

**T.C.
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**Na_2CO_3 (SODYUM KARBONAT)'IN KRİSTAL
YAPISININ X –IŞINLARI TOZ KİRİNİM YÖNTEMİ İLE
ARAŞTIRILMASI**

**Tezi Hazırlayan
Levent KARAŞAHİN**

**Tezi Yöneten
Prof. Dr. Mehmet AKKURT**

**Fizik Anabilim Dalı
Yüksek Lisans Tezi**

**Temmuz 2007
KAYSERİ**

Prof. Dr. Mehmet AKKURT danışmanlığında **Levent KARAŞAHİN** tarafından hazırlanan "**Na₂CO₃ (Sodyum Karbonat)'ın Kristal Yapısının X -Işımları Toz Kırınım Yöntemi İle Araştırılması**" adlı bu çalışma, jürimiz tarafından Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalında **Yüksek Lisans** tezi olarak kabul edilmiştir.

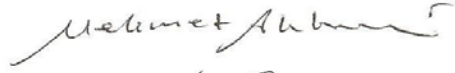
11.07.2007

JÜRİ:

Başkan: Prof. Dr. Necmettin MARAŞLI



Üye : Prof Dr. Mehmet AKKURT



Üye : Doç. Dr. Mustafa GENÇASLAN



ONAY:

Bu tezin kabulü, Enstitü Yönetim Kurulunun **24/07/2007** tarih ve **2007/22-03** sayılı kararı ile onaylanmıştır.

24/07/2007



Prof. Dr. Nusret AYYILDIZ
Enstitü Müdürü

TEŞEKKÜR

Çalışmalarımızda bizlere sürekli yardımlarını esirgemeyen ve çalışma azmi veren sayın hocam Prof. Dr. Mehmet AKKURT beye ve Fizik Bölümündeki tüm hocalarıma, bir yıl boyunca sorularıma sıklımadan cevap veren ve yardımlarını esirgemeyen Zeliha BAKTİR'a, elektromanyetik laboratuvarın sürekli müdavimleri Mehmet BOZOKLU ve Semra DURMUŞ'a, çalışmalarımı Ankara'dan destekleyen M. Çağrı ERDEM'e, İzmir'den moral kaynağım Mevlüt KAYA'ya ve bana desteklerini hiçbir zaman esirgemeyen sevgili aileme teşekkürlerimi sunarım.

**Na_2CO_3 (SODYUM KARBONAT)'IN KRİSTAL YAPISININ X –IŞINLARI
TOZ KIRINIM YÖNTEMİ İLE ARAŞTIRILMASI**

Levent KARAŞAHİN

Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü

Yüksek Lisans Tezi, Temmuz 2007

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Mehmet AKKURT

ÖZET

Na_2CO_3 bileşiğinin kristal yapısına ve birim hücre parametrelerini tespit etmek amacıyla, Bruker Axs D8 Advance Model XRD difraksiyon cihazı ve Cu radyasyonu kullanılarak, 40kV gerilim ve 40mA akım ile $0,02^\circ/\text{sn}$ tarama hızı ile toz kırınım deseni elde edildi. Toz kırınım deseninden faydalanılarak analitik metot ve TREOR90, ITO13 ve DICVOL bilgisayar programları yardımıyla kristal sisteminin tayini ve birim hücre parametrelerinin belirlenmesi ve kırınım deseninin indislenmesi yapıldı.

Analitik metot ile Na_2CO_3 bileşiğinin kristal yapısını monoklinik ve birim hücre parametreleri de, $a=8,92236\text{\AA}$, $b=5,22192\text{\AA}$, $c=6,04926\text{\AA}$, $\beta=101,28^\circ$ şeklinde tespit edildi. TREOR90, ITO13 ve DICVOL bilgisayar programları kullanılarak yapılan kristal yapı araştırmasında ise numunemizin monoklinik kristal yapıda olduğu tespit edildi. Birim hücre parametreleri, TREOR90 programı ile $a=8,90328\text{\AA}$, $b=5,23825\text{\AA}$, $c=6,04890\text{\AA}$, $\beta=101.2139^\circ$ olarak bulundu; ITO13 bilgisayar programı ile $a=8,905\text{\AA}$, $b=5,237\text{\AA}$, $c=6,047\text{\AA}$, $\beta=101,25^\circ$ olarak bulundu; DICVOL bilgisayar programı ile $a=8,9043\text{\AA}$, $b=5,2370\text{\AA}$, $c=6,0491\text{\AA}$, $\beta=101,234^\circ$ olarak bulundu.

Analitik işlem sonucu 46 veri ile numunemizi monoklinik kristal yapıya göre indisleyebildik. Bu verilerin haricinde 6 veri daha vardı. Bu veriler numunemiz için sonuç vermeyen piklerdi. Bu piklerin numunemiz içindeki safsızlıktan ya da Background'dan kaynaklanan ışımlar olabileceği sonucuna varıldı.

Anahtar Kelimeler: X-ışını, Toz Kırınım Tekniği, Analitik Yöntem, Sodyum Karbonat, İndisleme.

THE RESEARCH OF THE CRYSTAL STRUCTURE OF Na_2CO_3 (SODIUM CARBONATE) BY USING X-RAY POWDER DIFFRACTION METHOD

Levent KARAŞAHİN

Erciyes University, Graduate School of Natural and Applied Sciences

M. Sc. Thesis, July 2007

Thesis Supervisor: Prof. Dr. Mehmet AKKURT

ABSTRACT

In order to determine the crystal structure and unit cell parameters of Na_2CO_3 compound, powder diffraction pattern is maintained with a 40kV voltage, 40mA current and 0,02°/s scanning speed by using Bruker Axs D8 Advance Model XRD diffraction machine and Cu radiation. By using powder diffraction pattern and with the help of analytic method, TREOR90, ITO13 and DICVOL computer programs. Indication of crystal system and unit cell parameters and indexing of diffraction pattern is done.

The monoclinic and unit cell parameters of Na_2CO_3 crystal structure is found as $a=8,92236\text{\AA}$, $b=5,22192\text{\AA}$, $c=6,04926\text{\AA}$, $\beta=101,28^\circ$ with analytic method. In the crystal structure research that uses TREOR90, ITO13, DICVOL computer programs, it is also found that our sample is in monoclinic crystal structure. Unit cell parameters are found as $a=8,90328\text{\AA}$, $b=5,23825\text{\AA}$, $c=6,04890\text{\AA}$, $\beta=101.2139^\circ$ with TREOR90; with ITO13 $a=8,905\text{\AA}$, $b=5,237\text{\AA}$, $c=6,047\text{\AA}$, $\beta=101,25^\circ$ and with DICVOL $a=8,9043\text{\AA}$, $b=5,2370\text{\AA}$, $c=6,0491\text{\AA}$, $\beta=101,234^\circ$.

We were able to index our sample according to monoclinic crystal structure by 46 data with the result of analytical process. There were 6 data apart from these. Those data were the line that didn't give result for our sample. We concluded that those lines could be radiations that result from the Background of sample or from the impurities in the sample.

Keywords: X-Ray, Powder Diffraction Technique, Analytical Method, Sodium Carbonate, Indexing.

İÇİNDEKİLER

KABUL VE ONAY.....	i
TEŞEKKÜR.....	ii
ÖZET.....	iii
ABSTRACT.....	iv
İÇİNDEKİLER.....	v
TABLolar LİSTESİ.....	viii
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	x

1. BÖLÜM

GİRİŞ.....	1
------------	---

2. BÖLÜM

KRİSTALLER

2.1. Giriş.....	2
2.2. Birim Hücre.....	3
2.3. Birim Hücre Çeşitleri ve Bravais Örgüleri.....	3
2.4. Kristal Düzlemleri ve Miller İndisleri.....	7
2.5. Ters Örgü.....	8

3. BÖLÜM

X -IŞINLARI

3.1. Giriş.....	12
3.2. X –Işınlarnn Elde Edilmesi.....	12
3.3 X –Işınlarnn Özellikleri.....	14
3.4. X –Işınlarnn Uygulama Alanları.....	15
3.5 X –Işınları Sürekli Spektrumu.....	16
3.6. X –Işınları Karakteristik Spektrumu.....	18
3.7. X –Işınlarnn Soğurulması.....	21
3.8. Süzgeçler.....	22
3.9. X –Işınlarnn Bir Elektron Tarafından Saçılması.....	24
3.10. X –Işınlarnn Bir Atom Tarafından Saçılması.....	27
3.11. X –Işınlarnn Birim Hücre Tarafından Saçılması	28
3.12. Bragg Kanunu.....	32

4. BÖLÜM

TOZ KIRINIM ÇALIŞMALARI

4.1. Giriş.....	35
4.2. Numunenin Toz Haline Getirilmesi.....	36
4.3. Toz Kırınım Çalışmalarında Kullanılan X –Işınları Difraktometresi.....	37
4.4. d ve I'ları Etkileyen Faktörler.....	38
4.5. PDF Toz Kırınım Dosyası.....	39
4.6. DIFFRAC PLUS EVA Bilgisayar Programı.....	41
4.7. TREOR90 Bilgisayar Programı.....	46
4.8. ITO13 Bilgisayar Programı.....	50
4.9. DICVOL (91ve 06) Bilgisayar Programı	52

5. BÖLÜM

KRİSTAL YAPI ARAŞTIRMASI

5.1. Giriş.....	54
5.2. Kırınım Deseni Üzerinde Çalışma.....	55
5.3. XRD Kırınım Deseni Elde Edilen Na ₂ CO ₃ (Sodyum Karbonat) Bileşiği.....	55
5.4. Kübik Test.....	60
5.5. Tetragonal Test.....	73
5.6. Hekzagonal Test.....	81
5.7. Rombohedral Test	87
5.8. Ortorombik Test.....	88
5.9. Monoklinik Test.....	98
5.10. Triklirik test	112
5.11. TREOR90 Bilgisayar Programı İle Kristal Yapı Araştırması	112
5.12. ITO13 Bilgisayar Programı İle Kristal Yapı Araştırması	116
5.13. DICVOL91 Bilgisayar Programı İle Kristal Yapı Araştırması	124
5.14. DICVOL06 Bilgisayar Programı İle Kristal Yapı Araştırması	126

6. BÖLÜM

SONUÇ VE TARTIŞMA.....	129
KAYNAKLAR	133
EK1: 19-1130'nolu PDF Kütüğü.....	135
EK2: 77-2082'nolu PDF Kütüğü.....	136
EK3: 37-451'nolu PDF Kütüğü.....	137

ÖZGEÇMİŞ.....	138
---------------	-----

TABLOLAR LİSTESİ

Tablo 2.1. Bravais Örgü Tablosu.....	5
Tablo 2.2. Bravais Örgüleri Eksen Ve Açılar.....	6
Tablo 3.1. Elektromanyetik Spektrum.....	15
Tablo 3.2. K_{β} Radyasyonunu Yok Etmek İçin Kullanılan Süzgeçler.....	23
Tablo 3.3. X –Işınlınının Madde İçerisinden Geçirilmesi Durumunda Oluşan Olaylar.....	32
Tablo 4.1. Treor90 Programı Giriş Verileri Seçenekleri.....	49
Tablo 5.1. Na_2CO_3 (Sodyum Karbonat) Numunesinin Toz Kırınım Desenesinin EVA Programından Elde Edilen Piklere Ait Bilgiler.....	59
Tablo 5.2. Kübik Sistem İçin Bazı ($h^2 + k^2 + l^2$) Değerleri Toplamı Tablosu.....	62
Tablo 5.3. Na_2CO_3 (Sodyum Karbonat) Numunesi İçin Kübik Test Tablosu.....	63
Tablo5.4. Kübik Test Tekrar Tablosu.....	65
Tablo 5.5. Tetragonal Oran Tablosu.....	75
Tablo 5.6. Ortorombik Fark Tablosu.....	92
Tablo 5.7. Ortorombik Farklar Hesse Grafiği.....	94
Tablo 5.8. Ortorombik Farklar Lipson Grafiği.....	95
Tablo 5.9. Frekans Tablosu.....	96
Tablo 5.10. Na_2CO_3 (Soyduun Karbonat) İçin Analitik Sonuç Tablosu.....	110
Tablo 5.11. TREOR90 Bilgisayar Programı Giriş Verileri.....	112
Tablo 5.12. TREOR90 Bilgisayar Programı Sonuç Verileri.....	114
Tablo 5.13. ITO13 Bilgisayar Programı Giriş Verileri.....	116
Tablo 5.14. ITO13 Bilgisayar Programı Sonuç Verileri.....	117
Tablo 5.15. ITO13 Programı Düzenlenmiş Giriş Verileri.....	120
Tablo 5.16. ITO13 Bilgisayar Programı Düzenlenmiş Sonuç Verileri.....	121
Tablo 5.17. DICVOL91 Bilgisayar Programı Giriş Verileri.....	124
Tablo 5.18. DICVOL91 Bilgisayar Programı Sonuç Verileri.....	125
Tablo 5.19. DICVOL06 Bilgisayar Programı Giriş Verileri.....	126
Tablo 5.20. DICVOL06 Bilgisayar Programı Sonuç Verileri.....	127
Tablo 6.1. Sonuçların Genel Karşılaştırılması.....	130
Tablo 6.2. İndislenemeyen Piklerin Analizi.....	130
Tablo 6.3. İndislenemeyen Piklerin Ayrıntısı.....	131

Tablo 6.4. PDF Dosyaları İle Analitik Sonuçların Karşılaştırılması.....	131
---	-----

