0,0076	0,0069	0,0063	0,0057	0,0053	0,0049
24	15,48	30,96	0,2669	0,0712	0,0356	0,023746	0,0178	0,0143	0,0119	0,0089	0,0079	0,0071	0,0065	0,0059	0,0055	0,0051
25	15,91	31,82	0,2741	0,0752	0,0376	0,025049	0,0188	0,0150	0,0125	0,0094	0,0084	0,0075	0,0068	0,0063	0,0058	0,0054
26	16,05	32,1	0,2765	0,0764	0,0382	0,02548	0,0191	0,0153	0,0127	0,0096	0,0085	0,0076	0,0070	0,0064	0,0059	0,0055
27	16,25	32,5	0,2798	0,0783	0,0392	0,026101	0,0196	0,0157	0,0131	0,0098	0,0087	0,0078	0,0071	0,0065	0,0060	0,0056
28	16,52	33,04	0,2844	0,0809	0,0404	0,026952	0,0202	0,0162	0,0135	0,0101	0,0090	0,0081	0,0074	0,0067	0,0062	0,0058
29	16,9	33,8	0,2907	0,0845	0,0423	0,028169	0,0211	0,0169	0,0141	0,0106	0,0094	0,0085	0,0077	0,0070	0,0065	0,0060
30	17,25	34,5	0,2965	0,0879	0,0440	0,029312	0,0220	0,0176	0,0147	0,0110	0,0098	0,0088	0,0080	0,0073	0,0068	0,0063
31	17,82	35,64	0,3060	0,0937	0,0468	0,031218	0,0234	0,0187	0,0157	0,0117	0,0104	0,0094	0,0085	0,0078	0,0072	0,0067
32	18,02	36,04	0,3094	0,0957	0,0479	0,031899	0,0239	0,0191	0,0160	0,0120	0,0106	0,0096	0,0087	0,0080	0,0074	0,0068
33	18,11	36,22	0,3108	0,0966	0,0483	0,032208	0,0242	0,0193	0,0161	0,0121	0,0107	0,0097	0,0088	0,0081	0,0074	0,0069
34	18,17	36,34	0,3118	0,0972	0,0486	0,032414	0,0243	0,0195	0,0162	0,0122	0,0108	0,0097	0,0088	0,0081	0,0075	0,0070
35	19,02	38,04	0,3259	0,1062	0,0531	0,035403	0,0266	0,0212	0,0177	0,0133	0,0118	0,0106	0,0097	0,0089	0,0082	0,0076
36	19,11	38,22	0,3274	0,1072	0,0536	0,035726	0,0268	0,0214	0,0179	0,0134	0,0119	0,0107	0,0097	0,0089	0,0083	0,0077
37	19,41	38,82	0,3323	0,1104	0,0552	0,036813	0,0276	0,0221	0,0184	0,0138	0,0123	0,0110	0,0100	0,0092	0,0085	0,0079
38	20	40	0,3420	0,1170	0,0585	0,038993	0,0293	0,0234	0,0195	0,0146	0,0130	0,0117	0,0106	0,0098	0,0090	0,0084

39	20,07	40,14	0,3432	0,1178	0,0589	0,0393	0,0294	0,0236	0,0196	0,0147	0,0131	0,0118	0,0107	0,0098	0,0091	0,0084
40	20,2	40,4	0,3453	0,1192	0,0596	0,0397	0,0298	0,0239	0,0199	0,0149	0,0133	0,0119	0,0108	0,0099	0,0092	0,0085
41	21,18	42,36	0,3613	0,1305	0,0653	0,0435	0,0326	0,0261	0,0218	0,0163	0,0145	0,0131	0,0119	0,0109	0,0100	0,0093
42	21,29	42,58	0,3631	0,1318	0,0659	0,0439	0,0330	0,0264	0,0220	0,0165	0,0147	0,0132	0,0120	0,0110	0,0101	0,0094
43	22,48	44,96	0,3824	0,1462	0,0731	0,0487	0,0366	0,0292	0,0244	0,0183	0,0162	0,0146	0,0133	0,0122	0,0113	0,0104
44	23,2	46,4	0,3939	0,15519	0,0776	0,0517	0,03880	0,0310	0,0259	0,0194	0,0172	0,0155	0,0141	0,0129	0,0119	0,0111

h, k, l değerleri öncelikle (100) düzlemini inceleyerek başlayalım;

$\sin^2\theta_{100} = A(1+0+0) = A = 0,0013$	Bu değer var
$\sin^2\theta_{111} = A(1+1+1) = 3A = 0,0039$	Bu değer var
$\sin^2\theta_{211} = A(4+1+1) = 6A = 0,0078$	Bu değer var
$\sin^2\theta_{300} = A(9+0+0) = 9A = 0,0117$	Bu değer var
$\sin^2\theta_{222} = A(4+4+4) = 12A = 0,0156$	Bu değer var
$\sin^2\theta_{114} = A(1+1+16) = 18A = 0,0234$	Bu değer var
$\sin^2\theta_{124} = A(1+4+16) = 21A = 0,0273$	Bu değer yok
$\sin^2\theta_{422} = A(16+4+4) = 24A = 0,0312$	Bu değer var
$\sin^2\theta_{333} = A(9+9+9) = 27A = 0,0351$	Bu değer yok
$\sin^2\theta_{512} = A(25+1+4) = 30A = 0,039$	Bu değer var
$\sin^2\theta_{522} = A(25+4+4) = 33A = 0,0429$	Bu değer yok
$\sin^2\theta_{600} = A(36+0+0) = 36A = 0,0468$	Bu değer var
$\sin^2\theta_{622} = A(36+4+4) = 44A = 0,0572$	Bu değer yok
$\sin^2\theta_{632} = A(36+9+4) = 49A = 0,0637$	Bu değer yok
$\sin^2\theta_{710} = A(49+1+0) = 50A = 0,065$	Bu değer var
$\sin^2\theta_{641} = A(36+16+1) = 53A = 0,0689$	Bu değer var
$\sin^2\theta_{650} = A(36+25+0) = 61A = 0,0793$	Bu değer yok
$\sin^2\theta_{740} = A(49+16+0) = 65A = 0,0845$	Bu değer var
$\sin^2\theta_{750} = A(49+25+0) = 74A = 0,0962$	Bu değer yok
$\sin^2\theta_{815} = A(64+1+25) = 90A = 0,117$	Bu değer var
$\sin^2\theta_{541} = A(25+16+1) = 42A = 0,0546$	Bu değer yok
$\sin^2\theta_{661} = A(36+36+1) = 73A = 0,0949$	Bu değer yok

Elde edilen 22 tane kırınım verisinin 13 tanesi indislenmiştir. Haloperidol'un kübik yapıda olmadığına bu araştırma ile karar verilir.

Tablo 3.4. Haloperidol Oran Tablosu

NO	$\sin^2 \square$																
1	0,0081																
2	0,0104	1,2837															
3	0,0128	1,5734	1,2256														
4	0,0144	1,7775	1,3846	1,1297													
5	0,0168	2,0704	1,6128	1,3159	1,1651												
6	0,0178	2,1881	1,7044	1,3907	1,2313	1,0568											
7	0,0202	2,4810	1,9327	1,5769	1,3961	1,1983	1,1339										
8	0,0219	2,6969	2,1008	1,7141	1,5176	1,3026	1,2326	1,0870									
9	0,0241	2,9675	2,3116	1,8660	1,6699	1,4333	1,3562	1,1961	1,1003								
10	0,0271	3,3408	2,6024	2,1233	1,8799	1,6136	1,5268	1,3465	1,2387	1,1258							
11	0,0296	3,6477	2,8414	2,3183	2,0526	1,7618	1,6671	1,4702	1,3525	1,2292	1,0919						
12	0,0358	4,4036	3,4303	2,7988	2,4780	2,1269	2,0126	1,7749	1,6328	1,4840	1,3181	1,2072					
13	0,0389	4,7865	3,7285	3,0421	2,6934	2,3118	2,1875	1,9292	1,7748	1,6130	1,4327	1,3122	1,0870				
14	0,0424	5,2191	4,0655	3,3171	2,9369	2,5208	2,3853	2,1036	1,9352	1,7588	1,5622	1,4308	1,1852	1,0904			
15	0,0462	5,6877	4,4306	3,6149	3,2006	2,7471	2,5994	2,2925	2,1090	1,9167	1,7025	1,5593	1,2916	1,1883	1,0898		
16	0,0496	6,1100	4,7595	3,8833	3,4382	2,9511	2,7924	2,4627	2,2655	2,0590	1,8289	1,6750	1,3875	1,2765	1,1707	1,0743	
17	0,0513	6,3170	4,9208	4,0149	3,5547	3,0510	2,8870	2,5461	2,3423	2,1287	1,8909	1,7318	1,4345	1,3198	1,2104	1,1106	1,0339
18	0,0529	6,5176	5,0770	4,1424	3,6676	3,1479	2,9787	2,6270	2,4167	2,1963	1,9509	1,7868	1,4801	1,3617	1,2488	1,1459	1,0667