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1. Bir Örgü Örneği.....	3
Şekil 2.2. Birim Hücrede Eksen ve Açılar.....	4
Şekil 2.3. Birim Hücrede Çeşitli Yüzeylerin Miller İndisleri.....	8
Şekil 2.4. Hekzagonal birim hücre.....	8
Şekil 2.5. a ve b'ye dik c^* ters örgü eksenini.....	9
Şekil 3.1. Frenleme X- Işınlının Oluşum Mekanizması.....	13
Şekil 3.2. Filamanlı X-ışınları Tüpü.....	14
Şekil 3.3. X –Işınları Sürekli Spektrumu.....	16
Şekil 3.4. X –Işınları Karakteristik Spektrumunun Oluşumu.....	18
Şekil 3.5. X –Işınları Karakteristik Spektrumu.....	19
Şekil 3.6. X –Işınları Karakteristik Spektrumunda Muhtemel Çizgilerinin Oluşumu.....	20
Şekil 3.7. X – Işınlının Soğurulması.....	21
Şekil 3.8. Dalga Boyu İle Kütle Soğurma Katsayısının Değişimi.....	22
Şekil 3.9. Bakır Radyasyonunun Bir Nikel Süzgeçten; a-) Süzgeçten Geçmeden Önce. b-) Süzgeçten Geçtikten Sonra.....	24
Şekil 3.10. X –Işınlının Bir Elektron Tarafından Saçılması.....	25
Şekil 3.11. Foton ve Elektronun Esnek Çarpışması, Compton Olayı.....	27
Şekil 3.12. Bir Atomun X –Işınlını Saçması.....	28
Şekil 3.13. Bakır Atomunun Atomik Saçma Faktörü.....	28
Şekil 3.14. Atom Konumlarının Difraksiyon Işınlının Fazları Farkına Etkisi.....	29
Şekil 3.15. Kristal Düzlemi Tarafından Rasgele Saçılan X-Işınları Demeti.....	32
Şekil 3.16. Kristal Düzlemi Tarafından Kırınıma Uğrayarak Saçılan X-Işınları Demeti.....	33
Şekil 3.17. Bragg Kanununun Şematik Açıklaması.....	33
Şekil 4.1. Agat Havan İçinde Toz Haline Getirilmiş Numune.....	36
Şekil 4.2. İçerisine Numune Konulan Saklama Kabı.....	36
Şekil 4.3. XRD Difraksiyon Cihazı (<i>Bruker Axs D8 Advance Model</i>).....	38
Şekil 4.4. Örnek Bir PDF Dosyası.....	40
Şekil 4.5. EVA Programı Ana Penceresi.....	41
Şekil 4.6. XRD de Elde Edilen Verinin EVA Programı İle Görünüşü.....	42

Şekil 4.7. Toolbox Penceresi.....	43
Şekil 4.8. Search/Match Penceresi.....	44
Şekil 4.9. Piklerin Yerlerini Gösteren EVA Penceresi.....	45
Şekil 5.1. Na ₂ CO ₃ (Sodyum Karbonat) Numunesinin Toz Kırınım Desen.....	58
Şekil 5.2. 1. Pikin Görüntüsü.....	60
Şekil 6.1. Na ₂ CO ₃ (Sodyum Karbonat) Bileşiğinin Toz Kırınım Desenin Analitik Yöntemle İndislenmiş Hali.....	132

1. BÖLÜM

GİRİŞ

Maddelerin kristal yapılarını incelemek amacıyla birçok yöntem geliştirilmiştir. Geçirmeli Elektron Mikroskobu Yöntemi (TEM) ve X-ışınları Toz Kırınım Yöntemi bunlardan bazılarıdır. Bu yöntemler kullanılarak maddenin kristal yapısı hakkında bilgi edinilebilmektedir. Bu yöntemlerden biri olan X-ışınları toz kırınım metodu ile bir maddenin bileşenlerinin yapıları tayin edilebilmektedir. X-ışınları toz kırınım metodunu kullanmak için, kullanılacak olan maddenin kesinlikle bir kristal yapıya sahip olması gerekir.

Agat havanda toz haline getirilmiş olan numune, Bruker Axs D8 Advance Model XRD diffraktometresi ve XRD'ye bağlı bir bilgisayar kullanılarak, kırınım deseninin bilgisayar ortamında elde edilmesi sağlanır. Elde edilen bu kırınım deseni ile numuneye ait birim hücre parametreleri ve diğer bilgilere ulaşılabilir.

Bu çalışmamızda, sodyum karbonat kristalinin birim hücre parametreleri (a , b , c , α , β , γ), X- ışınları toz kırınım yöntemi kullanılarak, kırınım deseninin indislenmesi sağlanacaktır. Sodyum karbonat numunesinin analitik yöntemle bulunan sonuçları, bilgisayar programları TREOR90, ITO13, DICVOL91 ve DICVOL06 programlarının sonuçları ile karşılaştırılarak doğruluğu ispatlanacaktır.

2. BÖLÜM

KRİSTALLER

2.1. Giriş

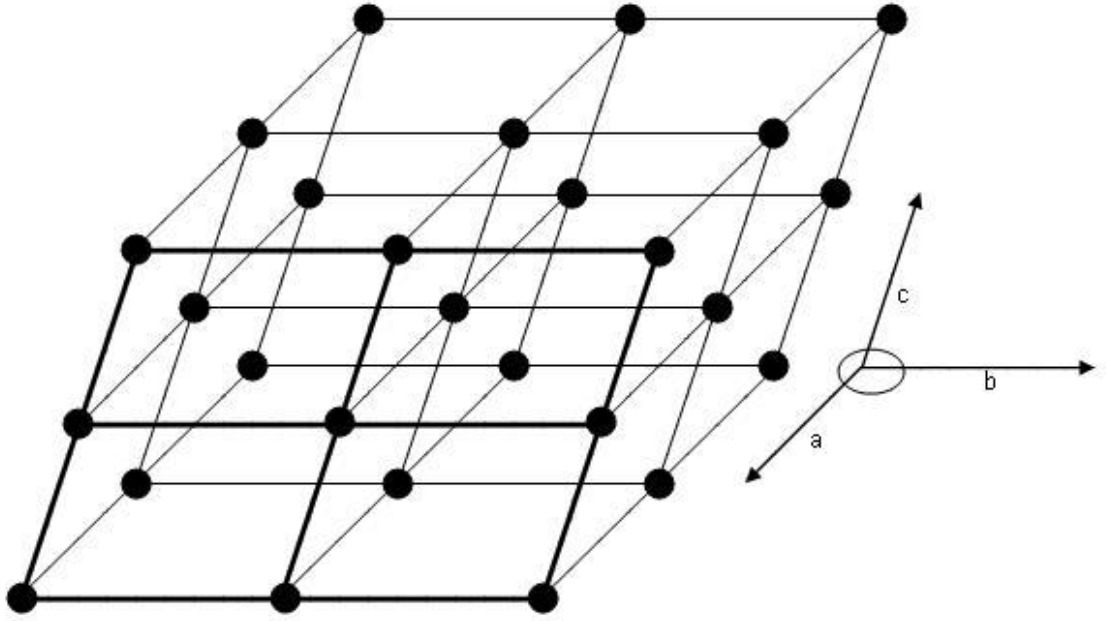
Tabiatta, katı haldeki bir elementin veya bileşiğin, molekül, atom veya iyon yığınlarının kesin bir geometrik yapı göstermesine kristal denir. Hemen hemen bütün katı maddelerde atomlar, tekrarlı bir sıra halinde dizilmiştir ve bundan dolayı kristaller meydana gelir.

Kristal maddeler, metaller, mücevher taşları ve tuzlardan toz taneciklerine kadar geniş bir dağılım gösterirler. Bununla beraber her birinin atomları sıralı bir şekilde dizilmiştir. Kristal yapının doğasında yani atomların kristal içerisindeki dizilişinde, her maddenin kendi özelliği olarak farklı dizilişler olduğu görülür. Bir kristal, yüzeyleri arasındaki açı ve örgü parametreleri (α , β , γ , a, b, c) ile tanınır ve başlıca yedi temel yapıya sahip olduğu gözlemlenir. Bunlar:

1. Kübik
2. Tetragonal
3. Ortorombik
4. Rombohedral
5. Hekzagonal
6. Monoklinik
7. Triklirik

2.2. Birim Hücre

Kristal yapı içerisinde, belirli düzende bir araya gelen atomlar, bu düzenlerini üç boyutlu uzayda periyodik olarak tekrarlarlar. Üç boyutlu uzayda kristal noktalarının oluşturduğu bu yapıya kristal örgü, bu kristal örgünün en küçük birimine de birim hücre adı verilir. Bir birim hücre nasıl bir düzene sahipse çevresindeki diğer birim hücrelerin de aynı yapıya sahip olması beklenir. Bu düzenin sürekli birbirini takip etmesi kristal örgüyü, nihayetinde de kristali oluşturur [1].



Şekil 2.1. Bir Örgü Örneği.

2.3. Birim Hücre Çeşitleri ve Bravais Örgüleri

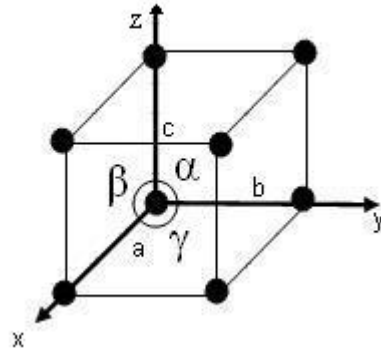
Yukarıdaki şekilde de ifade edildiği gibi atom ve atom grupları arasındaki uzaklıklar $\vec{a}$, $\vec{b}$, $\vec{c}$ vektörleri ile tanımlandığında üç boyutlu uzayda herhangi bir noktada,

$$\vec{R} = u \vec{a} + v \vec{b} + w \vec{c} \quad (2.1)$$

Yer vektörü ile belirlenir ve u, v, w birer tam sayıdır.

Şu konuya da dikkat etmemiz gerekmektedir. $\vec{a}$, $\vec{b}$, $\vec{c}$ vektörleri yalnız birim hücreyi değil bu vektörlerin ötelenmelerinin belirttiği bütün nokta örgüleri de tarif eder. Daha açık söylemek gerekirse, örgü içindeki bütün noktalar, orijin olarak alınan örgü noktalarından birindeki $\vec{a}$, $\vec{b}$, $\vec{c}$ vektörlerinin tekrarlanan ötelenmeleri ile elde edilebilir. Başka bir ifadeyle u, v, w birer tam sayı olmak üzere, kristal içinde herhangi bir noktayı tarif edebiliriz. Böylece kristal içindeki bir örgü noktasının, üç boyutlu uzayda tamamen periyodik olduğu ve bir doğru boyunca belirli aralıklarla birim örgünün kendini tekrarladığı görülür.

$\vec{a}$, $\vec{b}$, $\vec{c}$ vektörleri kristalin referans eksenlerini oluştururlar ve bu vektörler birbirlerine dik olabilecekleri gibi aralarında birbirinden farklı açılara da sahip olabilirler. Bu vektörlerin uzunlukları ve aralarındaki açılar belirli bir kristalin yapısını oluşturur ve o kristalin özelliklerini ortaya koyar. Bu durumda, vektörlerin uzunlukları ve aralarındaki açıların oluşturabileceği muhtemel olasılıklar düşünülürse, birbirinden farklı 14 değişik kristal örgünün olduğu görülür. Bu 14 değişik örgüye Bravais örgüleri denir. Bravais örgülerinin birim hücreleri Tablo 2.2’de gösterilmiştir [1].



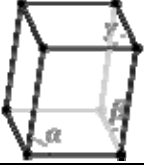
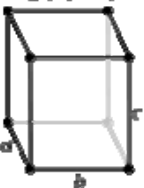
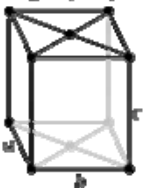
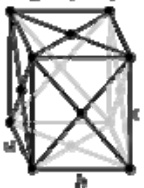
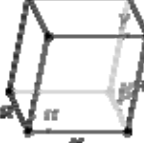
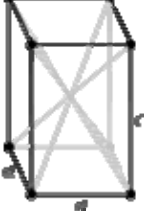
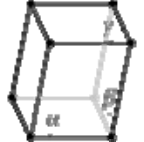
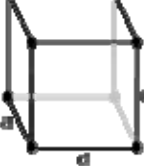
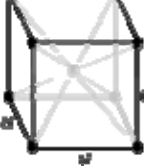
Şekil 2.2. Birim Hücrede Eksen Ve Açılar.

Tablo 2.1. Bravais Örgü Tablosu

Sistem	Bravais Eksen ve Açılar	Bravais Örgüsü	Örgü Sembolü
Kübik	$a_1 = a_2 = a_3$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Basit	P
		Cisim merkezli	I
		Yüzey merkezli	F
Tetragonal	$a_1 = a_2 \neq a_3$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Basit	P
		Cisim merkezli	I
Ortorombik	$a_1 \neq a_2 \neq a_3$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Basit	P
		Cisim merkezli	I
		Taban merkezli	C
		Yüzey merkezli	F
Monoklinik	$a_1 \neq a_2 \neq a_3$ $\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma \neq 90^\circ$	Basit	P
		Taban merkezli	C
Hekzagonal	$a_1 = a_2 \neq a_3$ $\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$	Basit	P
Rhombohedral	$a_1 = a_2 = a_3$ $\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$	Basit	P
Triklirik	$a_1 \neq a_2 \neq a_3$ $\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$	Basit	P

Bravais örgülerinin birim hücreleri Şekil 2.2. de gösterilmiştir. Bu hücrelerin biçim ve büyüklükleri a, b, c hücre eksen uzunlukları ve α , β , γ eksenler arasındaki açılara göre değişmektedir.