19	0,0587	7,2278	5,6303	4,5938	4,0672	3,4910	3,3033	2,9132	2,6800	2,4357	2,1635	1,9815	1,6414	1,5100	1,3849	1,2708	1,1830
20	0,0657	8,0892	6,3012	5,1412	4,5519	3,9070	3,6970	3,2604	3	2,7259	2,4214	2,2176	1,8370	1,6900	1,5499	1,4222	1,3239
21	0,0666	8,2068	6,3928	5,2160	4,6181	3,9638	3,7507	3,3078	3,0430	2,7656	2,4566	2,2499	1,8637	1,7146	1,5725	1,4429	1,3432
22	0,0681	8,3899	6,5355	5,3323	4,7211	4,0522	3,8344	3,3816	3,1109	2,8273	2,5114	2,3001	1,9053	1,7528	1,6075	1,4751	1,3732
23	0,0687	8,4659	6,5947	5,3806	4,7639	4,0889	3,8693	3,4122	3,1391	2,8529	2,5341	2,3209	1,9225	1,7687	1,6221	1,4885	1,3856
24	0,0712	8,7730	6,8340	5,5759	4,9367	4,2373	4	3,5360	3,2530	2,9564	2,6261	2,4051	1,9923	1,8329	1,6810	1,5425	1,4359
25	0,0752	9,2544	7,2089	5,8818	5,2076	4,4698	4,2295	3,7301	3,4315	3,1186	2,7702	2,5371	2,1016	1,9335	1,7732	1,6271	1,5146
26	0,0764	9,4237	7,3330	5,9830	5,2972	4,5467	4,3023	3,7943	3,4905	3,1723	2,8178	2,5807	2,1377	1,9667	1,80370	1,6551	1,5407
27	0,0783	9,6434	7,5119	6,1290	5,4265	4,6576	4,4073	3,8868	3,5757	3,2497	2,8866	2,6437	2,1899	2,0147	1,8477	1,6955	1,5783
28	0,0809	9,9575	7,7566	6,3287	5,6033	4,8094	4,5509	4,0135	3,6922	3,3555	2,9806	2,7298	2,2612	2,0804	1,9079	1,7507	1,6297
29	0,0845	10,4074	8,1071	6,6146	5,8564	5,0267	4,7565	4,1948	3,8590	3,5071	3,1153	2,8532	2,3634	2,1743	1,9941	1,8298	1,7033
30	0,0879	10,8297	8,4360	6,8830	6,0940	5,2306	4,9495	4,3650	4,0156	3,6494	3,2417	2,9689	2,4593	2,2626	2,0750	1,9041	1,7725
31	0,0937	11,5336	8,9844	7,3304	6,4902	5,5706	5,2712	4,6487	4,2766	3,8867	3,4524	3,1619	2,6191	2,4096	2,2099	2,0278	1,8877
32	0,0957	11,7854	9,1805	7,4904	6,6318	5,6922	5,3862	4,7502	4,3699	3,9715	3,5277	3,2309	2,6763	2,4622	2,2581	2,0721	1,9289
33	0,0966	11,8994	9,2693	7,5629	6,6960	5,7473	5,4383	4,7961	4,4122	4	3,5619	3,2622	2,7022	2,4861	2,2800	2,0921	1,9475
34	0,0972	11,9758	9,3288	7,6114	6,7390	5,7841	5,4732	4,8269	4,4405	4,0357	3,5847	3,2831	2,7196	2,5020	2,2946	2,1056	1,9600
35	0,1062	13,0799	10,1889	8,3132	7,3603	6,3175	5,9779	5,2720	4,8500	4,4077	3,9153	3,5858	2,9703	2,7327	2,5062	2,29969	2,1408
36	0,1072	13,1994	10,2820	8,3891	7,4260	6,3752	6,0325	5,3201	4,8942	4,4480	3,9510	3,6186	2,9974	2,7577	2,5291	2,3207	2,160
37	0,1104	13,6010	10,5948	8,6443	7,6519	6,5691	6,2160	5,4820	5,0432	4,5833	4,0712	3,7287	3,0886	2,8416	2,6060	2,3913	2,2260
38	0,1170	14,4062	11,2220	9,1561	8,1049	6,9580	6,5840	5,8065	5,3417	4,8547	4,3122	3,9494	3,2715	3	2,7603	2,5329	2,3578

39	0,1178	14,5030	11,2974	9,2176	8,1594	7	6,6282	5,8455	5,3776	4,8873	4,3412	3,9760	3,2935	3,03	2,7788	2,5499	2,3737
40	0,1192	14,6836	11,4381	9,3324	8,2610	7,0920	6,7108	5,9184	5,4446	4,9482	4,3953	4,0255	3,3345	3,0678	2,8135	2,5817	2,4032
41	0,1305	16,0760	12,5227	10,2174	9,0443	7,7645	7,3472	6,4796	5,9609	5,4174	4,8121	4,4072	3,6507	3,3586	3,0802	2,8265	2,6311
42	0,1318	16,2356	12,6471	10,3188	9,1341	7,8416	7,4201	6,54388	6	5,4712	4,8598	4,4510	3,6869	3,3920	3,1108	2,8545	2,6572
43	0,1462	18	14	11,4433	10,1295	8,6961	8,2287	7,2570	6,6761	6,0674	5,3894	4,9360	4,0887	3,7616	3,4498	3,1656	2,9468
44	0,1552	19,1121	14,8878	12,1470	10,7524	9,2309	8,7347	7,7033	7,0867	6,4405	5,7209	5,2395	4,3401	3,9930	3,6620	3,3603	3,1280

Tablo 3.4 (Devamı) Haloperidol Oran Tablosu

NO	$\sin^2 \alpha$																	
1	0,0081																	
2	0,0104																	
3	0,0128																	
4	0,0144																	
5	0,0168																	
6	0,0178																	
7	0,0202																	
8	0,0219																	
9	0,0241																	
10	0,0271																	
11	0,0296																	
12	0,0358																	
13	0,0389																	
14	0,0424																	
15	0,0462																	
16	0,0496																	

17	0,0513																	
18	0,0529	1,0318																
19	0,0587	1,1442	1,1090															
20	0,0657	1,2805	1,2411	1,1192														
21	0,0666	1,2992	1,2592	1,1354	1,0145													
22	0,0681	1,3282	1,2873	1,1608	1,0372	1,0223												
23	0,0687	1,3402	1,2989	1,1713	1,0466	1,0316	1											
24	0,07124	1,3888	1,3461	1,2138	1,0845	1,0690	1,0457	1,0362										
25	0,0752	1,4650	1,4199	1,2804	1,1441	1,1277	1,1030	1,0931	1,0549									
26	0,0764	1,4902	1,4443	1,3024	1,1637	1,1471	1,1220	1,1120	1,0730	1,0172								
27	0,0783	1,5266	1,4796	1,3342	1,1921	1,1751	1,1494	1,1391	1,0992	1,0420	1,0244							
28	0,0809	1,5763	1,5278	1,3777	1,2310	1,2133	1,1869	1,1762	1,1350	1,0760	1,0578	1,0326						
29	0,0845	1,6475	1,5968	1,4399	1,2866	1,2682	1,2405	1,2293	1,1863	1,1246	1,1056	1,0792	1,0452					
30	0,0879	1,7144	1,6616	1,4983	1,3388	1,3196	1,2908	1,2792	1,2344	1,1702	1,1504	1,1230	1,0876	1,0406				
31	0,0937	1,8258	1,7691	1,5957	1,4258	1,4054	1,3747	1,3624	1,3147	1,2463	1,2252	1,1960	1,1583	1,1082	1,0650			
32	0,0957	1,8657	1,8082	1,6306	1,4569	1,4361	1,4047	1,3921	1,3434	1,2735	1,2519	1,2221	1,1836	1,1324	1,0883	1,0218		
33	0,0966	1,8837	1,8257	1,6463	1,4710	1,4500	1,4183	1,4056	1,3564	1,2858	1,2641	1,2340	1,1950	1,1434	1,0988	1,0317	1	
34	0,0972	1,8958	1,8374	1,6569	1,4805	1,4593	1,4274	1,4146	1,3651	1,2941	1,2722	1,2419	1,2027	1,1507	1,1058	1,0383	1,0162	1
35	0,1062	2,0706	2	1,8097	1,6170	1,5938	1,5590	1,5450	1,4909	1,4134	1,3895	1,3654	1,3136	1,2568	1,2078	1,1341	1,1099	1,099
36	0,1072	2,0895	2,0252	1,8262	1,6317	1,6084	1,5733	1,5591	1,5055	1,4263	1,4022	1,3688	1,3256	1,2683	1,2188	1,1444	1,1200	1,1093

37	0,1104	2,1531	2,0868	1,8818	1,6814	1,6573	1,6211	1,6066	1,5503	1,4967	1,4448	1,4104	1,3659	1,3069	1,2559	1,1793	1,1541	1,1430
38	0,1170	2,2805	2,2103	1,9932	1,7809	1,7554	1,7171	1,7017	1,6421	1,5567	1,5303	1,4939	1,4468	1,3842	1,3303	1,2491	1,2224	1,2107
39	0,1178	2,2959	2,2252	2	1,7929	1,7672	1,7286	1,7131	1,6531	1,5671	1,5406	1,5039	1,4565	1,3935	1,3392	1,2575	1,2306	1,2188
40	0,1192	2,3245	2,2529	2,0315	1,8152	1,7392	1,7502	1,7345	1,6737	1,5867	1,5598	1,5227	1,4746	1,4109	1,3559	1,2731	1,2459	1,2340
41	0,1305	2,5449	2,4666	2,2242	1,9874	1,9589	1,9161	1,8989	1,8324	1,7371	1,7077	1,6671	1,6145	1,5447	1,4844	1,3938	1,3641	1,3510
42	0,1318	2,5702	2,4910	2,2463	2	1,9783	1,9351	1,9178	1,8506	1,7544	1,7247	1,6836	1,6305	1,5600	1,4992	1,4077	1,3776	1,3644
43	0,1462	2,8502	2,7625	2,4910	2,2258	2,1939	2,1460	2,1268	2,0523	1,9455	1,9126	1,8671	1,8082	1,7300	1,6625	1,5611	1,5277	1,5131
44	0,1552	3,0255	2,9324	2,6442	2,3627	2,3288	2,2780	2,2575	2,1785	2,0652	2,0303	1,9819	1,9194	1,8364	1,7648	1,6571	1,6218	1,6061

3.2.2. Tetragonal Test

Tetragonal sistem için düzlemler arası uzaklık

$$d_{hkl}^2 = \frac{1}{\frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}} \quad (3.4)$$