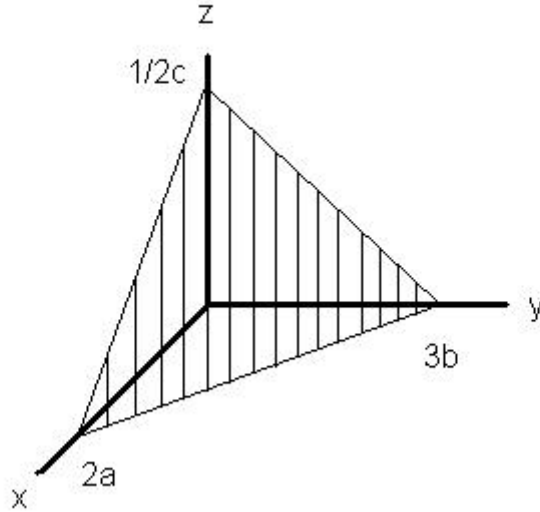
Tablo 2.2. Bravais Örgüleri Eksen Ve Açılar

Kristal Sistemi	Birim Örgüler			
Monoklinik	Basit $\alpha \neq 90^\circ$ $\beta, \gamma = 90^\circ$ 	Taban merkezli $\alpha \neq 90^\circ$ $\beta, \gamma = 90^\circ$ 		
Ortorombik	Basit $a \neq b \neq c$ 	Taban merkezli $a \neq b \neq c$ 	Cisim merkezli $a \neq b \neq c$ 	Yüzey merkezli $a \neq b \neq c$ 
Hekzagonal	$a \neq c$ 			
Rombohedral (trigonal)	$a, b, c \neq 90^\circ$ 			
Tetragonal	Basit $a \neq c$ 	Cisim merkezli $a \neq c$ 		
Triklinik	$a, b, c \neq 90^\circ$ 			
Kübik (isometric)	Basit 	Cisim merkezli 	Yüzey merkezli 	

2.4. Kristal Düzlemleri ve Miller İndisleri

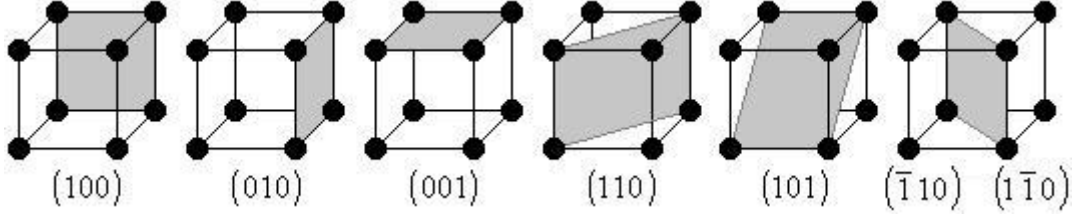
Kristallerde, doğrultu ve düzlemleri göstermek için bazı özel gösterimler kullanılır. Bir kristal içerisinde yüzeyleri veya düzlemleri belirlerken, herhangi bir başlangıç noktası vermeden bunları belirleyecek bir gösterim şekli kullanılabilir. Bu gösterim Miller tarafından bulunmuştur ve bu gösterim de kullanılan indislere Miller İndisleri denir. Bu metodun kullanılması ve tatbik edilmesi oldukça kolaydır. Herhangi bir kristal sistemde, $\vec{a}$, $\vec{b}$, $\vec{c}$ birim hücre vektörleri göz önüne alınır. Düzlemlerin üç kristal eksenini kesme noktaları belirlenerek bulunur. Bu noktalara ait uzaklığın birim hücrenin koordinatlarına oranı belirlenir. Elde edilen bu sayının tersi alınır. Bulunan sayılar en küçük tam sayı olacak şekilde ortak bir tam sayı ile çarpılır. Sonuçta bulunan sayılar bir parantez içinde toplanarak miller indisleri bulunur [1].

Örneğin: Birim hücre kenar uzunlukları a , b , c olan bir birim hücreyi $2a$, $3b$, $1/2c$ de kesen bir düzlemin miller indislerini bulmaya çalışalım. Sorudaki şekli çizicek olursak.



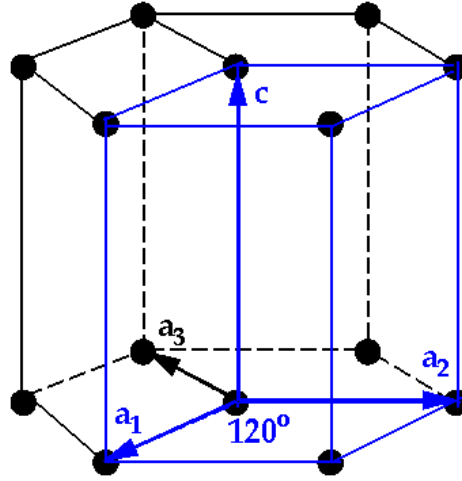
x	y	z	Açıklama
2a	3b	1/2c	Eksenleri kestiği noktalar yazılır.
2a/a	3b/b	1/2c/c	Birim hücrenin koordinatlarına oranı belirlenir.
1/2	1/3	2	Bu oranın tersi alınır.
$h=3$	$k=2$	$l=12$	En küçük tam sayı ile çarpılarak sonuçlar bulunur.

Sonuç olarak (3 2 12) düzleminin miller indisi bulunmuş olur. Birkaç örnek vermek gerekirse.



Şekil 2.3. Birim Hücrede Çeşitli Yüzeylerin Miller İndisleri.

Ancak hekzagonal kristal yapıda miller indisleri belirlenirken bazı karışıklıklar ortaya çıkmaktadır. Bu karışıklıklardan kurtulmak için farklı bir gösterim şekli kullanılır. Hekzagonal kristal yapı için a_1 , a_2 , c eksenleri ile düzlemleri belirlemek mümkün olmakta ancak miller indislerinin belirlenmesinde bazı sorunlar yaşanmaktadır. Bu yüzden hekzagonal kristal yapı için üç değil dört eksen kullanılır. a_1 , a_2 , a_3 , c eksenleri belirlenir. Bu eksenlere karşılık gelen indisler ($h k i l$) alınır ve $i = -(h+k)$ dir. Böylece hekzagonal yapı için miller indisleri bulunmuş olur [1].



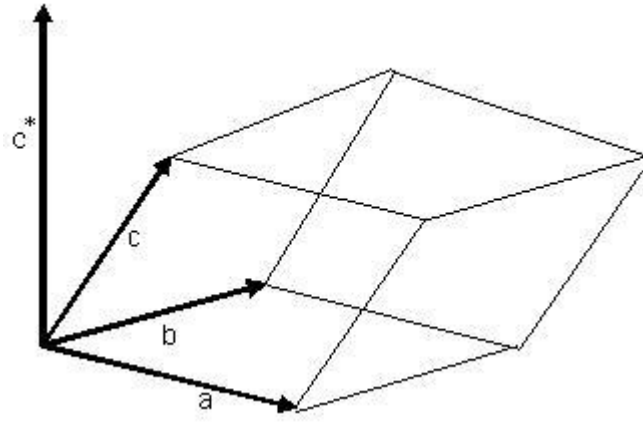
Şekil 2.4. Hekzagonal Birim Hücre.

2.5. Ters Örgü

Tabiatta her şey üç boyutlu olduğu gibi kristaller de üç boyutludur. Gözle görülebilen üç boyutlu bir nesnenin fotoğraflarını çektiğimizde, iki boyutlu bir kağıt üzerine bu nesnenin iz düşümünü almış oluruz. Kristallerde $\vec{a}$, $\vec{b}$, $\vec{c}$ vektörleri ile belirlenmiş bir

kristal örgüyü bütün geometrik özellikleri ile temsil edebilecek bir ters örgü kullanılır. Bu kristalin yapısını anlamamızda büyük kolaylık sağlar. Kısaca şunu söyleyebiliriz: Bragg kanununa göre kristal yüzeylerinden meydana gelen her bir yansıma, kristalin gerçek görüntüsü değil, kristale ait ters örgünün görüntüsüdür yani kristalin fotoğrafıdır.

$\vec{R} = u \vec{a} + v \vec{b} + w \vec{c}$ kristalde yer vektörüdür [1].



Şekil 2.5. a ve b'ye dik c^* ters örgü eksen.

Aynı yer vektörünü ters örgü uzayında tanımlayacak olursak, r^* yer vektörü;

$$\vec{R}^* = h \vec{a}^* + k \vec{b}^* + l \vec{c}^* \quad (2.2)$$

Şeklinde olacaktır. Burada h, k, l tam sayılardır. Ters örgünün a^* vektörünü normal kristal örgünün b ve c vektörlerine dik olarak alırsak, aynı şekilde b^* karşıt vektörünü a ve c normal vektörlerine, c^* karşıt vektörünü a ve b normal vektörlerine dik olarak aldığımızda;

$$a^* \cdot b = a^* \cdot c = b^* \cdot a = b^* \cdot c = c^* \cdot a = c^* \cdot b = 0 \quad (2.3)$$

şeklinde olmalıdır. Bu arada c^* vektörünün boyunu;

$$c^* \cdot c = 1 \quad (2.4)$$

işlemi ile bulabiliriz. Bu, $c^* \cdot c \cos \delta = 1$ olmalıdır. Kristalin her bir yüzeyi için normalin uzunluğu;

$$\sigma_{hkl} = \frac{1}{d_{hkl}} \quad (2.5)$$

ile ifade edilir. Bir kristal birim hücrenin hacmi b ve c kenarlarının oluşturduğu alan ile yüksekliğin çarpımına eşittir.

$$V = Alan \cdot d_{100} \quad (2.6)$$

dır, buradan şunu yazabiliriz,

$$\frac{1}{d_{100}} = \frac{Alan}{V} \quad (2.7)$$

olur. Vektör gösteriminde, yüzeyin normali n idi.

$$\sigma_{hkl} = \frac{1}{d_{hkl}} n \quad (2.8)$$

olur. Alan, kenar vektörü tarafından tanıtılır. Bu durumda (2.7)

$$\frac{1}{d_{100}} n = \frac{b \times c}{V} \quad (2.9)$$

şeklinde yazılabilir. (2.8) ile (2.9) denklemleri birleştirilecek olursak

$$\sigma_{100} = \frac{1}{d_{100}} n \quad (2.10)$$

$$\sigma_{100} = \frac{b \times c}{a.(b \times c)} \quad (2.11)$$

sonucu elde edilir. Benzer olarak σ_{010} ve σ_{001} için de yukarıdaki denklem düzenlenip yazıldığında;

$$a^* = \sigma_{100} = \frac{b \times c}{a.(b \times c)}$$

$$b^* = \sigma_{010} = \frac{c \times a}{a.(b \times c)} \quad (2.12)$$

$$c^* = \sigma_{001} = \frac{a \times b}{a.(b \times c)}$$

Ters örgü eksenlerini bulmuş oluruz. Bu durumda, kristal örgü eksenleri ile ters örgü eksenleri arasında daha önce de belirttiğimiz gibi, denklem (2.2)'i elde etmiş oluruz. Bu bağıntıyı kullanarak aşağıdaki sonuçların doğru olduğunu da söyleyebiliriz.

$$\begin{array}{lll} a^* . b = 0 & a^* . c = 0 & a^* . a = 1 \\ b^* . c = 0 & b^* . a = 0 & b^* . b = 1 \\ c^* . a = 0 & c^* . b = 0 & c^* . c = 1 \end{array} \quad (2.13)$$

Bu durumda $\vec{R}^* = h \vec{a}^* + k \vec{b}^* + l \vec{c}^*$ nin doğru olduğu sonucuna ulaşılır [2].

3. BÖLÜM

X-IŞINLARI

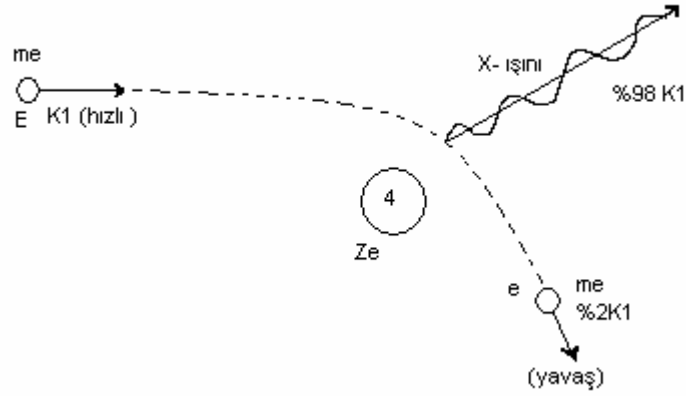
3.1. Giriş

X –ışınları, 1895 yılında Alman fizikçi Wilhelm Conrad Röntgen tarafından tesadüfi olarak bulunmuştur. O zaman için X –ışınlarının özellikleri bilinmediğinden X harfi ile isimlendirilmiştir. Normal ışıktan farklı olarak, bu ışınlar görünmez olup doğru çizgiler boyunca yayılıyorlar ve fotoğraf plaklarını normal ışığın etkilediği şekilde etkiliyorlardı. X –ışınları elektrik ve manyetik alanlardan da etkilenmiyordu. Bununla birlikte normal ışıktan daha fazla nüfuz edici olduğundan insan vücudu, tahta, kalın metal parçaları ve diğer saydam olmayan bazı cisimlerin içinden kolaylıkla geçebiliyorlardı.

1912 yılında kristallerin X –ışınları difraksiyonu keşfedilince, X –ışınlarının dalga karakteristiğinde olduğu ve maddenin yapısını incelemeye kullanılabilecek bir metot olduğu ispatlandı [3].

3.2. X –ışınlarının Elde Edilmesi

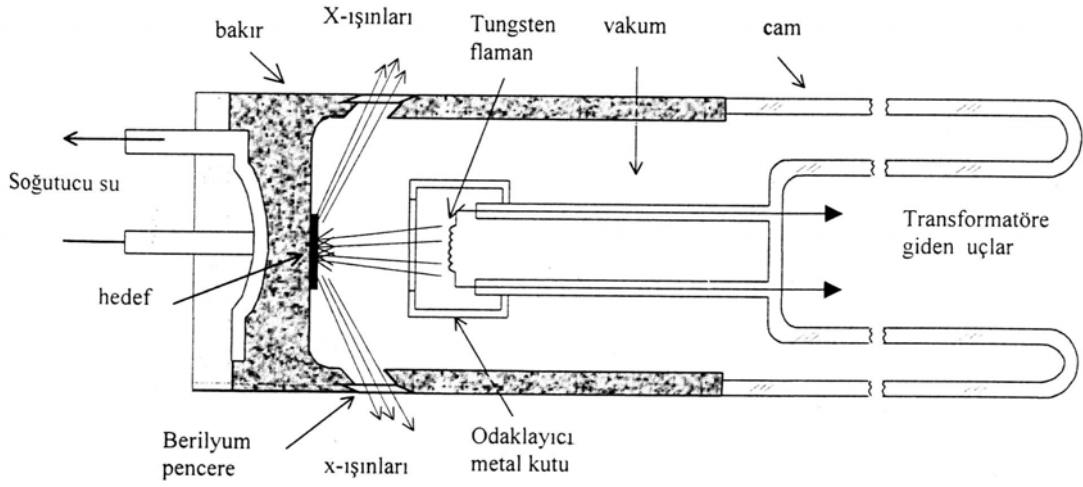
X –ışınları, kısa dalga boylu elektromanyetik ışınlardır. Boşluk (vakum) içerisinde metal hedeflerin hızlı elektronlar tarafından dövülmesi yoluyla elde edilirler. X –ışınları, hızlı elektronların metal hedeflerle etkileşimi sırasında, elektronların metal atomları tarafından yavaşlatılması ve kor elektronlarının uyarılması ile ortaya çıkar. Bu yüzden, X –ışınlarının iki türlü spektrumu vardır. Elektronların yavaşlatılması yoluyla ortaya çıkan spektruma sürekli spektrum, kor elektronlarının uyarılması ile oluşan spektruma da karakteristik spektrum denir. Karakteristik spektrum ayrıca hedef metalin kimliğini ortaya koyacak şekilde, keskin piklere sahiptir [1].