şeklinde verilmiştir [14]. Bu ifadeyi Bragg kanununda yerine koyarsak,

$$2d \sin \theta_{hkl} = \lambda$$

$$\sin^2 \theta_{hkl} = \frac{\lambda^2}{4d^2}$$

$$\sin^2 \theta_{hkl} = \frac{\lambda^2}{4a^2} (h^2 + k^2) + \frac{\lambda^2}{4c^2} l^2 \quad (3.5)$$

$$\frac{\lambda^2}{4a^2} = A \text{ ve } \frac{\lambda^2}{4c^2} = C$$

olarak tanımlanırsa (3.5) eşitliği,

$$\sin^2 \theta_{hkl} = A(h^2 + k^2) + Cl^2 \quad (3.6)$$

olur. Numunenin tetragonal sistemde olup olmadığını anlamak için yapılacak işlem h , k ve l 'nin tamsayı değerleriyle gözlenen $\sin^2 \theta$ değerlerini kullanarak A ve C değerlerini bulmaktır. l 'nin sıfır olduğu $hk0$ düzlemleri için yukarıdaki (3.6) eşitliği,

$$\sin^2 \theta_{hk0} = A(h^2 + k^2) \quad (3.7)$$

ifadesine indirgenir. Böylece,

$$q_1 = \sin^2 \theta_{100} = A$$

$$q_2 = \sin^2 \theta_{110} = 2A$$

$$q_3 = \sin^2 \theta_{200} = 4A$$

$$q_4 = \sin^2 \theta_{220} = 8A$$

$$q_5 = \sin^2 \theta_{400} = 16A$$

$$q_6 = \sin^2 \theta_{500} = 25A$$

$$q_7 = \sin^2\theta_{510} = 26A$$

$$q_8 = \sin^2\theta_{520} = 29A$$

$$q_9 = \sin^2\theta_{530} = 34A$$

$$q_{10} = \sin^2\theta_{550} = 50A \quad (3.8)$$

bu ifadelerden $\sin^2\theta$ değer çiftleri arasında iki oranında tekrar eden bir sayı olduğunu görüyoruz. Örneğin $\frac{q_2}{q_1} = \frac{q_3}{q_2} = \frac{q_4}{q_3} = \frac{q_5}{q_4} = \frac{q_{10}}{q_6} = 2$. Bu iki oranı değişiklikler dışında

kübik veya tetragonal sistemlerden başka herhangi bir sistemde olmayabilir. Burada $hk0$ düzlemlerinden meydana gelen yansımalar için q değerleri arasında, belli oranların olduğunu görmekteyiz. Kırınım deseni verilerinden yararlanarak, $\sin^2\theta_{hkl}$ değerlerinin birbirlerine oranlarından oluşan bir tablo hazırlayabiliriz. Eğer, bu tabloda tamsayı değerleri bulabilirsek sistemin tetragonal olduğunu düşünebiliriz. Tetragonal testte iki çizgi $q_2/q_1=2$ oranına sahipse, bu çizgilerin $q_1=100$ ve $q_2=110$ veya $q_1=110$ ve $q_2=200$ varsayımı ile indisleme işleminin yapılması mümkündür. q_1 için 100 düzlemi olduğu ilk varsayımdır ve A hesaplanır. Eğer ki hesaplanan $\sin^2\theta_{hkl}=A(h^2+k^2)$ yansımaları difraksiyon deseni üzerinde bulunursa, bu tahminin doğru olma ihtimali yüksektir. Bunun böyle olacağı varsayıldığında difraksiyon numune üzerinde kalan yansımalar indislenmelidir ve C bulunmalıdır. C için değer bulunamadığı veya belirli çizgiler indislenemediği zaman A için yapılan ilk tahminin yanlış olduğu ve $q_1=100$ düzleminde olmadığı olasıdır. $q_1=110$ düzleminde olduğu ikinci adımda varsayılırsa, A yeniden hesaplanır ve C 'yi hesaplamak için daha fazla girişimde bulunulur [21].

Tablo 3.4. Haloperidol'un kırınım desenindeki $\sin^2\theta_{hkl}$ değerleri arasındaki oranları vermektir. Tabloya bakıldığı zaman Haloperidol için kırınım desenleri arasında belli bazı oranların olmadığı görülmektedir bu durumda da Haloperidol'un tetragonal yapıya sahip olmadığı sonucuna varırız.

3.2.3. Hekzagonal Test

Hekzagonal sistem için düzlemler arası uzaklık,

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{4}{3} \left(\frac{h^2 + hk + l^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2} \quad (3.9)$$

ifadesiyle verilir. Bragg kanununda yerine konulursa,

$$2d \sin \theta_{hkl} = \lambda \quad (3.10)$$

$$\sin \theta_{hkl} = \frac{\lambda}{2d}$$

$$\sin^2 \theta_{hkl} = \frac{\lambda^2}{4d^2}$$

$$\sin^2 \theta_{hkl} = \frac{\lambda^2}{4} \left[\frac{4}{3} \left(\frac{h^2 + hk + l^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \right) \right] \quad (3.11)$$

$$\sin^2 \theta_{hkl} = \frac{\lambda^2}{3a^2} (h^2 + hk + l^2) + \frac{\lambda^2}{4c^2} l^2 \quad (3.12)$$

olur ki burada

$$\frac{\lambda^2}{3a^2} = A \text{ ve } \frac{\lambda^2}{4c^2} = C$$

olarak alır ve (3.12) ifadesinde yerine koyarsak,

$$\sin^2 \theta = A(h^2 + hk + k^2) + Cl^2 \quad (3.13)$$

eşitliği elde edilir.

Bu ifadeyi bir numunenin toz kırınım desenine uygulayarak o numunenin hekzagonal yapıya sahip olup olmadığını anlayabiliriz.

(3.13) eşitliğinde eğer l indisi sıfır seçilirse,

$$\sin^2 \theta_{hk0} = A(h^2 + hk + k^2) \quad (3.14)$$

olur. Böylece çeşitli yüzeylerden meydana gelen yansımalar için $\sin^2 \theta_{hk0}$ değerleri şöyle olur.

$$\begin{aligned} q_1 &= \sin^2 \theta_{100} = A & q_5 &= \sin^2 \theta_{300} = 9A \\ q_2 &= \sin^2 \theta_{110} = 3A & q_6 &= \sin^2 \theta_{220} = 12A \\ q_3 &= \sin^2 \theta_{200} = 4A & q_7 &= \sin^2 \theta_{310} = 13A \\ q_4 &= \sin^2 \theta_{210} = 7A & q_8 &= \sin^2 \theta_{400} = 16A \end{aligned} \quad (3.15)$$

Burada üç oranı tekrar eden sayı olarak görünür:

$$q_2/q_1 = q_5/q_2 = q_6/q_3 = 3$$

Bu oran başka herhangi bir sistem için bir ihtimal dışında oluşmaz. Kübik birim hücre düşünülmezse ve pikler arasında üç oranı mevcut ise, simetrisinin hekzagonal olduğu oldukça açıktır. Maddenin hekzagonal olup olmadığına denemeyle karar verildiğinde, her yansıma için indisleme yaparak A ve C değerlerini bulmak gelecek adımdır. q_1/q_2 oranında ise q_1 ve q_2 piklerinin 100 ve 110 düzlemleri veya 110 ve 300 düzlemlerinde olduğu varsayılabilir. İlk düşünce q_1 pikinin 100 düzlemi olabilmesidir. A değeri ve $\sin^2\theta_{hk0}=A(h^2+hk+k^2)$ değerleri hesaplanabilir, bazen bu değerlerin hiçbirisi difraksiyon deseninde bulunmaz, böyle olduğunda tetragonal sistem için tanımlanan benzer yöntemle C belirlenecektir. Bu amaç için A, 3A, 4A... değerleri gözlenen her $\sin^2\theta$ değerinden çıkarılır ve C sabit değeri, tablonun her kolonunda aranır. Eğer bir sabit değer görülemezse veya bazı çizgiler A ve C için bulunan değer kullanılarak indislenemezse, o zaman A için yapılan ilk tahmin yanlıştır ve q_1 yansıması 100 düzlemine karşılık gelmez. Bu durumda ikinci tahmin 110 düzlemi varsayılırsa, daha fazla girişimde bulunarak, C bulunur. Bu yöntem tüm piklerin başarılı bir şekilde indislenmesine kadar devam eder [21].

Haloperidol'un oran tablosuna (Tablo 3.4) baktığımızda ise bu oranlardan hiçbirinin olmadığı görürüz. Böylece Haloperidol'un hekzagonal yapıya sahip olmadığını söyleyebiliriz.

3.2.4. Rombohedral Test

Rombohedral kristal sisteminde, birim hücre eksenleri $a=b=c$ şeklindedir. Ancak bu üç eksen arasındaki açılar doksan dereceden farklıdır. Rombohedral sistem için düzlemler arası uzaklık

$$\frac{1}{d^2} = \frac{(h^2 + k^2 + l^2) \sin^2 \alpha + 2(hk + kl + hl)(\cos^2 \alpha - \cos \alpha)}{\alpha^2 (1 - 3\cos^2 \alpha + 2\cos^3 \alpha)} \quad (3.16)$$

eşitliğiyle verilir.

Rombohedral Miller indisleri ve hekzagonal indisler arasındaki ilişkiler,

$$3p = h-k+l, 3q = h+2k+l, 3r = -2h-k+l \quad (3.17)$$

ve rombohedral hücre sabitleri ve hekzagonal hücre sabitleri arasında,

$$a_R^2 = \frac{a^2}{3} + \frac{c^2}{9} \quad ; \quad \sin \frac{\alpha}{2} = \frac{3}{2} \cdot \frac{1}{[3 + (\frac{c}{a})^2]^{-1/2}}$$

bağıntıları mevcuttur [15]. Bu bağıntıları göz önüne alarak rombohedral sistem için d düzlemler arası uzaklık ifadesi Bragg kanununda yerine konulursa,

$$\sin^2 \theta_{pqr} = \frac{\lambda}{4} \left[\frac{\cos^2 \alpha/2}{\alpha^2 \sin \alpha/2 \cdot \sin 3\alpha/2} \right] \{ (p^2 + q^2 + r^2) - [(1 - \tan^2 \alpha/2) (pq + qr + pr)] \} \quad (3.18)$$

ifadesi elde edilir.

Haloperidol için yukarda yapılan işlemlerde hekzagonal yapıya uyan bir orana rastlanamamıştır. Buna göre sistem rombohedral de olamaz.

3.2.5. Ortorombik Test

Ortorombik sistemde düzlemler arası uzaklık,

$$\frac{1}{d_{hkl}} = \sqrt{\frac{h^2}{a^2}} + \sqrt{\frac{k^2}{b^2}} + \sqrt{\frac{l^2}{c^2}} \quad (3.19)$$

Diğer yandan, Bragg eşitliği (3.20) formunda yazılabilir.

$$\frac{1}{d_{hkl}} = \frac{2 \sin \theta_{hkl}}{\lambda} \quad (3.20)$$

(3.19) ve (3.20) eşitlikleri kareleri alınıp birleştirilirse aşağıdaki ifade elde edilir:

$$\begin{aligned} \frac{4 \sin^2 \theta_{hkl}}{\lambda^2} &= \frac{1}{d_{hkl}^2} \\ &= h^2 \frac{1}{a^2} + k^2 \frac{1}{b^2} + l^2 \frac{1}{c^2} \end{aligned} \quad (3.21)$$

veya

$$\begin{aligned} \sin^2 \theta &= h^2 \frac{\lambda^2}{4a^2} + k^2 \frac{\lambda^2}{b^2} + l^2 \frac{\lambda^2}{4c^2} \\ &= h^2 A + k^2 B + l^2 C \end{aligned} \quad (3.22)$$

burada

$$A = \frac{\lambda^2}{4a^2}, \quad B = \frac{\lambda^2}{4b^2}, \quad C = \frac{\lambda^2}{4c^2}$$

(3.22) ifadesinden yararlanarak $\sin^2\theta$ değerleri için indislemeye yardımcı olarak bazı ifadeler yazılabilir.

$$\sin^2\theta_{h00} = h^2A$$

$$\sin^2\theta_{0k0} = k^2B$$

bu ifadeyi takiben,

$$\sin^2\theta_{h00} + \sin^2\theta_{0k0} = h^2A + k^2B \quad (3.23)$$

(3.23) eşitliği aşağıdaki ifadeyle tam olarak aynı değerdir.

$$\sin^2\theta_{hk0} = h^2A + k^2B \quad (3.24)$$

Son olarak, yukarıdaki ifadeleri takiben ilişkiler aşağıdaki gibi yazılabilir:

$$\begin{aligned} \sin^2\theta_{hkl0} &= \sin^2\theta_{h00} + \sin^2\theta_{0kl0}, \\ \sin^2\theta_{hkl1} &= \sin^2\theta_{001} + \sin^2\theta_{hkl0}, \\ \sin^2\theta_{h0l} &= \sin^2\theta_{h00} + \sin^2\theta_{00l} \end{aligned} \quad (3.25)$$

İfadelerin farkları alınarak, örneğin,

$$\begin{aligned} \sin^2\theta_{0kl0} &= \sin^2\theta_{hkl0} - \sin^2\theta_{h00}, \\ \sin^2\theta_{00l} &= \sin^2\theta_{hkl1} - \sin^2\theta_{hkl0}, \\ \sin^2\theta_{001} &= \sin^2\theta_{h2k21} - \sin^2\theta_{h2k20} \end{aligned} \quad (3.26)$$

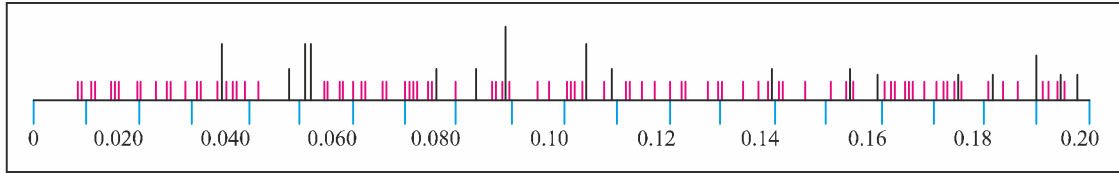
Burada eğer bu değerleri belirleyebilirsek A, B ve C'yi dolayısıyla birim hücre parametrelerini bulmuş oluruz. h, k ve l değerlerini değiştirerek yukarıdaki bu ifadeleri çoğaltmak mümkündür. Hesse-Lipson metodunda toz kırınım desenindeki verilerden ve yukarıdaki denklemlerden yararlanılarak olabilecek tüm farklar bir tablo haline getirilmiştir. Bu farkların içerisinde mutlaka (3.26) bağıntısına göre $\sin^2\theta_{100}, \sin^2\theta_{010}$ ve $\sin^2\theta_{001}$ değerleri oluşacaktır. Bu ilkeden yola çıkarak, yukarda bahsedilen işlemleri önce ortorombik kristal sistemine sahip olan bir numunenin toz kırınım deseni verilerine, daha sonra da Haloperidol'ın toz kırınım deseni verilerine uygulayacağız.

Ortorombik bir numune için elde edilen 28 adet $\sin^2\theta$ değeri Tablo 3.5’da listelendi.Tablo 3.5 tablo 3.4’deki $\sin^2\theta$ değerleri arasındaki farkların listesini içerir.

Tablo 3.5. Ortorombik Kristal Sistemine Sahip Bir Numuneye Ait Toz Kırınım Deseni Verileri

NO	$\sin^2\theta_{hkl}$	NO	$\sin^2\theta_{hkl}$
1	0,0865	15	0,4956
2	0,1396	16	0,5208
3	0,1406	17	0,5472
4	0,1765	18	0,5624
5	0,1912	19	0,5973
6	0,2413	20	0,6930
7	0,2804	21	0,7020
8	0,3308	22	0,7748
9	0,3460	23	0,8538
10	0,3564	24	0,8675
11	0,3658	25	0,8875
12	0,4031	26	0,9241
13	0,4350	27	0,9616
14	0,4507	28	1,0131

Sistemik sıralamada 1.sıradaki $\sin^2\theta$ değeri diğer tüm $\sin^2\theta$ değerlerinden çıkarılarak, çıkarıldığı $\sin^2\theta$ değerinin karşısına sonuç yazılarak 1.sütun oluşturulur. Tüm olabilecek farklar elde edilene kadar bu işlem devam edilir. Böylece fark tablosu hazırlanır ve farkların sıklığını belirlemek için incelenir. En çok tekrar eden fark değeri en uzun çizgiyle gösterilmiştir. Diğer farklar da tekrar edilme sıklığına göre grafiğin üzerinde gösterilir (Şekil 3.3).



Şekil 3.3. Farkların Frekansını Gösteren Bir Bar Grafik

Bu çizgiler işaretlenirken deneysel hatanın payları da göz önünde bulundurulmalıdır, bu durumda deneysel hata $\Delta \sin^2 \theta \approx 0,0004$ olarak belirlenir.

Alternatif olarak Lipson, farkların frekansını belirlemek için bu grafiği başka bir yöntemle çizmiştir. Yine deneysel hata payları göz önünde bulundurularak, belli bir farkın üzerindeki işaretlenen noktalar düşey bir çizgiyle birleştirilir ve bu çizgiler üzerindeki sayılar o farka ait frekansı verir. Tablo 3.6.'daki farkların frekansı incelendiği zaman şu sonuçlar bulunmuştur.

0.1045	5 defa
0.0890	4 defa
0.1548	4 defa
0.1396	3 defa
0.0350	3 defa
0.0505	3 defa
0.0516	2 defa

Şimdi problem bu sayılardan hangisinin (3.26) denklemine göre $\sin^2 \theta_{100}$, $\sin^2 \theta_{010}$ ya da $\sin^2 \theta_{001}$ olduğunu tespit etmektir. Burada seçim yaparken iki noktayı göz önünde bulundurmalıyız. Birincisi en yüksek oranda olan farkı $\sin^2 \theta_{100}$ olarak belirleriz. Daha sonra (3.22) ifadesine göre gözlenmiş $\sin^2 \theta_{hkl}$ değerleri arasında, $\sin^2 \theta_{200}$, $\sin^2 \theta_{300}$, $\sin^2 \theta_{400}$, ... gibi değerlerin olup olmadığına bakarız. Eğer böyle bir değer mevcutsa bu seçimimizin doğru olabileceğine dair bir işarettir. Ama bu tür yansımaların mutlaka meydana gelmesi de beklenemez. İkinci dikkat etmemiz gereken nokta ise seçtiğimiz $\sin^2 \theta_{100}$ değerinin, gözlenmiş $\sin^2 \theta_{hkl}$ değerinin en küçüğü olan değerden çok büyük olmaması gerektiğidir.

Tablo 3.6'da ortorombik bir numuneye ait olan kırınım deseni verilerinden yeni $\sin^2\theta$ değerlerinden yararlanarak fark tablosu oluşturulmuştur. Bu verilere göre; Eğer 0.0890, $\sin^2\theta_{100}$ olarak seçilirse, o zaman $\sin^2\theta_{200} = 2^2\sin^2\theta_{100} = 0.3560$ Tablo 3.4. incelendiği zaman bu seçimi kabul edilebilir yapan değer $\sin^2\theta_{100} = 0.3564$ olarak görülür. İkinci nokta diğer yansımalarından en az biri (Tablo 3.4. $\sin^2\theta$ 1.sıradaki sınıf değeri) 0.0865 den daha küçük $\sin^2\theta$ olmalı olduğu durumlar yukarıda belirlidir. Eğer 0.0350 (3 defa) $\sin^2\theta_{010}$ olarak seçilirse, o zaman $\sin^2\theta_{020} = 0.1400$ olur. 0.1396 bu listede 5 defa görüldüğü için ($\sin^2\theta_2 = 0.139$ Tablo 3.4.'de), bu seçim de kabul edilebilir görünür. Şimdi farkların frekansı için bulunan sonuçlar kullanılarak h ve k'nın farklı değerleri için $\sin^2\theta_{hko}$ değerleri hesaplamada kullanılabilir. Böylece,

$$\sin^2\theta_{100} = 0,0890$$

$$\sin^2\theta_{200} = \sin^2\theta_{10} \quad \text{Tablo 3.4'de} = 0.3560$$

$$\sin^2\theta_{010} = 0,0350$$

$$\sin^2\theta_{020} = \sin^2\theta_2 \quad \text{Tablo 3.4'de} = 0.1400$$

Tablodaki en küçük değer olan 0.865'i $\sin^2\theta_{001}$ olarak seçebiliriz. Ancak bu durumda kırınım desenindeki diğer değerleri bu seçimle indisleyemeyiz. Bazı yansımalar açıkta kalır. Ancak, örneğin, $\sin^2\theta_{001}$ olduğunu kabul edebiliriz. Eğer bu varsayım yapılırsa, o zaman $\sin^2\theta_{001}$ değerini kolayca hesaplayabiliriz şöyle ki,

$$\begin{aligned} \sin^2\theta_{001} &= \sin^2\theta_{001} - \sin^2\theta_{010} \\ &= 0,0865 - 0,0350 \\ &= 0,0515 \end{aligned}$$

Olarak $\sin^2\theta_{001}$ 'i tespit etmiş oluruz [22].