Şekil 3.1. Frenleme X- Işınlının Oluşum Mekanizması.

X –ışınlarını en basit haliyle elde etmek için, X –ışını tüpü, elektron kaynağı, elektronu hızlandırmak için yüksek gerilim voltajı ve bir metal hedef olmalıdır. Elektron kaynağı olarak iki yöntem kullanılabilir. Bunlar filamanlı tüp yöntemi ve gazlı tüp yöntemidir. İlk X –ışınları gazlı tüp yöntemi kullanılarak elde ediliyordu. Gazlı tüp yönteminde az miktarda gazın iyonlaşmasından elde ediliyordu.

Filamanlı tüp yönteminde ise, havası boşaltılmış bir ucunda anot diğer ucunda katottan izole eden tüplerdir. Katot bir filamandır ve anot genelde bakır olan bir metaldir. Filaman yaklaşık 3 amperlik filaman akımı ile ısıtılarak, filaman etrafında bir elektron bulutunun oluşması sağlanır. Filamanın etrafında, filamanla aynı yüksek voltajda tutulan bir metal kutu vardır. Bu kutu elektronları anoda doğru iter ve elektronları bir noktada toplamaya yarar. Burada bahsedilen hızlandırıcı gerilim 30 keV ile 50 keV arasında değişen yüksek gerilimdir. Elektronlar katot olarak kullanılan elektron kaynağından yüksek gerilim altında hızlanarak çıkarlar ve anot olarak kullanılan metale çarparlar. X –ışınları tüpünün hava sızdırmayacak şekilde sağlam ama X –ışınları içinse saydam olması gerekmektedir. Bu pencereler genelde berilyum, alüminyum veya mikadan yapılır [3].



Şekil 3.2. Filamanlı X-ışınları Tüpü.

3.3. X –Işınlarının Özellikleri

Dalga boyları $0,05\text{\AA}$ ile $100\text{\AA}$ aralığında değişen elektromanyetik ışınlardır. Bu durumda X –ışınları elektromanyetik spektrumda, mor ötesi ışınları ile γ ışınları arasında yer alır.

Elektronların yavaşlama süresi çok küçüktür. Bu yüzden X –ışınlarının frekansı çok büyüktür. Bu da enerjilerinin çok yüksek olmasına sebep olur ($E = h\nu$).

X –ışınları yaklaşık olarak 30 keV ile 50 keV gerilim farkı uygulanarak oluşturulurlar.

Yayılma hızı ışık hızıdır. Saydam olmayan maddelerden geçebilirler. Kurşun levhalarca tutulabilirler.

X -ışınları dalga ve parçacık özelliği gösteren elektromanyetik ışınlardır.

Tablo 3.1. Elektromanyetik Spektrum

Frekans ν (Hz)		Dalga boyu λ (m)
10^{23}	KOZMİK IŞINLAR	10^{-15}
10^{22}		10^{-14}
10^{21}	γ IŞINLARI	10^{-13}
10^{20}		10^{-12}
10^{19}	X IŞINLARI	10^{-11}
10^{18}		10^{-10}
10^{17}	MOR ÖTESİ	10^{-9}
10^{16}		10^{-8}
10^{15}	GÖRÜNÜR BÖLGE	10^{-7}
10^{14}		10^{-6}
10^{13}	KIRMIZI ÖTESİ	10^{-5}
10^{11}		10^{-4}
10^{10}	MİKRO DALGALARI	10^{-3}
10^9		10^{-2}
10^8	KISA DALGALAR	10^{-1}
10^7		1
10^6	ORTA DALGA	10
10^5		10^2
10^4	UZUN DALGA	10^3
10^3		10^4

3.4. X –Işınlarnn Uygulama Alanları

X –ışınları, yukarıda saydığımız özelliklerinden faydalanılarak birçok alanda kullanılmaya başlanmıştır. Özellikle tıpta, endüstride, astronomide vb. alanlarda kullanılmaktadır.

Tıpta X –ışınları genelde ortopedik durumların incelenmesinde ilk başvuru kaynağıdır. X –ışınlarının nüfuz etme özelliği kullanılarak vücuttaki kırık kemiklerin tespitinde kullanılır. Bunun yanında, bazı hastalıkların teşhisini ve organizma içindeki berelerin araştırılmasını geniş ölçüde kolaylaştırır. Bununla birlikte, X - ışınlarının, bir hastaya çok sık uygulanmaması gerekir, çünkü çok şiddetli dozda veya çok sık kullanıldığı takdirde bu ışınlar hasta için tehlikeli olabilir.

Endüstride X –ışınları, maddelerin yapımı sırasında oluşan hataların tespitinde kullanılır. Astronomide galaksilerin yerini ve hareketlerini belirlemede X –ışınlarından faydalanılır [4].

Ayrıca X –ışınları, toz kırınım çalışmalarında birinci kaynak olarak kullanılır.

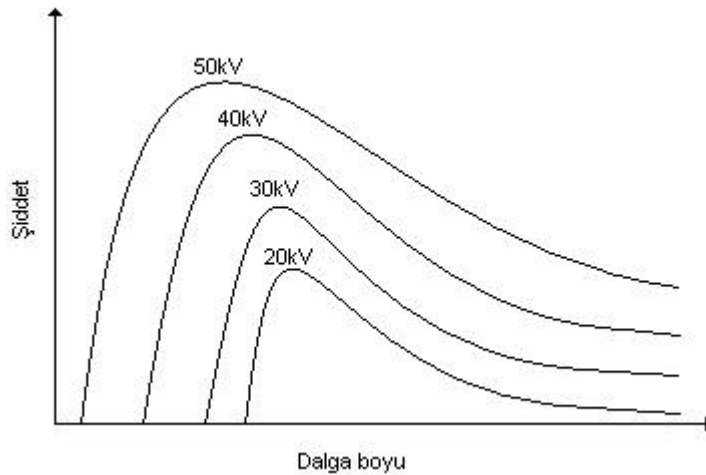
3.5. X –ışınları Sürekli Spektrumu

Daha önceden de bahsettiğimiz gibi X –ışınlarının sürekli spektrumu, hızlı elektronların metal hedeflerle etkileşmesi sırasında, elektronların metal atomları tarafından yavaşlatılması esnasında ortaya çıkıyordu. Metal hedefe çok yüksek hızla çarpan elektron çok kısa bir sürede yavaşlar ve X –ışınlarının her doğrultuda yayılması sağlanmış olur. e elektronun yükü, V elektrotlar arasındaki potansiyel farkı, m elektronun kütlesi, v çarpışmadan önceki elektronun hızı olmak üzere;

$$E_k = eV = \frac{1}{2}mv^2 \quad (3.1)$$

şeklinde metal hedefe çarpan elektronun kinetik enerjisi yazabiliriz.

Hedeften gelen ışınlar analiz edildiğinde, ışınların farklı dalga boylarından meydana geldiği görülür. Şiddetin, dalga boyu ile değişiminin uygulanan tüp voltajı ile değiştiği görülür.



Şekil 3.3. X –ışınları Sürekli Spektrumu.

Şekil 3.3. incelendiğinde, şiddet belirli bir dalga boyuna çıkılincaya kadar sıfırdır. Sonra hızlı bir şekilde artar ve ardından daha uzun dalga boylarına doğru şiddetin azaldığı görülür. Tüp voltajının artırılmasıyla bütün dalga boylarının şiddetlerinin arttığı ve kısa dalga boyu sınırının kaydığı görülür. Bu ışınım, içerisinde birçok dalga boyunda ışınım içerdiğinden heterokromatiktir, yani beyaz ışık gibi birçok dalga boyundan meydana geldiği için buna beyaz radyasyon da diyebiliriz.

Hızlandırılan elektronlar hedef metale çarptığında hemen yavaşlarlar ve bütün enerjilerini kaybederler. Bazısı ise hedef atomları tarafından, değişik yönlerde saçılarak, enerjilerini yavaş yavaş kaybederler. İlk çarpışmada durdurulan elektronlar maksimum enerjili fotonların yani minimum dalga boylu X –ışınlarının oluşmasını sağlarlar. Böyle elektronlar bütün enerjilerini foton enerjisine dönüştürürler [3]. Yayınlanan fotonun frekansı ν ise enerjisini Planck bağıntısını kullanarak $h\nu$ şeklinde yazabiliriz. Bu durumda hedefe çarpan elektrondan yayınlanan ışınımın enerjisi;

$$eV = h\nu_{\max} \quad (3.2)$$

olur. Frekans ile dalga boyu arasındaki ilişki yazılacak olursa;

$$\nu_{\max} = \frac{c}{\lambda_{\min}} \quad (3.3)$$

Bu durumda yayınlanan X –ışınının dalga boyunu;

$$\lambda_{\min} = \frac{hc}{eV} = \frac{6,6255 \times 10^{-27} \times 2,998 \times 10^{10}}{V \times 1,602 \times 10^{-20}} = \frac{12,399}{V} \quad (3.4)$$

şeklinde kısaca yazabiliriz.

Yayınlanan ışınların toplam enerjisi, hedefteki maddenin Z atom numarasına ve saniyede hedefe çarpan elektronların sayısının bir ölçüsü olan i tüp akımına bağlıdır. Toplam X –ışınları şiddeti;

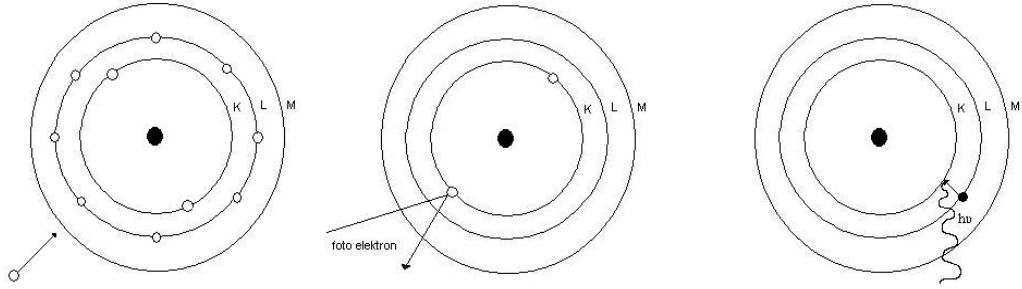
$$I_{\text{sürekli spektrum}} = A.i.Z.V^m \quad (3.5)$$

ile verilir. Burada A bir orantı sabiti, m değeri yaklaşık 2 olan bir sabittir. O halde yüksek miktarda beyaz radyasyon üretmek istediğimizde, ağır bir metale (atom numarası yüksek) ve yüksek bir potansiyel farkına ihtiyacımız var demektir [3].

3.6. X –Işınları Karakteristik Spektrumu

X –ışınları tüpünde voltajın yükseltilmesiyle belirli dalga boylarında keskin piklere rastlanır. Bu pikler çok dar olmakla birlikte hedef metalin karakteristiğini belirten karakteristik ışınlardır. Bu pikler hedef atomdaki uyarılmış K, L, M kabuklarından elektron sökülmesi esnasında, üst kabuklardan alt kabuklara elektron geçişi esnasında meydana gelirler ve meydana gelen bu ışımların hepsi birden karakteristik spektrumu oluşturur.

X –ışınlarının difraksiyonunda genellikle K kabuklarına olan geçişler göz önüne alınır. Çünkü diğer geçişler sırasında daha uzun dalga boylu ışınlarda meydana gelir ve bu da ışınlamanın kolayca absorbe olmasını sağlar. K geçişlerinde ise değişik piklerin olduğu gözlenir. Fakat X –ışınları difraksiyonu çalışmalarında en kuvvetli üç pik göz önüne alınır. Bunlar $K\alpha_1$, $K\alpha_2$, $K\beta_1$ dir [3].

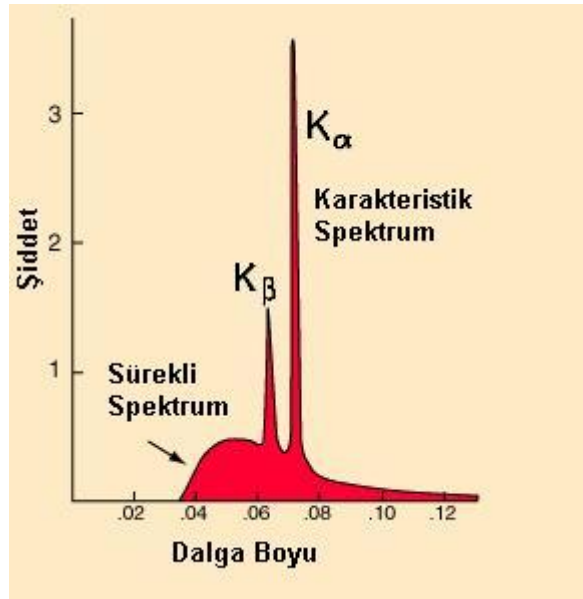


Şekil 3.4. X –Işınları Karakteristik Spektrumunun Oluşumu

Bu α_1 ve α_2 bileşenleri birbirine o kadar yakın dalga boylarına sahiptir ki her zaman ayrı çizgiler olarak ayrılmazlar. Ayrılırlarsa $K\alpha$ dubleti, ayrılmazlarsa sadece $K\alpha$ çizgisi denir. Benzer şekilde $K\beta_1$ pikinin indisi genellikle yazılmaz ve sadece $K\beta$ olarak yazılır. $K\alpha_1$, $K\alpha_2$, $K\beta$ incelendiğinde $K\alpha_1$ daima $K\alpha_2$ pikinin yaklaşık iki katı kadar

şiddete sahiptir. Diğer yandan $K\alpha_1$ ile $K\beta$ arasındaki şiddet oranı atomik numarayla ilişkili olmasına rağmen ortalama 5 katı kadardır [3].

Karakteristik piklerin şiddeti, uygulanan potansiyel farkının artırılmasıyla birlikte sürekli spektruma göre artar ama dalga boyunda herhangi bir değişime neden olmaz. Potansiyel farkının artırılması sadece, sürekli spektrumun kısa dalga boylarına doğru kaymasına sebep olur.