Ortorombik sistem için belirlenmiş bu kuralları göz önünde bulundurarak aynı işlemleri Haloperidol için yapalım. Haloperidol için fark tablosu Tablo 3.7'de verilmiştir. Fark tablosundan yararlanarak Şekil 3.4.'de Lipson frekans grafiği çizilmiştir. Bu grafikte yatay eksen Tablo 3.7.'de meydana gelen farkları, düşey eksen de bu farkların Tablo 3.7'de kaçınıcı sırada olduğunu göstermektedir. En çok tekrar eden farklar Tablo 3.8'de verilmiştir.

Tablo 3.6. Ortorombik Bir Numune İçin Örnek Fark Tablosu

No	$\sin^2\alpha$	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
1	0,0865															
2	0,1396	0,0531														
3	0,1406	0,0541	0,0010													
4	0,1755	0,0890	0,0359	0,0349												
5	0,1912	0,1047	0,0516	0,0506	0,0157											
6	0,2413	0,1548	0,1017	0,1007	0,0658	0,0501										
7	0,2804	0,1939	0,1408	0,1398	0,1049	0,0892	0,0391									
8	0,3308	0,2443	0,1912	0,1902	0,1553	0,1396	0,0895	0,0504								
9	0,3460	0,2595	0,2064	0,2054	0,1705	0,1548	0,1047	0,0656	0,0152							
10	0,3564	0,2699	0,2168	0,2158	0,1809	0,1652	0,1151	0,0760	0,0256	0,0104						
11	0,3658	0,2793	0,2262	0,2252	0,1903	0,1746	0,1245	0,0854	0,0350	0,0198	0,0094					
12	0,4031	0,3166	0,2635	0,2625	0,2276	0,2119	0,1618	0,1227	0,0723	0,0571	0,0467	0,0373				
13	0,4350	0,3485	0,2954	0,2944	0,2595	0,2438	0,1937	0,1546	0,1042	0,0890	0,0786	0,0692	0,0319			
14	0,4507	0,3642	0,3111	0,3101	0,2752	0,2595	0,2094	0,1703	0,1199	0,1047	0,0943	0,0849	0,0476	0,0157		
15	0,4956	0,4091	0,3560	0,3550	0,3201	0,3044	0,2543	0,2152	0,1648	0,1496	0,1392	0,1298	0,0925	0,0606	0,0449	
16	0,5208	0,4343	0,3812	0,3802	0,3453	0,3296	0,2795	0,2404	0,1900	0,1748	0,1644	0,1550	0,1177	0,0858	0,0701	0,0252
17	0,5472	0,4607	0,4076	0,4066	0,3717	0,3560	0,3059	0,2668	0,2164	0,2012	0,1908	0,1814	0,1441	0,1122	0,0965	0,0516
18	0,5624	0,4759	0,4228	0,4218	0,3869	0,3712	0,3211	0,2820	0,2316	0,2164	0,2060	0,1966	0,1593	0,1274	0,1117	0,0668

Tablo 3.7. Haloperidol Fark Tablosu

NO	sin ² □																	
1	0,0081																	
2	0,0104	0,0023																
3	0,0128	0,0047	0,0024															
4	0,0144	0,0063	0,0040	0,0017														
5	0,0168	0,0087	0,0064	0,0040	0,0024													
6	0,0178	0,0097	0,0073	0,0050	0,0033	0,0010												
7	0,0202	0,0120	0,0097	0,0074	0,0057	0,0033	0,0024											
8	0,0219	0,0138	0,0115	0,0091	0,0075	0,0051	0,0041	0,0018										
9	0,0241	0,0160	0,0137	0,0113	0,0097	0,0073	0,0063	0,0040	0,0022									
10	0,0271	0,0190	0,0167	0,0144	0,0127	0,0103	0,0094	0,0070	0,0052	0,0030								
11	0,0296	0,0215	0,0192	0,0168	0,0152	0,0128	0,0119	0,0095	0,0077	0,0055	0,0025							
12	0,0358	0,0277	0,0253	0,0230	0,0213	0,0190	0,0180	0,0156	0,0139	0,0117	0,0086	0,0061						
13	0,0389	0,0308	0,0284	0,0261	0,0244	0,0221	0,0211	0,0187	0,0170	0,0148	0,0117	0,0093	0,0031					
14	0,0424	0,0343	0,0320	0,0296	0,0280	0,0256	0,0246	0,0222	0,0205	0,0183	0,0153	0,0128	0,0066	0,0035				
15	0,0462	0,0381	0,0358	0,0334	0,0318	0,0294	0,0284	0,0260	0,0243	0,0221	0,0191	0,0166	0,0104	0,0073	0,0038			
16	0,0496	0,0415	0,0392	0,3684	0,0352	0,0328	0,0319	0,0295	0,0277	0,0255	0,0225	0,0200	0,0139	0,0108	0,0072	0,0034		

17	0,0513	0,0432	0,0409	0,0385	0,0369	0,0345	0,0335	0,0312	0,0294	0,0272	0,0242	0,0217	0,0155	0,0124	0,0089	0,0051	0,0017	
18	0,0529	0,0448	0,0425	0,0402	0,0385	0,0361	0,0352	0,0328	0,0310	0,0288	0,0258	0,0233	0,0172	0,0141	0,0105	0,0067	0,0033	0,0016
19	0,0587	0,0506	0,0483	0,0459	0,0443	0,0419	0,0409	0,0385	0,0368	0,0346	0,0316	0,0291	0,0230	0,0198	0,0163	0,0125	0,0091	0,0074
20	0,0657	0,0576	0,0553	0,0529	0,0513	0,0489	0,0479	0,0455	0,0438	0,0416	0,0386	0,0361	0,0299	0,0268	0,0233	0,0195	0,0161	0,0144
21	0,0666	0,0585	0,0562	0,0539	0,0522	0,0498	0,0489	0,0465	0,0447	0,0425	0,0395	0,0370	0,0309	0,0278	0,0243	0,0205	0,0170	0,0154
22	0,0681	0,0600	0,0577	0,0554	0,0537	0,0513	0,0504	0,0480	0,0462	0,0440	0,0410	0,0385	0,0324	0,0293	0,0258	0,0219	0,0185	0,0168
23	0,0687	0,0606	0,0583	0,0560	0,0543	0,0519	0,0510	0,0486	0,0468	0,0447	0,0416	0,0391	0,0330	0,0299	0,0264	0,0226	0,0191	0,0175
24	0,0712	0,0631	0,0608	0,0585	0,0568	0,0544	0,0535	0,0511	0,0493	0,0471	0,0441	0,0416	0,0355	0,0324	0,0289	0,0251	0,0216	0,0199
25	0,0752	0,0670	0,0647	0,0624	0,0607	0,0583	0,0574	0,055	0,0532	0,0511	0,0480	0,0455	0,0394	0,0363	0,0328	0,0290	0,0255	0,0239
26	0,0764	0,0683	0,0660	0,0637	0,0620	0,0596	0,0588	0,0563	0,0545	0,0523	0,0493	0,0468	0,0407	0,0376	0,0340	0,0303	0,0268	0,0253
27	0,0783	0,0702	0,0679	0,0655	0,0639	0,0615	0,0605	0,0582	0,0565	0,0542	0,0512	0,0487	0,0426	0,0394	0,0359	0,0321	0,0287	0,0270
28	0,0809	0,0727	0,0704	0,0681	0,0664	0,0640	0,0631	0,0607	0,0590	0,0568	0,0537	0,0512	0,0451	0,0420	0,0385	0,0347	0,0312	0,0296
29	0,0845	0,0764	0,0741	0,0717	0,0701	0,0677	0,0667	0,0644	0,0626	0,0604	0,0574	0,0549	0,0488	0,0456	0,0421	0,0383	0,0349	0,0332
30	0,0879	0,0798	0,0775	0,0752	0,0735	0,0711	0,0702	0,0678	0,0660	0,0638	0,0608	0,0583	0,0522	0,0491	0,0456	0,0418	0,0383	0,0366
31	0,0937	0,0855	0,0832	0,0809	0,0792	0,0768	0,0759	0,0734	0,0718	0,0696	0,0665	0,0640	0,0579	0,0548	0,0513	0,0475	0,0440	0,0424
32	0,0957	0,0876	0,0853	0,0830	0,0813	0,0789	0,0780	0,0756	0,0738	0,0716	0,0686	0,0661	0,0599	0,0568	0,0533	0,0495	0,0461	0,0444
33	0,0966	0,0885	0,0862	0,0839	0,0821	0,0798	0,0789	0,0765	0,0747	0,0725	0,0695	0,0670	0,0609	0,0578	0,0542	0,0504	0,0470	0,0453
34	0,0972	0,0891	0,0869	0,0845	0,0828	0,0804	0,0795	0,0771	0,0753	0,0732	0,0701	0,0676	0,0615	0,0584	0,0549	0,0511	0,0476	0,0460
35	0,1062	0,0981	0,0958	0,0934	0,0918	0,0894	0,0884	0,0861	0,0843	0,0821	0,0791	0,0766	0,0705	0,0673	0,0638	0,0600	0,0566	0,0549

36	0,1072	0,0991	0,0968	0,0944	0,0928	0,0904	0,0894	0,0870	0,0853	0,0831	0,0801	0,0776	0,0714	0,0683	0,0648	0,0610	0,0576	0,0559
37	0,1104	0,1023	0,1000	0,0977	0,0960	0,0936	0,0927	0,0903	0,0885	0,0863	0,0833	0,0808	0,0747	0,0716	0,0681	0,0643	0,0608	0,0592
38	0,1170	0,1089	0,1066	0,1042	0,1026	0,1002	0,0992	0,0968	0,0951	0,0929	0,0899	0,0874	0,0812	0,0781	0,0746	0,0708	0,0674	0,0657
39	0,1178	0,1096	0,1073	0,1050	0,1033	0,1010	0,0999	0,0976	0,0959	0,0937	0,0906	0,0881	0,0820	0,0789	0,0754	0,0716	0,0681	0,0665
40	0,1192	0,1111	0,1088	0,1065	0,1048	0,1024	0,1015	0,0991	0,0973	0,0951	0,0921	0,0896	0,0835	0,0804	0,0769	0,0730	0,0696	0,0679
41	0,1305	0,1224	0,1201	0,1178	0,1161	0,1137	0,1128	0,1104	0,1086	0,1064	0,1034	0,1009	0,0948	0,0917	0,0882	0,0844	0,0809	0,0792
42	0,1318	0,1237	0,1214	0,1191	0,1174	0,1150	0,1141	0,1117	0,1099	0,1077	0,1047	0,1022	0,0961	0,0930	0,0895	0,0857	0,0822	0,0805
43	0,1462	0,1381	0,1358	0,1334	0,1318	0,1294	0,1284	0,1261	0,1243	0,1221	0,1191	0,1166	0,1104	0,1073	0,1038	0,1000	0,0966	0,0949
44	0,1552	0,1471	0,1448	0,1424	0,1408	0,1384	0,1374	0,1350	0,1333	0,1311	0,1280	0,1256	0,1194	0,1163	0,1128	0,1090	0,1056	0,1039