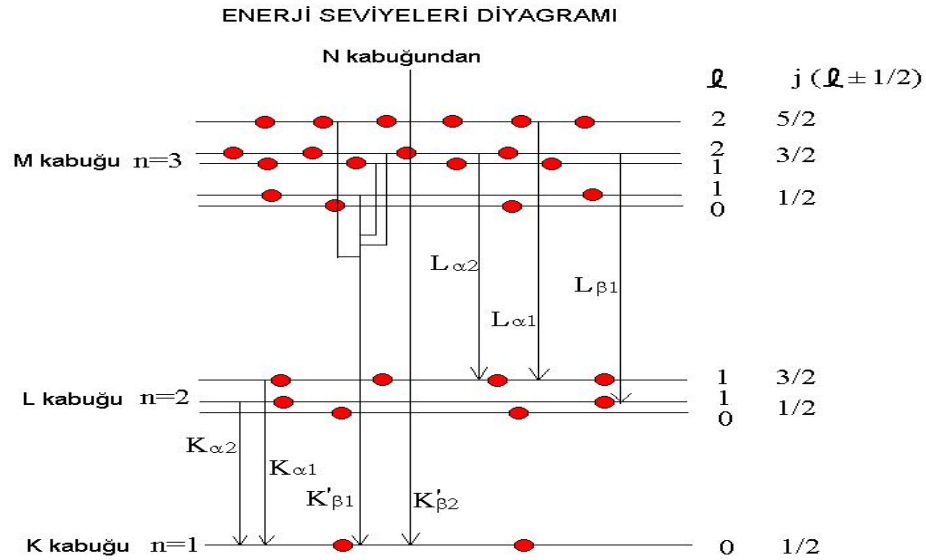


Şekil 3.5. X –Işınları Karakteristik Spektrumu.

Bir karakteristik pikin şiddeti çok büyük olabilir. Ama karakteristik piklerin bir başka özelliği de çok dar olmalarıdır. X –ışınlarının bu özelliği yani karakteristik piklerin çok dar olması, difraksiyon çalışmalarını mümkün kılmaktadır. Böylelikle X –ışınları kırınım difraksiyon çalışmalarında hemen hemen monokromatik bir dalga boyu kullanılmış olur [3].

Hedefin, yeterli derecede kinetik enerjiye sahip elektronlar tarafından bombardıman edilmesiyle K kabuğundan bir elektron yerinden sökülebilir ve atom uyarılmış duruma geçer. Daha dıştaki elektronların K kabuğundaki boşluğu doldurmasıyla da enerji açığa çıkar. Böylece atom normal enerji seviyesine döner. Açığa çıkan enerji belirli bir dalga boyunda ışınım yayılmasına sebep olur ve bu karakteristik K ışımasıdır [3]. K kabuğundaki boşluğu L elektronunun doldurması M elektronunun doldurmasına göre

daha kuvvetli bir ihtimaldir. Bunun sonucu olarak ta K_{α} pikleri K_{β} piklerine nazaran daha şiddetlidir. Ayrıca şu sonuca da varabiliriz, K çizgisini uyarmak için öncelikle diğer çizgileri uyarmak gerekir. L karakteristik pikleri de aynı mantığa göre meydana gelir. L çizgisinden sökülün bir elektronun yerini daha dıştaki bir elektronun doldurması sırasında meydana gelir [3]. Aşağıda X –ışınları karakteristik spektrumlarının nasıl oluştuğu ve hangi seviyelerden elektron geçişlerinin olabileceği ile ilgili bir diyagram bulunmaktadır. Burada yörüngeler arası geçişler $\Delta l = \pm 1$, ve $\Delta j = 0, \pm 1$ kurallarına göre gerçekleşir.



Şekil 3.6. X –ışınları Karakteristik Spektrumunda Muhtemel Çizgilerinin Oluşumu.

X –ışınları karakteristik spektrum çizgileri Bragg tarafından keşfedilmiş Moseley tarafından da sistematik hale getirilmiştir. Moseley’e göre, herhangi bir çizginin dalga boyu, ışıma yapan atomun atom numarası arttıkça azalır. Buna göre çizgi frekansı ν nün karekökü ile atom numarası Z arasında lineer bir ilişki vardır.

$$\sqrt{\nu} = C(Z - \sigma) \quad (3.6)$$

burada ν ışımının frekansı, Z atom numarası, C ve σ birer sabittir [3].

3.7. X –Işınlarının Soğurulması

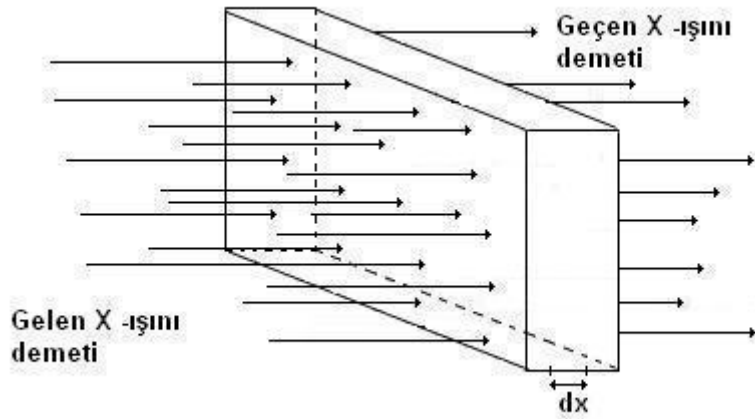
X –ışınları herhangi bir madde ile karşılaşınca, bir kısmının geçtiği bir kısmının ise madde tarafından soğurulduğu görülür. Deneyler X –ışını demetinin homojen bir maddeden geçerken I şiddetinin azaldığını ve azalmanın x mesafesi ile oranlı olduğunu göstermiştir. Bunu diferansiyel şekilde izah edersek;

$$-\frac{dI}{I} = \mu dx \quad (3.7)$$

burada μ lineer soğurulma katsayısıdır ve kullanılan cismin yoğunluğuna ve X –ışınlarının dalga boyuna bağlıdır. Denklemi düzenlersek;

$$I_x = I_0 e^{-\mu x} \quad (3.8)$$

olur. Burada I_0 gelen X –ışının şiddeti I_x demetinin x kadar bir mesafe kalınlıktan sonraki şiddetidir.



Şekil 3.7. X – Işınlarının Soğurulması.

Lineer soğurulma katsayısı μ , cismin yoğunluğu ρ ile orantılıdır. μ/ρ oranı ise cismin fiziksel haline bağlıdır. Buna da kütle soğurulma katsayısı denir. Bu halde yukarıdaki denklemi tek atom içeren cisimler için;

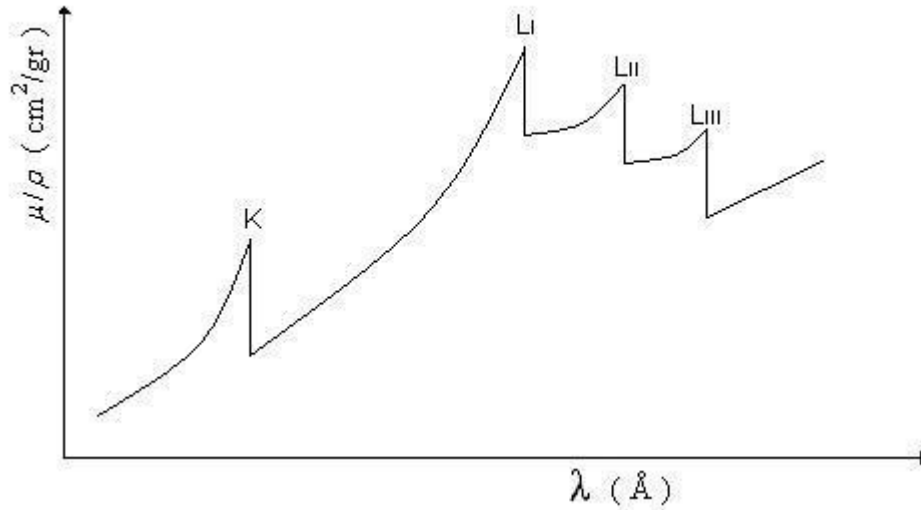
$$I_x = I_0 e^{-(\mu/\sigma)\rho x} \quad (3.9)$$

Şeklinde yazabiliriz. Birden fazla atom içeren cisimler için ise;

$$\frac{\mu}{\rho} = w_1(\mu/\rho)_1 + w_2(\mu/\rho)_2 + \dots \quad (3.10)$$

İfadesini denklem (3.9) da yerine yazarak şiddetin x bileşenini bulabiliriz.

Maddeler X –ışınlarını iki şekilde soğururlar. Saçarak ve gerçekten soğurularak olur. Bu iki işlem birlikte toplam μ/ρ ‘yü verir. X –ışınlarının atomlar tarafından saçılması ışığın havadaki toz zerrecikleri tarafından saçılmasına benzer. Saçılan demet geçen demet içinde olmadığından madde tarafından soğurulmuş kabul edilir. Oysa gerçek soğurulma, madde içindeki geçişler sebebi ile olur. Karakteristik radyasyonun meydana geldiği gibi yeterli enerjiye sahip bir X –ışını kuantumu da böyle bir ışımaya sebep olabilir. Maddeden fırlatılan bu elektrona fotoelektron, meydana gelen ışımaya da flüoresan ışması denir. Bu radyasyon her doğrultuda yayılır ve karakteristik radyasyonla aynı dalga boyuna sahiptir [3].



Şekil 3.8. Dalga Boyu İle Kütle Soğurma Katsayısının Değişimi.

3.8. Süzgeçler

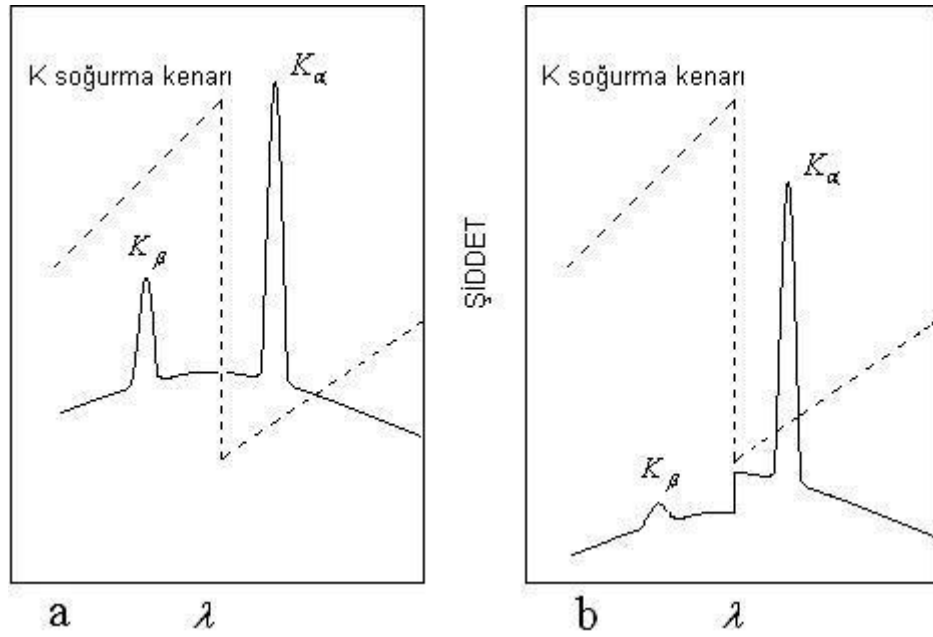
Şekil 3.5. X –ışınları karakteristik spektrumu incelendiği zaman, birçok dalga boyundaki ışıklardan meydana geldiği görülür. Bu kadar çok X –ışını arasında difraksiyon deneylerinin gerçekleştirilebilmesi için kullanılacak ışının monokromatik olması istenir. X –ışınları tüpü, K_α pikinin yanı sıra K_β pikini de içerir ve bu

ışınlardan daha çok kuvvetli olanı difraksiyon çalışmalarında kullanılmak istenir. K_α yı K_β dan ayırmak için atom numarası hedef metalin atom numarasından 1 veya 2 kadar daha az olan bir madde kullanılarak, K soğurulma kenarı metalin K_α ve K_β dalga boyları arasında olan bir süzgeçten faydalanılır. Bu hedef metal bakır (Cu) olduğunda süzgeç olarak genelde nikel (Ni) kullanılır.

Kullanılan süzgeç ne kadar kalın olursa süzülen K_β ışını o kadar çok olur. Ama K_β nın tamamen süzülmesi yani yok edilmesi mümkün değildir. Süzgecin kalınlığı için genelde X –ışınının süzgeçten geçtikten sonra K_α nın şiddetini yarıya düşüren bir süzgeç kullanılır. Böyle bir süzgeç K_β nın şiddetini 1/500 oranına kadar düşürülebilir. Bu da X –ışınları difraksiyon çalışmalarında yeteri kadar düşüktür. Süzgeç levhaları genellikle ince levhalar halinde kullanılır [3].

Tablo 3.2. K_β Radyasyonunu Yok Etmek İçin Kullanılan Süzgeçler

Hedef	Süzgeç	Gelen Demet $\frac{I(K_\alpha)}{I(K_\beta)}$	Geçirilen demette $\frac{I(K_\alpha)}{I(K_\beta)} = \frac{500}{1}$ için süzgeç kalınlığı		$\frac{I(K_\alpha) \text{ Geçirilen}}{I(K_\alpha) \text{ Gelen}}$
			Mg/cm ²	in.	
Mo	Zr	5,4	70	0,0043	0,30
Cu	Ni	7,5	18	0,0008	0,42
Co	Fe	9,4	13	0,0006	0,47
Fe	Mn	9,0	12	0,0006	0,47
Cr	V	8,5	9	0,0006	0,48



Şekil 3.9. Bakır Radyasyonunun Bir Nikel Süzgeçten;

a-) Süzgeçten Geçmeden Önce.

b-) Süzgeçten Geçtikten Sonra.

3.9. X –Işınlarnının Bir Elektron Tarafından Saçılması

Bir X –ışını demeti, şiddeti demet içindeki herhangi bir noktada zamanla sinüzoidal olarak değişen bir elektrik alan ile belirtilmiş olan, elektromanyetik bir dalgadır. X –ışınları, elektron gibi yüklü bir parçacığa, sahip olduğu elektrik alandan dolayı salınım hareketi yaptırır. X –ışınlarından dolayı salınım hareketine başlayan elektron, hızlanıp yavaşlayan ivmeli bir hareket yapacağından, elektromanyetik dalga ışıması yapar. Bu ışımadan dolayı elektronun, X –ışınlarını saçtığı gibi düşünceye sahip olmamıza neden olur. Böylece saçılan demet ile gelen demet, aynı dalga boyuna ve frekansa sahiptirler. Bu elektrik alan;

$$E = A \sin 2\pi \left(\frac{x}{\lambda} - vt \right)$$

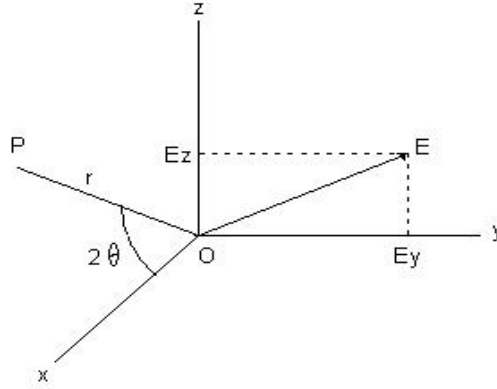
$$E = A \sin(kx - \omega t) \quad (3.11)$$

şeklindedir. Burada A genlik $\lambda = c/v$ dalga boyu, $k = 2\pi/\lambda$ dalga sayısıdır.

J.J. Thomson'un bulduğu bir bağıntı, bir elektronun X –ışınlarını bütün doğrultularda saçmasının, saçılan demetin saçılma açısı ile bağlantılı olduğunu göstermiştir. Yükü e ve kütlesi m olan bir tek elektronun saçtığı demetin r uzaklıktaki I şiddeti;

$$I = I_0 \frac{e^4}{r^2 m^2 c^4} \sin^2 \alpha \quad (3.12)$$

bağıntısı ile verilir. Burada I_0 gelen dalganın şiddeti, c ışık hızı, α saçılma doğrultusu ile elektronun ivme doğrultusu arasındaki açıdır.



Şekil 3.10. X –Işınlarının Bir Elektron Tarafından Saçılması.

Gelen demetin O_x doğrultusunda yayıldığını ve O noktasında bir elektron ile çarpıştığını düşünelim. Bu durumda xz düzleminde bulunan, gelen ışın ile OP arasında 2θ saçılma açısı yaptığında P noktasındaki saçılma şiddetini bulmaya çalışalım. Gelen X –ışınlarının yz düzleminde rastgele bir E elektrik alan vektörüne sahip olduğunu düşünelim. E_y ve E_z elektrik alanın bileşenleri olmak üzere;

$$E^2 = E_y^2 + E_z^2 \quad (3.13)$$

toplam elektrik alanını verir. E_y ve E_z 'nin ortalama olarak birbirlerine eşit olduğunu düşünürsek;

$$E_y^2 = E_z^2 = \frac{1}{2} E^2 \quad (3.14)$$

olur. E dalganın genliğidir ve bir dalganın şiddeti genliğinin karesi ile orantılı olduğundan;

$$I_{0y} = I_{0z} = \frac{1}{2} I_0 \quad (3.15)$$

şeklinde yazılabilir.

Gelen demetin y bileşeni elektrona Oy doğrultusunda ivme kazandırır. Bu sebeple P noktasındaki şiddeti (3.12) kullanarak;

$$I_{Py} = I_{0y} \frac{e^4}{r^2 m^2 c^4} \quad (3.16)$$

şeklinde saçılmış bir demetin şiddeti olarak yazabiliriz. Benzer şekilde z eksenindeki bileşeni;

$$I_{Pz} = I_{0z} \frac{e^4}{r^2 m^2 c^4} \cos^2 2\theta \quad (3.16)$$

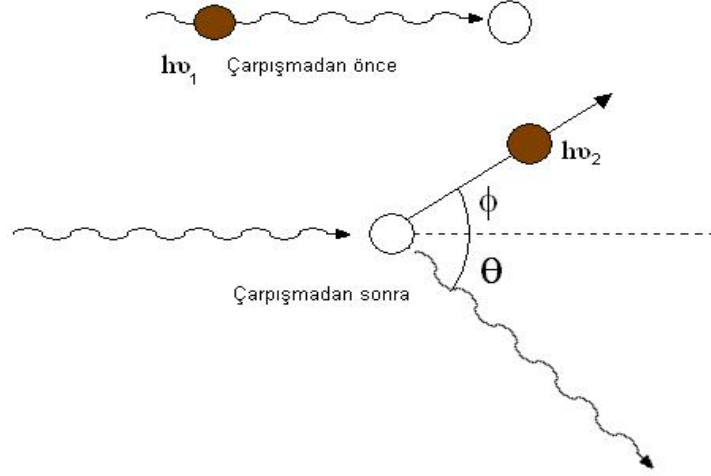
olarak yazabiliriz. P deki toplam şiddeti de;

$$\begin{aligned} I_P &= I_{Py} + I_{Pz} \\ I_P &= \frac{e^4}{r^2 m^2 c^4} (I_{0y} + I_{0z} \cos^2 2\theta) \\ I_P &= \frac{e^4}{r^2 m^2 c^4} \left(\frac{I_0}{2} + \frac{I_0}{2} \cos^2 2\theta \right) \\ I_P &= I_0 \frac{e^4}{r^2 m^2 c^4} \left(\frac{1 + \cos^2 2\theta}{2} \right) \end{aligned} \quad (3.17)$$

şeklinde bulabiliriz.

Bu bir elektronun X –ışınlarını saçma denklemidir. Denklem incelendiğinde şiddetin, elektrona olan uzaklıkla ters orantılı olduğu görülür. $1/2(1 + \cos^2 2\theta)$ ifadesine polarizasyon faktörü denir [3].

X –ışınlarının bir elektron tarafından saçılmasına farklı bir bakış açısı da Compton tarafından açıklanmıştır. Compton’a göre bu olay, X –ışınlarının gevşek bağlı veya serbest elektronlara çarpmasıyla meydana gelir [5].



Şekil 3.11. Foton ve Elektronun Esnek Çarpışması, Compton Olayı.

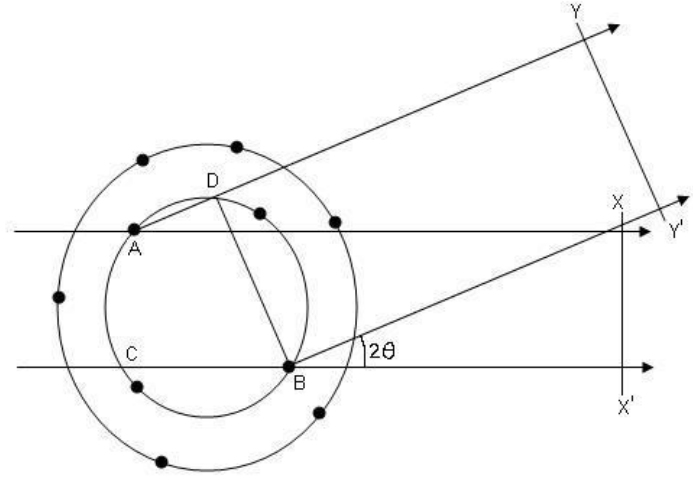
3.10. X –Işınlarnının Bir Atom Tarafından Saçılması

X –ışınları demeti bir atom üzerine düşürüldüğü zaman, atomun elektronları ışının etkisi ile salınım hareketi yapar. Atomun çekirdeği de bir yüke sahip olduğundan, çekirdeğin de bir salınım hareketi yapması beklenir. Ama çekirdeğin kütlesi elektronun kütlesine göre çok ağır olduğundan önemli bir titreşim hareketi yapması beklenmez. Bu sebepten dolayı Thomson denklemi, (denklem 3.12) sadece elektronlardan gelen katkıyı içerir. Yani elektronun kütlesinin karesi ile ters orantılı olduğu görülür. Sonuç olarak bir atomda meydana gelen saçılmalar elektronlar tarafından oluşturulur.

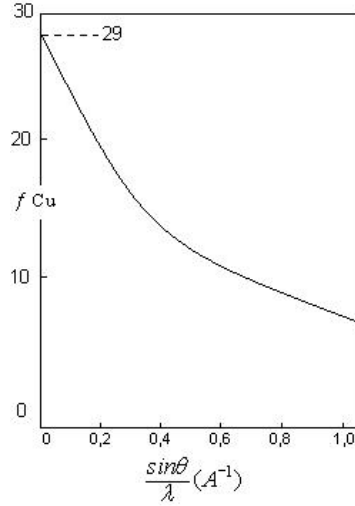
Peki, Z atoma sahip bir atomda saçılan dalgaların toplamı bir elektronun saçtığı dalganın Z katı mıdır? Eğer saçılma ileri doğrultuda yani, $2\theta = 0$ ise doğrudur. Çünkü saçılan bütün dalgalar aynı fazda olurlar. Böylece dalgaların toplamı toplam dalgayı verir. Ama diğer durumlarda yani $2\theta \neq 0$ da aynı şeyi söyleyemeyiz. Çünkü dalgalar arasında faz farkının oluşabileceği ve bu faz farkından dolayı da dalgaların birbirini söndüreceği düşünülebilir. Atomik saçılma faktörü f , atomun saçılma genliğinin bir tek atomun saçılma genliğine oranıdır.

$$f = \frac{\text{bir atomun saçılma genliği}}{\text{Bir tek elektronun saçılma genliği}} \quad (3.18)$$

Daha önce de söylendiği gibi, $2\theta = 0$ ise $f=Z$ olur. Ama $2\theta \neq 0$ ise $f<Z$ olur [3].



Şekil 3.12. Bir Atomun X –Işınlarını Saçması.



Şekil 3.13. Bakır Atomunun Atomik Saçma Faktörü.

3.11. X –Işınlarının Birim Hücre Tarafından Saçılması

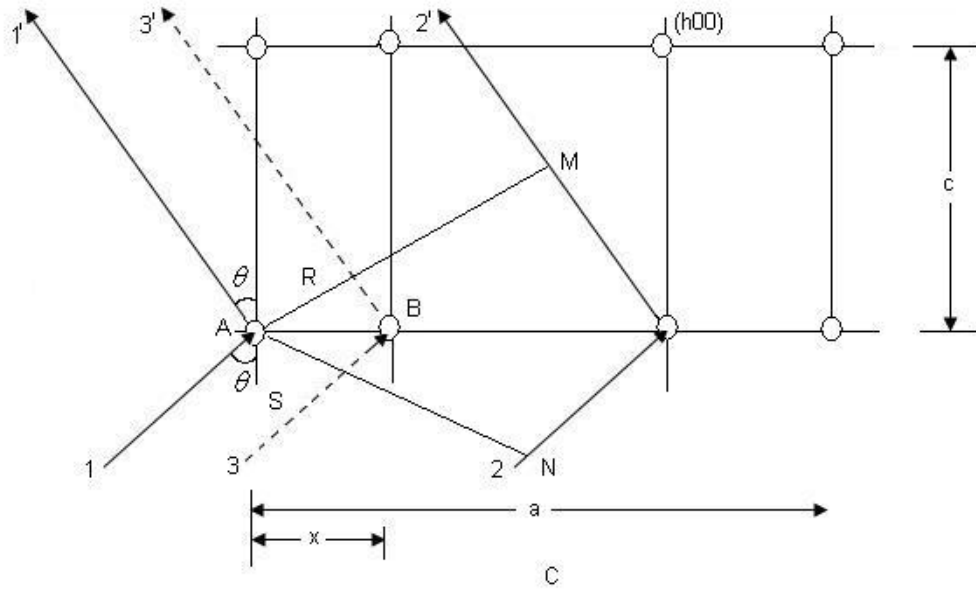
Kırınımına uğrayan demet şiddetini bulmak için izole bir atom değil, kristali oluşturan atom gruplarından koherent saçılma dikkate alınmalıdır.

Atomların kristal içinde periyodik olarak dizilmesinin bir somut sonucu, saçılan ışın bir hayli sınırlı doğrultularda kırınım desenini oluşturur. Bu kırınımına uğrayan demet doğrultuları Bragg kanunu tarafından belirlenir.

Bragg kanununun gerçekleştiğini kabul ederek, bir kristalin difraksiyona uğrattığı demetin şiddeti atom konumlarının bir fonksiyonu olarak bulunabilir. Kristal, birim

hücrenin tekrarından oluştuğundan atomların bir tek birim hücre içindeki düzenlenmesinin difraksiyon şiddetini nasıl etkilediğini bulmak yeterlidir.

Bir birim hücrenin atomlarının her birinin saçtığı dalgalar öne doğru olan yön hariç diğer doğrultularda aynı fazda olmak zorunda değildir. Bu faz farkının atomların düzenlenmesine nasıl bağlı olduğunu göstermek için Şekil 3.14.'de gösterilen bir birim hücrenin kesitini kullanalım.



Şekil 3.14. Atom Konumlarının Difraksiyon Işıklarının Fazları Farkına Etkisi.

A atomunu orijin olarak alalım ve şekilde kalın çizgilerle gösterilmiş olan $h00$ düzlemlerinden difraksiyon meydana gelsin. $2'$ ve $1'$ ışınları arasındaki $\delta_{2'1'}$ yol farkı λ tam katına eşit olup Bragg kanunu gerçekleştirirler.

$$\delta_{2'1'} = MCN = 2d_{h00} \sin\theta = \lambda \quad (3.19)$$

Miller indislerinin tanımından,

$$d_{h00} = AC = a/h \quad (3.20)$$

$3'$ ışını ile $1'$ ışını arasındaki $\delta_{3'1'}$ yol farkı,

$$\delta_{3'1'} = RBS = AB/AC(\lambda) = \frac{x}{a/h}(\lambda) \quad (3.21)$$

olduğu bulunur.

Faz farkları dalga boyu ile olduğu gibi açı ölçeği ile de ifade edilebilir. Yol farkları bir dalga boyu olan iki ışının fazlarının 360^0 veya 2π radyan olduğu kabul edilirse δ kadarlık yol farkı radyan cinsinden

$$\phi = \frac{\delta}{\lambda}(2\pi) \quad (3.22)$$

olur. Bu ifadeye göre B atomundan saçılan dalga ile orijindeki A atomundan saçılan dalgalar arasındaki faz farkı,

$$\phi_{3'i} = \frac{\theta_{3'i}}{\lambda}(2\pi) = \frac{2\pi hx}{a} \quad (3.23)$$

ile ifade edilir [3]. Eğer B atomunun konumu bu atomun kesirsel koordinatı olan $u = x/a$ ile belirtilirse faz farkı,

$$\phi_{3'i} = 2\pi hu \quad (3.24)$$

olur. Eğer bu işlemleri üç boyutta düşünecek olursak,

$$\phi = 2\pi(hu + kv + lw) \quad (3.25)$$

şeklinde yazabiliriz. Eğer A ve B deki atomlar farklı cinsten atomlarsa bu iki dalganın hem fazları hem de dalga genlikleri de farklı olacaktır. Bu durumda tüm birim hücreden saçılan bütün dalgaların bileşkelerini toplamak gerekir. Bu işlemin en kolay yolu da dalgaların kompleks üstel fonksiyonlarını toplamakla olur.