NO	$\sin^2 \square$																	
1	0,0081																	
2	0,0104																	
3	0,0128																	
4	0,0144																	
5	0,0168																	
6	0,0178																	
7	0,022																	
8	0,0219																	
9	0,0241																	
10	0,0271																	
11	0,0296																	
12	0,0358																	
13	0,0389																	
14	0,0424																	
15	0,0462																	
16	0,0496																	
17	0,0513																	
18	0,0529																	
19	0,0587	0,0058																
20	0,0657	0,0128	0,0070															
21	0,0666	0,0137	0,0080	0,0010														

22	0,0681	0,0152	0,0094	0,0024	0,0015													
23	0,0687	0,0158	0,0101	0,0031	0,0021	0,0006												
24	0,0712	0,0183	0,0126	0,0056	0,0046	0,0031	0,0025											
25	0,0752	0,0222	0,0165	0,0095	0,0085	0,0070	0,0064	0,0039										
26	0,0764	0,0235	0,0178	0,0108	0,0098	0,0083	0,0077	0,0052	0,0013									
27	0,0783	0,0254	0,0196	0,0126	0,0117	0,0102	0,0096	0,0071	0,0032	0,0019								
28	0,0809	0,0279	0,0222	0,0152	0,0142	0,0127	0,0121	0,0096	0,0057	0,0044	0,0026							
29	0,0845	0,0316	0,0258	0,0188	0,0179	0,0164	0,0158	0,0132	0,0094	0,0081	0,0062	0,0037						
30	0,0879	0,0350	0,0293	0,0223	0,0213	0,0198	0,0192	0,0167	0,0128	0,0115	0,0096	0,0071	0,0034					
31	0,0937	0,0407	0,0350	0,0280	0,0270	0,0255	0,0249	0,0224	0,0185	0,0172	0,0154	0,0128	0,0092	0,0057				
32	0,0957	0,0428	0,0370	0,0300	0,0291	0,0276	0,0270	0,0245	0,0206	0,0193	0,0174	0,0148	0,0112	0,0078	0,0020			
33	0,0966	0,0437	0,0379	0,0309	0,0300	0,0285	0,0279	0,0254	0,0215	0,0202	0,0183	0,0158	0,0121	0,0087	0,0030	0,0009		
34	0,0972	0,0443	0,0386	0,0316	0,0306	0,0291	0,0285	0,0260	0,0221	0,0208	0,0189	0,0164	0,0127	0,0093	0,0036	0,0016	0,0006	
35	0,1062	0,0533	0,0475	0,0405	0,0396	0,0381	0,0375	0,0350	0,0311	0,0298	0,0279	0,0254	0,0217	0,0183	0,0126	0,0105	0,0096	0,0090
36	0,1072	0,0543	0,0485	0,0415	0,0405	0,0391	0,0384	0,0359	0,0320	0,0307	0,0289	0,0263	0,0227	0,0192	0,0136	0,0115	0,0106	0,0099
37	0,1104	0,0575	0,0518	0,0448	0,0438	0,0423	0,0417	0,0392	0,0353	0,0340	0,0321	0,0296	0,0259	0,0225	0,0168	0,0147	0,0138	0,0132
38	0,1170	0,0641	0,0583	0,0513	0,0503	0,0489	0,0482	0,0457	0,0418	0,0405	0,0387	0,0361	0,0325	0,0290	0,0233	0,0213	0,0204	0,0197
39	0,1178	0,0648	0,0591	0,0521	0,0511	0,0496	0,0490	0,0465	0,0426	0,0413	0,0395	0,0369	0,0333	0,0298	0,0241	0,0221	0,0211	0,0205
40	0,1192	0,0663	0,0605	0,0536	0,0526	0,0511	0,0505	0,0480	0,0441	0,0428	0,0409	0,0384	0,0347	0,0313	0,0256	0,0235	0,0226	0,0220
41	0,1305	0,0776	0,0719	0,0649	0,0639	0,0624	0,0618	0,0593	0,0554	0,0541	0,0522	0,0497	0,0460	0,0426	0,0369	0,0348	0,0339	0,0333
42	0,1318	0,0789	0,0731	0,0662	0,0652	0,0637	0,0631	0,0606	0,0567	0,0554	0,0533	0,0510	0,0473	0,0439	0,0382	0,0361	0,0352	0,0346
43	0,1462	0,0933	0,0875	0,0805	0,0796	0,0781	0,0775	0,0750	0,0711	0,0698	0,0679	0,0653	0,0617	0,0583	0,0526	0,0505	0,0496	0,0490
44	0,1552	0,1023	0,0965	0,0895	0,0886	0,0871	0,0866	0,0840	0,0800	0,0788	0,0769	0,0743	0,0707	0,0673	0,0615	0,0595	0,0586	0,0580

Tablo 3.8. Haloperidol İçin Farkların Frekansı

$\sin^2\theta_{hkl}$	
$0,060\pm0,0004$	12 defa
$0,0385\pm0,0004$	8 defa
$0,076\pm0,0004$	7 defa
$0,0073\pm0,0004$	4 defa
$0,0023\pm0,0004$	4 defa
$0,0016\pm0,0004$	3 defa
$0,0033\pm0,0004$	3 defa
$0,0990\pm 0,0004$	3 defa

Tablo 3.8 incelendiği zaman $0,060\pm0,0004$ değerinin frekansının en yüksek olduğu görülmektedir. Böylece,

$$\sin^2\theta_{100} = 0,060$$

olarak kabul edersek,

$$\sin^2\theta_{200} = 4\times0,060$$

$$= 0,240$$

değeriyle pik indisleyemedik. Bu durumda yine frekansı yüksek olan ancak $0,060$ değerinden küçük ikinci sayısal değer olan $0,0385$ değerini $\sin^2\theta_{010}$ olarak belirleyelim.

$$\sin^2\theta_{020} = 4\times0,0385 = 0,154$$

elde edildi. Bu kabulle de piklerimizi indisleyemedik. Yaptığımız işlemlerle pikleri indisleyemediğimiz için numunemizin ortorombik yapıda olmadığını söyleyebiliriz.

3.2.6. Monoklinik Test

Monoklinik kristal sistemine sahip sistemler için d düzlemler arası mesafe ifadesi,

$$d_{hkl} = \frac{1}{\sqrt{\frac{\frac{h^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} + \frac{2hl}{ac} \cos \beta}{\sin^2 \beta} + \frac{k^2}{b^2}}} \quad (3.27)$$

olarak verilir. Bu sistemi belirlemek için a, b, c, β olmak üzere dört bilinmeyen parametre vardır [22].

Bundan dolayı yüksek simetrlili sistemlere göre, monoklinik simetrlili maddeleri indisleme işlemi daha zordur. hkl ve hkl $\square$ düzlemleri için eşitlikler:

$$\sin^2 \theta_{hkl} = q_{hkl} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 - Dhl \quad (3.28)$$

$$\sin^2 \theta_{hkl\square} = q_{hkl\square} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 + Dhl \quad (3.29)$$

Burada A, B, C, D sabitlerinin denklemleri aşağıdaki gibidir.

$$\begin{aligned} A &= \frac{\lambda}{4a^2 \sin^2 \beta} & C &= \frac{\lambda^2}{4c^2 \sin^2 \beta} \\ B &= \frac{\lambda^2}{4b^2} & D &= \frac{\lambda \cdot \cos \beta}{2ac \sin^2 \beta} \end{aligned} \quad (3.30)$$

(3.29) ve (3.28) eşitlikleri taraf tarafa çıkarılırsa,

$$q_{hkl\square} - q_{hkl} = 2Dhl \quad (3.31)$$

eşitliği elde edilir. Burada $D = \lambda^2 \cos \beta / 2ac \sin^2 \beta$. D, numunedeki hkl ve hkl $\square$ düzlemlerinin farklı mesafesinin sonucudur ve β 90 $\square$ ye yakın olduğunda küçük bir değerde olacaktır. Böylece difraksiyon numune kübik, tetragonal, hekzagonal ve ortorombik simetri terimleri ile indislenemediği ve numunenin ucunda en küçük açıda çizgiler bölündüğü zaman simetri olasılıkla monoklinikdir.

Gelecek adım 1:2:3:4:5 vs. oranlarında tekrar eden farklılıklar için, ortorombik sistem için hazırlanan fark tablosu gibi bir tablo hazırlamaktır. Bu oranların önemi hl 1, 2, 3, 4, 5 vs. değerleri olduğunda $q_{hkl\square} - q_{hkl}$ nin fark değerleri genel ifadeden görülecek. Farklı diziler bu oranlarda bulunursa, 2D için bir değer mümkündür ve bunun sonucu D

bulunabilir. Çoğu olasılıkla 2D nin büyüklüğünün farkı l_{kl} ve $l_{kl\Box}$ düzlemlerinden gelir. İlk düzlem $k=0$ olarak varsayılmalıdır. Böylece l_{0l} ve $l_{0l\Box}$ düzlemleri için $\sin^2\theta$ değerleri bilindiğinde ve D bilindiğinde, A ve C nin hesaplanması mümkün olacaktır. Eğer bu başarısız olursa, o zaman $k=1$ için uğraşılmalıdır.