Bu durumda bir saçılmış dalgayı,

$$Ae^{i\phi} = A\cos\phi + A\sin\phi \quad (3.26)$$

ile tanımlayabiliriz. Burada A dalganın genliğidir. Bu dalganın şiddeti, genliğinin karesi ile orantılıdır. O halde,

$$|Ae^{i\phi}|^2 = Ae^{i\phi} Ae^{-i\phi} = A^2 \quad (3.27)$$

şeklinde yazabiliriz. Şimdi saçılmış tüm dalgaların toplamına dönersek, saçılan herhangi bir dalgayı kompleks üstel bir şekilde,

$$Ae^{i\phi} = \int e^{2\pi i(hu+kv+lw)} \quad (3.28)$$

ifade edebiliriz. Birim hücrenin bütün atomları tarafından saçılan dalgaların bileşkesine *yapı faktörü* denir ve F sembolü ile gösterilir. Bu kısaca atomların saçtığı dalgalar toplanarak bulunur.

N atomlu bir atomda yapı faktörü,

$$F_{hkl} = \sum_{n=1}^N f_n e^{2\pi i(hu_n + kv_n + lw_n)} \quad (3.29)$$

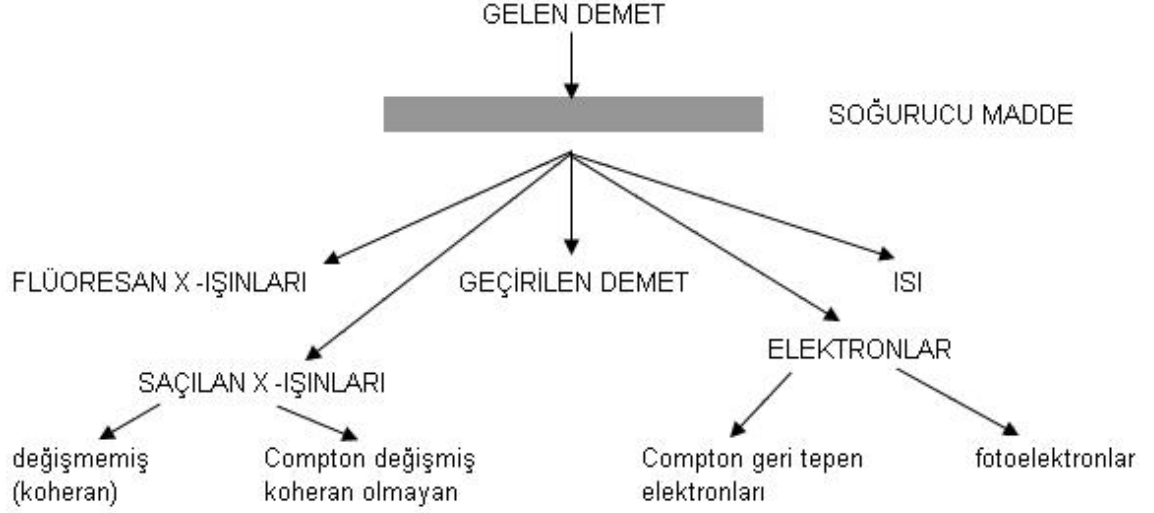
şeklinde yazılır ve toplam birim hücrenin bütün atomlarını temsil eder. F kompleks bir sayıdır ve dalgaının hem genliğini hem de fazını içerir. Burada F ‘nin mutlak değeri birim hücredeki bütün atomların saçtığı dalgaının genliğinin bir tek elektronun saçtığı dalgaının genliğine oranı olarak da tanımlanır.

$$|F| = \frac{\text{Birim hücredeki bütün atomların saçtığı dalgaların genliği}}{\text{Bir elektronun saçtığı dalgaının genliği}} \quad (3.30)$$

Bir birim hücrenin bütün atomlarının, Bragg kanununu gerçekleştirdiği bir doğrultuda difraksiyona uğrattığı demetin şiddeti, bileşke demetin genliğinin karesi olan $|F|^2$ ile orantılıdır. bu X –ışınları difraksiyonunda çok önemli bir bağıntıdır çünkü, herhangi bir hkl yansımasının şiddetini atomların konumlarından hesaplar [3].

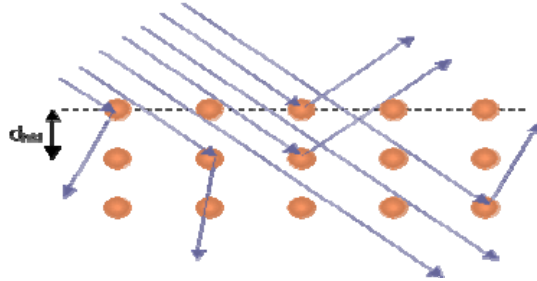
Özetlemek gerekirse, monokromatik bir X –ışını demeti bir atomla çarpıştığında iki saçılma olayı gözlenir. Biri sıkı bağlı elektronları salınma başlatır ve gelen demetle aynı dalga boylu X –ışınlarının meydana gelmesini sağlar. Diğer, gevşek bağlı elektronlar, gelen demetin bir kısmını saçar ve saçarken dalga boyunu biraz artırır, artmanın boyutu saçılma açısına bağlıdır. Bu olayların hepsi aynı zamanda ve bütün yönlerde olur [3].

Tablo 3.3. X –ışınlarının Madde İçerisinden Geçirilmesi Durumunda Oluşan Olaylar

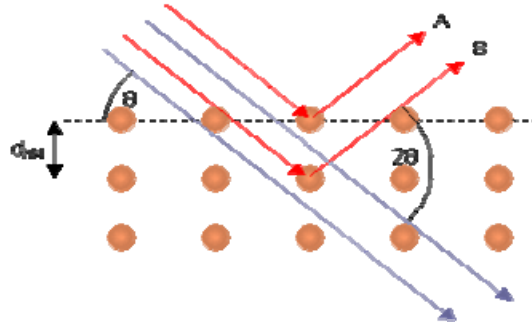


3.12. Bragg Kanunu

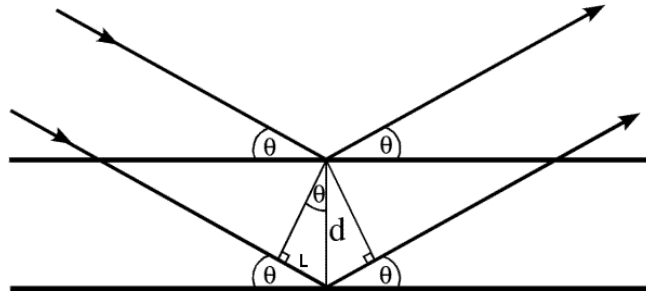
Bragg kanunu, kristallerin yapısını araştırmada kullanılan en önemli kanunlardan biridir. Kristal üzerine gönderilen X –ışınları demeti kristal düzlemleri tarafından çeşitli yönlerde yansıtılacaktır. Bu kanuna göre, gelen dalga demeti ile kırınıma uğramış yansıyan dalga demeti arasındaki açı birbirine eşit ise, X –ışınları demeti birbirini kuvvetlendireceğinden bir kırınım deseni gözlemlenecektir. Diğer tüm açılarda X ışınları birbirinin etkisini azaltacağından, bir kırınım deseni gözlemlenemeyecektir. Bragg kanununu şekil üzerinde inceleyecek olursak.



Şekil 3.15. Kristal Düzlemi Tarafından Rasgele Saçılan X-Işınları Demeti.



Şekil 3.16. Kristal Düzlemi Tarafından Kırınımına Uğrayarak Saçılan X-Işınları Demeti.



Şekil 3.17. Bragg Kanununun Şematik Açıklaması.

Şimdi Bragg Kanununu tüm düzlemler için elde etmeye çalışalım. Yukarıdaki şekilden şu eşitliği yazabiliriz.

$$L = d \sin \theta \quad (3.31)$$

Gelen dalga demeti ile kırınımına uğramış dalga demeti aynı fazlı olduklarından toplam yol farkı bize Bragg eşitliğini verecektir.

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (3.32)$$

Burada d düzlemler arası mesafe, λ X-ışınlarının dalga boyu, n λ 'nın tam katları olan yansıma derecesidir [6].

Yukarıdaki eşitliği şu şekilde yazabiliriz.

$$\sin \theta(hkl) = \frac{n\lambda}{2d(hkl)} \quad (3.33)$$

İfadesini içine alan değişken terimlerdeki θ açısını bulmak için yeniden düzenlenebilir.

Bu (nh, nk, nl) gösterimi orijinden $\frac{1}{nh}, \frac{1}{nk}, \frac{1}{nl}$ mesafelerinde kristallografik eksenlerin

kesildiği bir düzlemi tanımlar. Bu (nh, nk, nl) gösterimi böylece örgü düzlemi hkl ' ye paralel bir düzlemi gösterir. Ama orijinden $\frac{1}{n}d$ mesafesinde yer alır. Yani;

$$d(nh, nk, nl) = \frac{1}{n} d_{hkl} \quad (3.34)$$

Orijine en yakın düzlem hkl olduğu için eğimin içine (nh, nk, nl) örgü noktaları girmez.

$$\sin \theta(nh, nk, nl) = \frac{\lambda}{2d(nh, nk, nl)} \quad (3.35)$$

Son olarak yukarıdaki iki denklemi aynı eşitlikte yazacak olursak.

$$\sin \theta(nh, nk, nl) = \frac{n\lambda}{2d(hkl)} \quad (3.36)$$

Şeklinde ifade edilir [7].

Bragg kanunu incelendiğinde, şartın gerçekleşmesi için $\lambda \leq 2d$ olması gerekir.

4. BÖLÜM

TOZ KIRINIM ÇALIŞMALARI

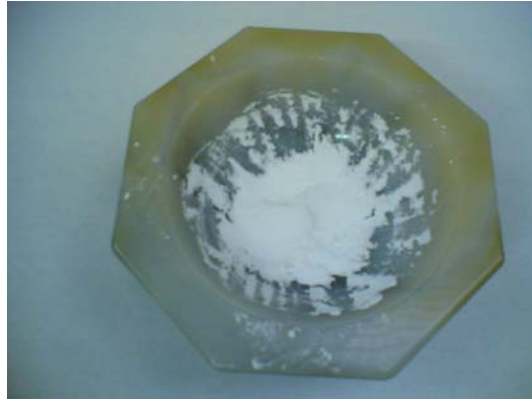
4.1. Giriş

Kristal yapı hakkında bilgi edinebilmek amacıyla en sık kullanılan deneysel metotlardan birisi de toz kırınım metodudur. Toz kırınım metodunun en büyük avantajı tek kristal kullanmadan kırınım desenlerini bulabilmektir. 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. Böylece Bragg kanunu ile verilen eşitlik kullanılarak kristal örgü düzlemleri ile örgü parametreleri bulunabilecektir [1].

XRD (X-Ray Diffraction) spektroskopisi olarak bilinen “X-Işını Difraksiyon Spektroskopisi” isminden anlaşılacağı üzere, ultraviyole ışınından daha kuvvetli fakat gamma ışınından daha zayıf enerjili, X –ışınını kullanarak 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 sağlarlar. Bu yöntemin kullanılabilmesi için kristal yapıya sahip olan maddenin toz haline getirilmesi gerekir.

4.2. Numunenin Toz Haline Getirilmesi

X –ışınları toz kırınım yöntemi ile incelenecek olan numuneler, çok ince bir toz yapıda olması gerektiğinden, numunelerin durumuna göre önce büyük parçaların küçültülmesi amacıyla çelik havanlarda öğütülürler. Daha sonra agat havan kullanılarak numunenin iyice öğütülmesi sağlanır. Burada agat havanın kullanılmasının nedeni, agatın çok sert bir mermer olması ve numunelerin toz haline getirilmesi sırasında numune içerisine kristal yapıyı bozacak başka bir maddelerin girmesini engellenmesidir.



Şekil 4.1. Agat Havan İçinde Toz Haline Getirilmiş Numune.

Daha sonra numunelerin dış etkilere karşı kirlenmesi veya nemlenmesini önlemek amacıyla numuneler cam şişeler içerisine konularak ağızları kapatılır.



Şekil 4.2. İçerisine Numune Konulan Saklama Kabı.

Saklama kabına alınan numunelerin incelenmesi amacıyla numuneler daha sonra XRD cihazının cam lamalarına konulur. Bu cam lamalar da cihazın örnek locasına yerleştirilir.

4.3. Toz Kırınım Çalışmalarında Kullanılan X –Işınları Difraktometresi

XRD sistemi; çoğunlukla ağır elementlerden oluşan, katı anorganik ve kristalin maddelerin araştırılmasına uygun bir aletsel yöntemdir. Yöntem, süper iletkenler, seramikler, metaller, alaşımlar, katı çözeltiler, heterojen katı karışımlar, çelik, kaplama malzemeleri, maden analizleri, toprak analizleri, böbrek ve mesane taşları, bazı adli konularda, bazı boyar maddeler, pigmentler, çimentolar, doğal veya yapay mineraller, herhangi bir malzemenin içerdiği bileşik veya elementlerin tayini, inorganik polimerler, faz diyagramlarının ve faz dönüşümlerinin araştırılması, bazı kristalin veya amorf kompleks bileşiklerinin incelenmesi gibi bir çok konuda yaygın kullanım alanına sahiptir [8].