Problem için başka yaklaşımlar $hk0$, $00l\Box$ ve $hkl\Box$ düzlemleri için eşitlikler düşünülmelidir.

$$q_{hko} = Ah^2 + Bk^2, \quad q_{00l} = Cl^2$$

ifadeler birleştirilirse,

$$q_{h00} + q_{0kl} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2$$

$$q_{hkl} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 - Dh$$

$$q_{hkl\Box} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 + Dh$$

gösterilebilir. İlave olarak,

$$q_{hkl} + q_{hkl\Box} = 2(Ah^2 + Bk^2 + Cl^2)$$

bu yazılabilir,

$$q_{hkl} + q_{hkl\Box} = 2(q_{hko} + q_{00l}) = 2(q_{h00} + q_{0kl})$$

Bundan dolayı $\sin^2\theta$ değerlerinin bir dizisi araştırıldığında iki q değerinin toplamı başka iki q değerinin toplamının iki katına eşittir. Bu ilişki eğer böyle bulunursa o zaman $hk0$, $00l$, (veya $h00$, $0kl$) çeşidinin düzlemleri mümkündür veya hkl ve $hkl\Box$ düzlemleri aynıdır. $k=0$ ve $h=l=1$ olduğu ilk varsayımdır. O zaman düzlemler 100 , 001 , 101 ve $101\Box$ indislerine sahip olacak. Buradan A ve C için değerler verilir ve o zaman D, şimdi hazırda $(q_{101\Box} - q_{101})/2$ ye indirgenir olan $D=(q_{hkl\Box} - q_{hkl})/2hl$ ilişkisinden hesaplanabilir. A, C ve D bilindiğinde $\sin^2\theta$ değerleri düşünüldüğünde ve deney ve hata ile B nin türetilmesi mümkün olacaktır.

Eğer tüm çizgiler indislenemez ise, o zaman B için alınan değer yanlıştır veya indisler hakkında ilk varsayım hatalı diyebiliriz. B için daha fazla değer seçildiğinde indislenme düzeltilemez ise, yansımaların 100 , 001 , 101 ve $101\Box$ indislerine sahip olmadığı varsayılmalıdır. Bu dört çizgi gelecek adımdaki varsayımda 200 , 001 , 201 ve $201\Box$ indislerine sahip olmalıdır. Tekrar B bulunur ve yukarıda tanımlandığı gibi test edilir. Bu işlem yansımalar $h00$, $00l$, $h0l$ ve $h0l\Box$ çeşidinde alındığında başarısızsa, o zaman

yansımaların $hk0$, $00l$, hkl ve $hkl\Box$ çeşidinde olduğu varsayılmalıdır. $h=k=l=1$ varsayıldığında A, C, D ve B belirlenir ve test edilir. Bu doğru değilse h, k ve l için diğer değerlerle uğraşılır [19].

Haloperidol için yapılan fark tablosunu (Tablo 3.7) incelediğimiz zaman 0,0063 fark değerinin 1, 2, 3, 4, 5 katının olduğu bulundu. Buna göre numunemiz monoklinik kristal sistemine sahip olabilir. (3.31) ifadesini kullanarak indisleyelim.

$k = 0$ için bir çözüm bulmaya çalışalım,

$$q_{101\Box} - q_{101} = 2Dhl = 0,0063$$

denklemini kurabiliriz. Bu ifadeye göre

$$D=0,00315$$

değerine karşılık gelir. İlk yansımamız q_{100} olarak kabul edelim

$$q_{100} = A = 0,0081$$

dersek, bu durumda, ikinci yansımamız q_{101} kabul edersek,

$$q_{101} = A+C-D$$

$$0,0104 = 0,0081+C-0,00315$$

$$C=0,00545$$

Bulunan bu değerle A ve B doğru elde edilememiştir ve pikler indislenmediği için yaptığımız kabuller yanlıştır. $k=1$ düzlemleri için C, A, B sabit değerlerini bulmaya çalışalım.

$$q_{111\Box} - q_{111} = 2Dhl = 0,0063$$

denklemini kurarsak, burada D değeri yine 0.00315 olacaktır.

$$q_{110} = A+B = 0,0081$$

olduğunu kabul edelim,

$$q_{111\Box} = A+B+C+D$$

$$0,0296 = 0,0081+C+0,00315$$

$$C=0,01835$$

Bulduğumuz bu değerlerden yararlanarak,

$$q_{121} = A+4B+C-D$$

$$q_{120} = A+4B$$

$$\begin{aligned} q_{121} - q_{120} &= A+4B+C-D-A-4B \\ &= C-D \\ &= 0,01835-0,00315 \end{aligned}$$

$$q_{121} - q_{120} = 0,0152$$

bu fark değeri 11. pikde tam olarak, 28. pikde 0.000015 hatayla vardır. O zaman,

$$q_{120} = 0,0128$$

q_{120} ve q_{110} yansımalarını kullanırsak,

$$q_{120} = A+4B = 0,0128$$

$$q_{110} = A+B = 0,0081$$

yukarıdaki denklemlerde yaptığımız işlemler sonucunda $A=0,00653$ değerine ve $B=0,00157$ değerine karşılık geldiği bulundu. Bulunan bu sonuçlar kullanılarak,

$$q_{200} = 4A = (4 \times 0,00653) = 0,0261$$

$$q_{020} = 4B = (4 \times 0,00157) = 0,0063$$

$$q_{101\Box} = A+C+D = 0,00653+0,01835+0,00315 = 0,0280$$

$$q_{121\Box} = A+4B+C+D = 0,00653+(4 \times 0,00157)+0,01835+0,00315 = 0,0343$$

$$q_{210} = 4A+B = (4 \times 0,00653)+0,00157 = 0,0277$$

$$q_{050} = 25B = 25 \times 0,00157 = 0,0392$$

$$q_{150} = A+25B = 0,00653+(25 \times 0,00157) = 0,0457$$

$$q_{060} = 36B = 36 \times 0,00157 = 0,0565$$

$$q_{002} = 4C = 4 \times 0,01835 = 0,0734$$

$$q_{111} = A+B+C-D = 0,00653+0,00157+0,01835-0,00315 = 0,0233$$

$$q_{321\Box} = 9A+4B+C+3D = (9 \times 0,00653)+(4 \times 0,00157)+0,01835+(3 \times 0,00315) = 0,0929$$

$$q_{241} = 4A+16B+C-2D = (4 \times 0,00653)+(16 \times 0,00157)+(2 \times 0,00315) = 0,0575$$

$$q_{240} = 4A+36B = (4 \times 0,00653)+(16 \times 0,00157) = 0,0512$$

$$q_{051} = 25B + C = (25 \times 0,00157) + 0,01835 = 0,0576$$

$$q_{262} = 4A + 36B + 4C - 4D = (4 \times 0,00653) + (36 \times 0,00157) + (4 \times 0,01835) - (4 \times 0,00315) = 0,1434$$

$$q_{220} = 4A + 4B = (4 \times 0,00653) + (4 \times 0,00157) = 0,0324$$

$$q_{011} = B + C = 0,00157 + 0,01835 = 0,0199$$

$$q_{320} = 9A + 4B = (9 \times 0,00653) + (4 \times 0,00157) = 0,0651$$

$$q_{170} = A + 49B = 0,00653 + (49 \times 0,00157) = 0,0835$$

$$q_{151\Box} = A + 25B + C + D = 0,00653 + (25 \times 0,00157) + 0,01835 + 0,00315 = 0,0673$$

$$q_{003} = 3C = (3 \times 0,01835) = 0,0550$$

$$q_{332} = 9A + 9B + 4C - 6D = (9 \times 0,00653) + (9 \times 0,00157) + (4 \times 0,01835) - (6 \times 0,00315) = 0,1274$$

$$q_{130} = 25A + 9B = 0,00653 + (9 \times 0,00157) = 0,0206$$

$$q_{412} = 16A + B + 4C - 8D = (16 \times 0,00653) + 0,00157 + (4 \times 0,01835) - (8 \times 0,00315) = 0,1543$$

$$q_{160} = A + 36B = 0,00653 + (36 \times 0,00157) = 0,0631$$

$$q_{070} = 49B = 49 \times 0,00157 = 0,0769$$

$$q_{230} = 4A + 9B = (4 \times 0,00653) + (9 \times 0,00157) = 0,0402$$

$$q_{030} = 9B = 9 \times 0,00157 = 0,0141$$

$$q_{121} = A + 4B + C - D = 0,00653 + (4 \times 0,00157) + 0,01835 - 0,00315 = 0,0280$$

$$q_{301\Box} = 9A + C + 3D = (9 \times 0,00653) + 0,01835 + (3 \times 0,00315) = 0,0866$$

$$q_{021} = 4B + C - 2D = (4 \times 0,00157) + 0,01835 - (2 \times 0,00315) = 0,0183$$

$$q_{231} = 4A + 9B + C - 2D = (4 \times 0,00653) + (9 \times 0,00157) + 0,01835 - (2 \times 0,00315) = 0,0523$$

$$q_{141\Box} = A + 16B + C + D = 0,00653 + (16 \times 0,00157) + 0,01835 + 0,00315 = 0,0532$$

$$q_{040} = 16B = 16 \times 0,00157 = 0,0251$$

$$q_{112} = A + B + 4C - 2D = 0,00653 + 0,00157 + (4 \times 0,01835) - (2 \times 0,00315) = 0,0752$$

$$q_{411} = 16A + B + C - 4D = (16 \times 0,00653) + 0,00157 + 0,01835 - (4 \times 0,00315) = 0,1118$$

$$q_{300} = 9A = 9 \times 0,00653 = 0,0588$$

$$q_{010} = B = 0,00157 = 0,0015$$

Piklerin çoğu indislendiği için numunemizin monoklinik kristal yapıda olduğunu söyleyebiliriz. Analitik işlemler sonucunda piklerden 4 tanesini indisleyemedik. Haloperidol monoklinik yapıda olduğunu söyleyebiliriz.

(3.30) denklemlerini kullanarak a, b, c ve β birim hücre parametrelerini bulabiliriz. B ifadesini bulmak için,

$$B = \frac{\lambda^2}{4b^2} \quad (3.32)$$

b ifadesini yukarıdaki denklem de yalnız bırakacak olursak,

$$b = \sqrt{\frac{\lambda^2}{4B}} \quad (3.33)$$

ifadesi elde edilir. λ ve B değerlerini (3.33) denkleminde yerine yazarsak,

$$b = \sqrt{(1,5406)^2 / (4 \times 0,00157)}$$

$$b = 19,4407 \text{ Å}$$

olarak bulunur. (3.30) denklemlerindeki A ifadesini aşağıdaki gibi düzenlediğimizde,

$$a^2 \sin^2 \beta = \frac{\lambda^2}{4A} \quad (3.34)$$

ifadesi elde edilir. Benzer şekilde C ifadesini de düzenlersek,

$$c^2 \sin^2 \beta = \frac{\lambda^2}{4C} \quad (3.35)$$

eşitliğine ulaşılır. D ifadesinin karesi alınırsa,

$$D^2 = \frac{\lambda^2 \cos^2 \beta}{2a^2 c^2 \sin^4 \beta} \quad (3.36)$$

(3.35) ve (3.34) denklemlerini (3.36) ifadesinde yerine yazarsak,

$$D^2 = 4AC \cos^2 \beta \quad (3.37)$$

Eşitliğinde $\cos \beta$ ifadesi yalnız bırakılırsa,

$$\cos \beta = \frac{D}{2\sqrt{AC}} \quad (3.38)$$

ifadesine ulaşılır. (3.38) eşitliğinde D, A ve C değerleri yerlerine konursa,

$$\cos \beta = \frac{0,00315}{2\sqrt{0,00653 \times 0,01835}}$$

$$\cos \beta = 0,1437901$$

$$\beta = 81,73^\circ$$

değeri elde edilir. Bulduğumuz β değerinin 180° ye tamamlayan $98,27^\circ$ yi β açısı olarak almamız sistemimizde bir değişiklik oluşturmaz. (3.34) denklemini kullanırsak,

$$a^2 = \frac{\lambda^2}{4A \sin^2 \beta} \quad (3.39)$$

(3.39) denkleminin karekökünü alırsak,

$$a = \frac{\lambda}{2 \sin \beta \sqrt{A}} \quad (3.40)$$

ifadesini elde ederiz. (3.40) denkleminde β ve A değerlerini yerine yazarsak,

$$a = \frac{1,5406}{2 \sin 98 \sqrt{0,0653}}$$

$$a = 9,5982 \text{ Å}$$

değeri elde edilir. Benzer işlemleri c için yaparsak,

$$c^2 = \frac{\lambda^2}{4C \sin^2 \beta} \quad (3.41)$$

buradan da,

$$c = \frac{\lambda}{2 \sin \beta \sqrt{C}} \quad (3.42)$$

eşitliğini elde ederiz. (3.42) denkleminde β ve C değerleri yerine yazılırsa,

$$c = \frac{1,5406}{2 \sin 98 \sqrt{0,01835}}$$

$$c = 5,7435 \text{ Å}$$

olarak bulunur.

3.2.7 Triklinik Sistem

Triklinik kristal sistemi simetrisi en düşük olan yapıdır. Hem birim hücre eksen uzunlukları birbirinden farklıdır hem de bu eksenler arasındaki açılar birbirinden ve doksan dereceden farklıdır. Yani triklinik bir sistemin birim hücre parametrelerini toz kırınım deseninden çıkarabilmek için altı bilinmeyen tespit edilmesi gereklidir. Bu işlemi sadece toz kırınım deseninden yararlanarak yapmak hemen hemen imkânsızdır. Triklinik bir sistem için düzlemler arası uzaklık,

$$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{V^2} (S_{11}h^2 + S_{22}k^2 + S_{33}l^2 + 2S_{12}hk + 2S_{23}kl + 2S_{13}hl) \quad (3.43)$$

Burada V birim hücrenin hacmidir ve

$$\begin{aligned} S_{11} &= b^2 c^2 \sin^2 \alpha & S_{12} &= abc^2 (\cos \alpha \cos \beta - \cos \gamma) \\ S_{22} &= a^2 c^2 \sin^2 \beta & S_{23} &= a^2 bc (\cos \beta \cos \gamma - \cos \alpha) \\ S_{33} &= a^2 b^2 \sin^2 \gamma & S_{13} &= ab^2 c (\cos \gamma \cos \alpha - \cos \beta) \end{aligned} \quad (3.44)$$

$$V = abc \sqrt{1 - \cos^2 \alpha - \cos^2 \beta - \cos^2 \gamma + 2 \cos \alpha \cos \beta \cos \gamma} \quad (3.45)$$

bağıntıları mevcuttur [21].

4. BÖLÜM

SONUÇ VE TARTIŞMA

Kristal yapı hakkında bilgi edinebilmek amacıyla en sık kullanılan deneysel metotlardan biriside toz kırınımı metodudur. Toz kırınım metodunun en büyük avantajı tek kristal kullanmadan kırınım desenlerini bulabilmektedir. Bu metotta, toz haline getirilmiş kristal numunelerinin üzerine belirli bir doğrultudan tek dalga boylu X-ışınları düşürülür. Böylece değişik açılarda toz numuneden Bragg kanununu sağlayan yansımaların oluşması gözlenmiştir. Bragg kanunu kullanılarak kristal örgü düzlemleri ile örgü parametreleri bulunmuştur.

X-ışınları toz kırınım yöntemi ile kristal yapısını analitik olarak yaptığımız çalışmamızda kullandığımız haloperidol, psikotik bozuklukları tedavi etmek için kullanılır (gerçek olan şeyler veya fikirler ile gerçek olmayan şeyler arasındaki farkı söylemekte zorluk çeken durumlar). Haloperidol ayrıca Tourette bozukluğu olan (motor veya sözlü tik ile karakterize edilen durum) yetişkinlerde ve motor tikleri (belirli vücut hareketlerini tekrarlamak için kontrol edilemez ihtiyacı) ve sözlü tikleri (sesleri veya kelimeleri tekrarlamak için kontrol edilemez ihtiyacı) kontrol etmek için kullanılır. Haloperidol ayrıca, psikoterapi veya diğer ilaçlar ile tedavi edilemeyen çocuklarda patlayıcı, agresif davranış veya hiperaktivite gibi ciddi davranış problemlerini tedavi etmek için kullanılır. Haloperidol, geleneksel antipsikotik adı verilen bir ilaç grubudur. Beyindeki anormal heyecanı azaltarak çalışır.[23]

Haleperidol'un x-ışınları toz kırınım yöntemi ile kristal yapısını analitik olarak yaptığımız çalışmamızda kırınım deseni verilerini kullandık. Bu verilerle numunemizin hangi kristal sisteme ait olduğunu ve birim hücre parametrelerini hesapladık. Haleperidol için analitik metotla monoklinik kristal yapı ve birim hücre parametreleri $a=9,5982\text{\AA}$ $b=19,4407\text{\AA}$ $c=5,7435\text{\AA}$ $\beta=98,27^\circ$ olarak bulundu. Analitik yöntem ile elimizdeki verilerden dört pik indislenemedi. Haloperidol monoklinik kristal yapıdadır.

KAYNAKLAR

1. <https://hasansecen.files.wordpress.com/2011/06/sunum.1.pptx/slayt2> (E.T. 16.03.2019)
2. www.gazi.edu.tr/mkaradağ/tezler/tugcearslan.pdf (E.T. 17.04.2019)
3. <https://neu.edu.tr/wp-content/uploads/2015/11/BMT/sayfa5> (E.T. 16.05.2018)
4. <https://hasansecen.files.wordpress.com/2011/06/sunum.1.pptx/slayt5> E.T. 16.05.2019)
5. <https://neu.edu.tr/wp-content/uploads/2015/11/BMT/sayfa6> E.T. 12.05.2018)
6. AYGÜN, E. , ZENGİN, M. (1998). “Atom ve Molekül Fiziği”. Ankara Üniversitesi, Ankara
7. <https://neu.edu.tr/wp-content/uploads/2015/11/BMT/sayfa8> E.T. 16.04.2018)
8. CULLİTY B.D. (1996). X ışınlarının Difraksiyonu, (Çev. A. Sümer), İstanbul Teknik Üniversitesi Yayınları, İstanbul/sayfa25
9. CULLİTY B.D. (1996). X ışınlarının Difraksiyonu, (Çev. A. Sümer), İstanbul Teknik Üniversitesi Yayınları, İstanbul/sayfa12
10. GÜNDÜZ, EROL. (1989). “Modern Fiziğe Giriş”. Ege Üniversitesi Fen Fakültesi, İzmir
11. Optik ve Modern Fizik/Richards-Sears-Wehr-Zemansky/Prof. Dr. F. Domaniç/Ankara Üniversitesi
12. http://tr.wikipedia.org/wiki/x_ışını_kristalografisi (E.T. 11.05.2018)
13. <http://www.dersyerimiz.com/index.php/kristaller.html> (E.T. 11.12.2018)
14. Callister, Jr., Willam D. (2007) (İngilizce). Material Science and Engineering: An Introduction. ABD: John Wiley & Sons, Inc.. 978-0-471-73696-7.
15. <http://kutuphane.ksu.edu.tr> (E.T. 15.05.2018)
16. CULLİTY B.D. (1996). X ışınlarının Difraksiyonu, (Çev. A. Sümer), İstanbul Teknik Üniversitesi Yayınları, İstanbul/sayfa95
17. Sodyum Bikarbonat’ın Kristal Yapısının X-Işınları Toz Kırınım Yöntemi İle Araştırılması/Z.BAKTİR

18. dergi.fabad.org.tr/pdf/ (E.T. 12.05.2018)
19. D'Eye, R.W.M., Wait, E., X-ray Powder Photography in Inorganic Chemistry, Butterworths Scientific Publication, 1960.
20. CULLITY B.D. (1996). X ışınlarının Difraksiyonu, (Çev. A. Sümer), İstanbul Teknik Üniversitesi Yayınları, İstanbul/sayfa44
21. Runge, C.Z., Phys. 18, 509, 1917.
22. Azaroff L.V., Buerger, M. J., The Powder Method in X-ray Crystaography, McGraw –Hill book Company , New York, 1958.
23. <https://medlineplus.gov/druginfo/a68218.html> (E.T. 17.08.2018)

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı	Meryem TOPCU
Uyruğu	Türkiye Cumhuriyeti (TC)
Doğum Tarihi ve Yeri	07.10.1974/ Adana
Medeni Durumu	Evli
Telefon	0505 266 12 74
E-mail	mmavilitopcu@gmail.com
Yazışma Adresi	Mevlana Mah. Karasu Cad. Altınoran Apt. No:43 Kat:5 Daire no:18 Talas/KAYSERİ

EĞİTİM

Derece	Kurum	Mezuniyet Tarihi
Yüksek Lisans	Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Bölümü	2019
Lisans	Erciyes Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümü	2013
Lise	Mersin Atatürk Lisesi	1992

İŞ DENEYİMLERİ

Yıl	Kurum	Görev
1998-2001	Meksa Yatırım Menkul Değ.A.Ş.	Dlear
1995-1997	Tiffany Tomato	Müdür Yardımcısı

YABANCI DİL