XRD difraktometresi, *Bruker Axs D8 Advance Model*, yüksek gerilim jeneratörü 20kV-60kV ve 6mA-80mA aralığında full otomatik ve bilgisayar kontrollü olarak çalışabilir. Yüksek gerilim ve X-ışınları tüpü su soğutmalıdır. Sıcaklık yükselmelerine ve su basıncı düşmelerine karşı otomatik korumalı, X-ışını kaçaklarına karşı korumalı özel kabin içerisindedir. Sistem seramik X-ışınları tüpüyle donatılmış olup, değişik dalga boylarında X-ışını üretimi için Cu, Mo veya Cr seramik tüpler kullanılabilir. Sistemde monokromatik x-ışını elde etmek amacıyla grafit monokromatör veya filtreler kullanılmaktadır. Numuneden kırınıma uğramış olan X-ışınları NaI(Tl) tipi sintilasyon dedektörü ile toplanmakta ve sisteme bağlı bulunan bilgisayar ünitesi yardımıyla değerlendirilmektedir. Difraktometre konumu ölçülen numuneye bağlı olarak yatay ve dikey olabilmektedir. Difraktometre konfigürasyonları tüp çeşidine bağlı olarak $\theta - \theta$ veya $\theta - 2\theta$ olarak seçilebilmektedir. Numunenin ölçüm aralığı 2θ cinsinden -110° ile 168° açı aralığında yapılabilmektedir. Difraktometre de sıfır noktası düzeltmesi aletin kendisi tarafından kuvarz standart kullanılarak otomatik olarak yapılmaktadır [9].

Toz haline getirilmiş olan numune XRD de numune locasına yerleştirilir ve analiz edilir. Elde edilen toz kırınım deseninden bir numunenin kristal yapısının belirlenmesi, θ veya 2θ terimlerindeki çizgiler ve onların bağıl şiddetleri üzerine kurulur. Kırınım açısı 2θ ve Bragg eşitliğinin yardımıyla, özel bir düzlemler seti arasındaki mesafe belirlenir. Bu d mesafesi kaynağın bilinen dalga boyundan ve açının ölçümünden kolaylıkla hesaplanabilir. Çizgi şiddetleri düzlemlerin her bir setinde olan atomik yansıma merkezlerinin türüne ve sayısına bağlıdır. Maddenin test edilmesi için ASTM,

saf maddeler için saf çizgi şiddetinin ve d mesafelerinin bulunduğu dosya kartlarını sağlar. Kartlar bu şiddetli çizginin d mesafesine göre düzenlenir [10]. Böylece numuneye ait PDF bilgileri elde edilmiş olur. Bu da numuneye ait toz kırınım deseninden elde edilen d mesafesine ve bağlı şiddet belirlendiği zaman numune hakkında gerekli bilgilere daha kolay ulaşmasını sağlar.



Şekil 4.3. XRD Difraksiyon Cihazı (Bruker Axs D8 Advance Model).

4.4. d ve I'ları Etkileyen Faktörler

d ve I değerlerini oluşmasını etkileyen çeşitli faktörler vardır. Bu faktörleri genel olarak şu şekilde sıralayabiliriz:

- Aletsel duyarlılık.
- Numune duyarlılığı.
- Modelin duyarlılığı.
 - Teoriksel d değerleri ($n\lambda = 2d\sin\theta$)
 - Uygulamalı d değerleri (teorik + doğal kısaltmalar)
 - Deneysel d değerleri (uygulamalı d değerleri + doğal numune kısaltmaları + hatalar)

Debye –Scherer kamerası, X –ışınları toz kırınım yönteminin anlaşılmasını sağlar. Toz kırınım yöntemi, kristalografik düzlemlerin Bragg yansıması şartını sağlar. Bragg

yansımaları gerçekleştirmek için kV ve mA mertebesinde gerilim ve akım uygulanması gerekir [11].

Background radyasyonu, iyi bir toz difraksiyon çalışmasında pikler background üzerine binmiş piklerden meydana gelir. Bu backgroundun meydana gelmesinin birkaç sebebi olabilir. Bunlar:

- Numunenin yaydığı flüoresan radyasyondan dolayı.
- Sürekli spektrumun difraksiyonundan dolayı.
- Numunenin meydana getirdiği diffuz saçılmadan dolayı ki; bu Compton saçılması ve koherent saçılmadan (erime noktaları düşük maddelerde ve kristal örgü kusurlarından dolayı) meydana gelir.
- Numuneden dolayı meydana gelemeyen saçılmalar; kolimatörlerden meydana gelen, numune yapıştırıcıları, tutucuları, tozun üzerine konulduğu cam lam ve numunenin içindeki yabancı maddelerden ve havadan dolayı meydana gelebilir [3].

Koherent saçılma, koherent saçılmanın meydana gelmesinde birkaç sebep olabilir;

- Farklı kristal etkilerinden dolayı diffuz saçılma.
- Genellikle az miktarda olan sıcaklık diffuz saçılması.
- Kırınım düzlemlerine normal olarak tekrarlanan birimlerin sayısının küçük olması durumunda backgroundun katkı sağlaması [5].

$K_{\alpha 1}$ **piki**, düşük 2θ açılarında $K_{\alpha 1}$ ve $K_{\alpha 2}$ pikleri yakın pik overlopudur. $K_{\alpha 1}$ pik şiddetinin $K_{\alpha 2}$ şiddetinin $\frac{1}{2}$ olduğu farz edilir. Çizgisel verilerin net şiddeti bu yüzden gözlenen şiddetin üçte biridir [12].

4.5. PDF Toz Kırınım Dosyası

Hanawalt metodunu oluşturan en önemli parçalardan birisi de PDF dosyalarıdır. Bu dosya kırınım deseninden elde edilen en şiddetli piklerin kullanılmasıyla oluşturulur ve numune hakkındaki tüm bilgileri içerir.

Bilinmeyen numuneye ait veriler daha önceden hazırlanmış olan PDF dosyaları ile karşılaştırılarak kimlik tespitine çalışılır. İlk üç pikin karşılaştırılmasıyla bilinmeyen numune hakkında bir kimlik tespiti yapılır. Kesin tespit için PDF’ deki diğer pikler ile de karşılaştırma yapılarak numunenin kimliği kesin olarak tespit edilebilir. Kesin kimlik tespiti sırasında daha önceden elde edilmiş olan piklerin, yani PDF dosyasındaki $d(\text{\AA})$ değerlerinin, numuneden elde edilen pikler arasında gözlemlenmesi gerekir.

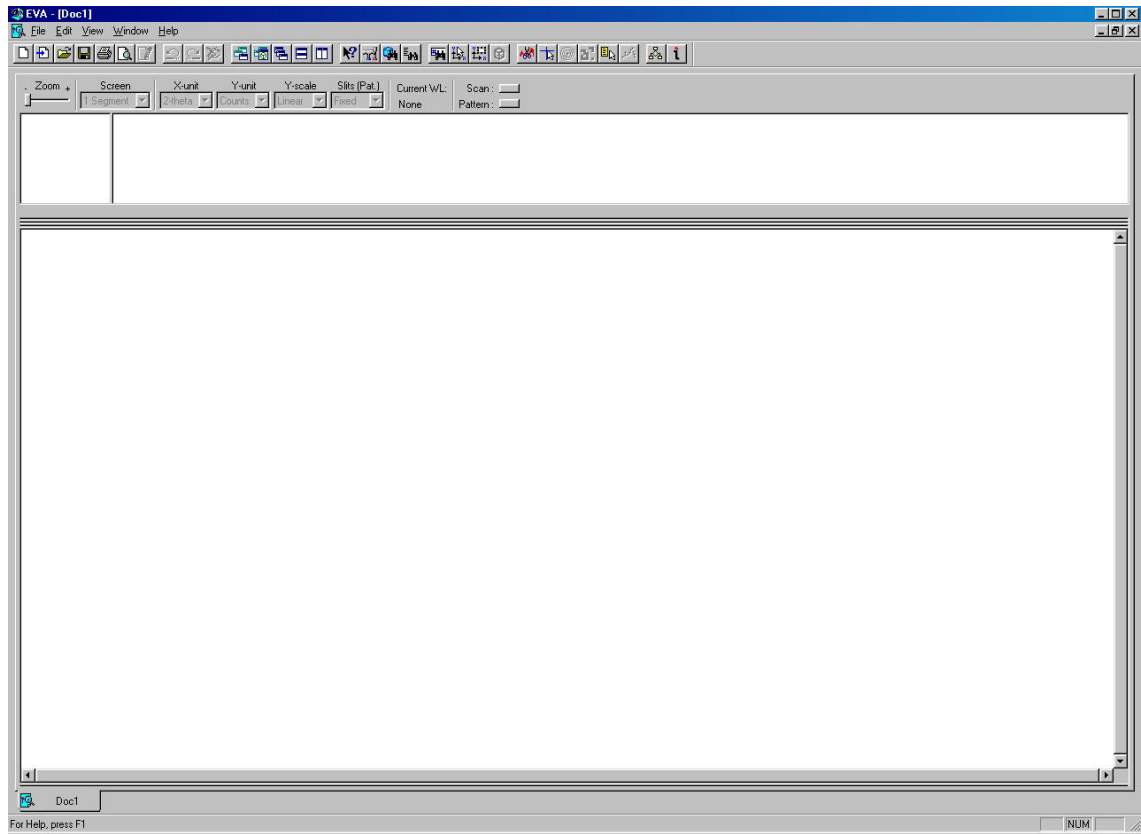
Bir PDF dosyasında; en şiddetli ilk üç pikin yazıldığı bir bölüm, kullanılan radyasyonun cinsinin ve dalga boyunun yazıldığı bir bölüm vardır. Numunenin kristalografik bilgilerin yazıldığı bir bölüm ile geometrisinin yazıldığı bir bölüm vardır. Kimyasal formülün ve tam adının yazıldığı bir bölüm, molekül ağırlığı ve hacminin yazıldığı bir bölüm, gözlenen $d(\text{\AA})$ değerlerinin bağlı şiddetlerinin ve Miller indislerinin yazıldığı bir bölüm ve diğer gerekli açıklamaların yazıldığı bölümlerden oluşur.

9-432	2,814	2,778	2,720	3,440	Ca ₅ (PO ₄) ₃ (OH)					
9-430	100	60	60	40						
Rad Cu $K_{\alpha 1}$ λ =1,540598					* CALCIUM PHOSPHATE HYDROXIDE					
Sys : HEXAGONAL a: 9,41800 Z: 2 b: c: 6,88400					d (Å)	I/I ₁	hkl	d (Å)	I/I ₁	hkl
					6,170	12	100	2,720	60	300
					5,260	6	101	2,631	25	202
					4,720	4	110	2,528	6	301
Mol weight: 502,32 Volume: 528,80 Dx: 3,155 Dm: 3,080					4,070	10	200	2,296	8	212
					3,880	10	111	2,262	20	310
					3,510	2	201	2,228	2	221
					3,440	40	002	2,148	10	311
					3,170	12	102	2,134	4	302
					3,080	18	210	2,065	8	113
					2,810	100	211	2,040	2	400
					2,770	60	112	2,000	6	203

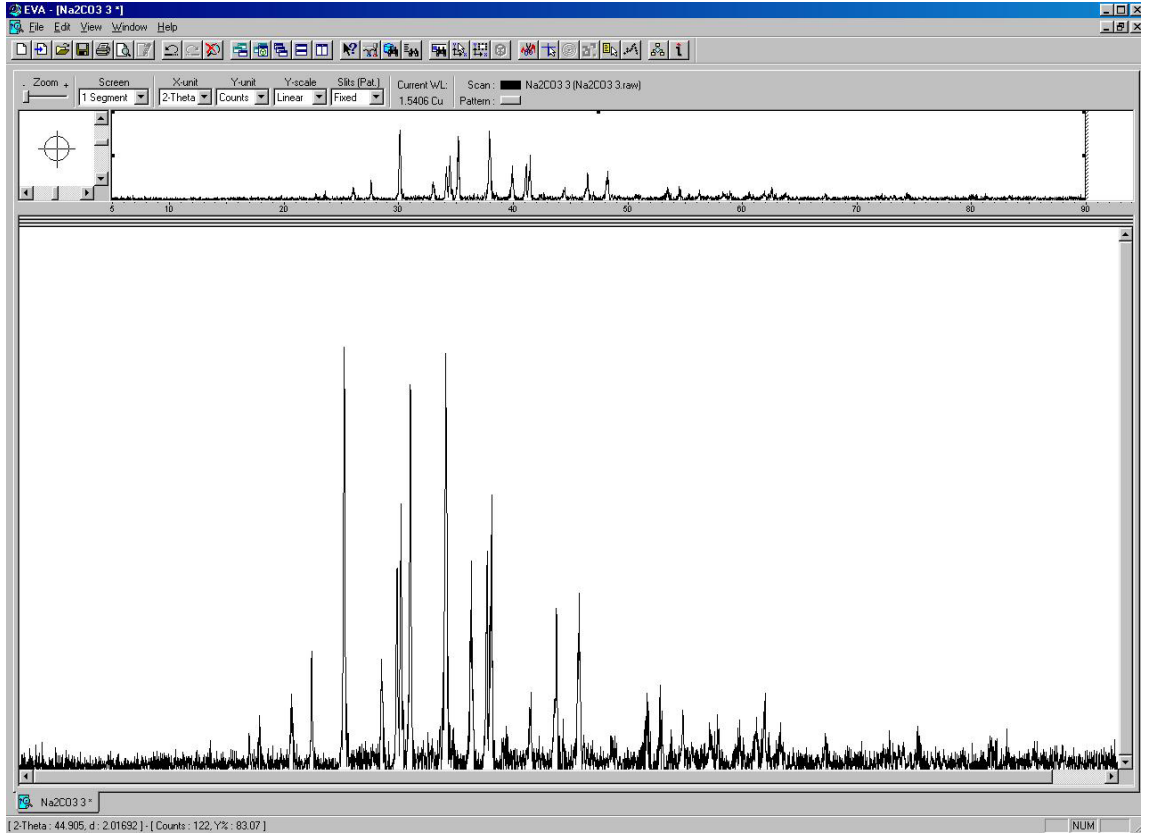
Şekil 4.4. Örnek Bir PDF Dosyası.

4.6. DIFFRAC PLUS EVA Bilgisayar Programı

Toz kırınım çalışmalarında kullanılan en gelişmiş bilgisayar programlarından biridir. XRD difraktometresinde, oluşan desenden elde edilen veri EVA bilgisayar programına yüklenerek çalıştırılır. EVA programı ile XRD de elde edilen veri, anlam kazanarak meydana gelen Bragg yansımalarının oluşturduğu pikler gözlenir. Bu piklere dikkatle bakıldığında en şiddetli pik ve daha sonra gelen ikinci, üçüncü ve daha az şiddete sahip olan pikler ekranda görülebilir.

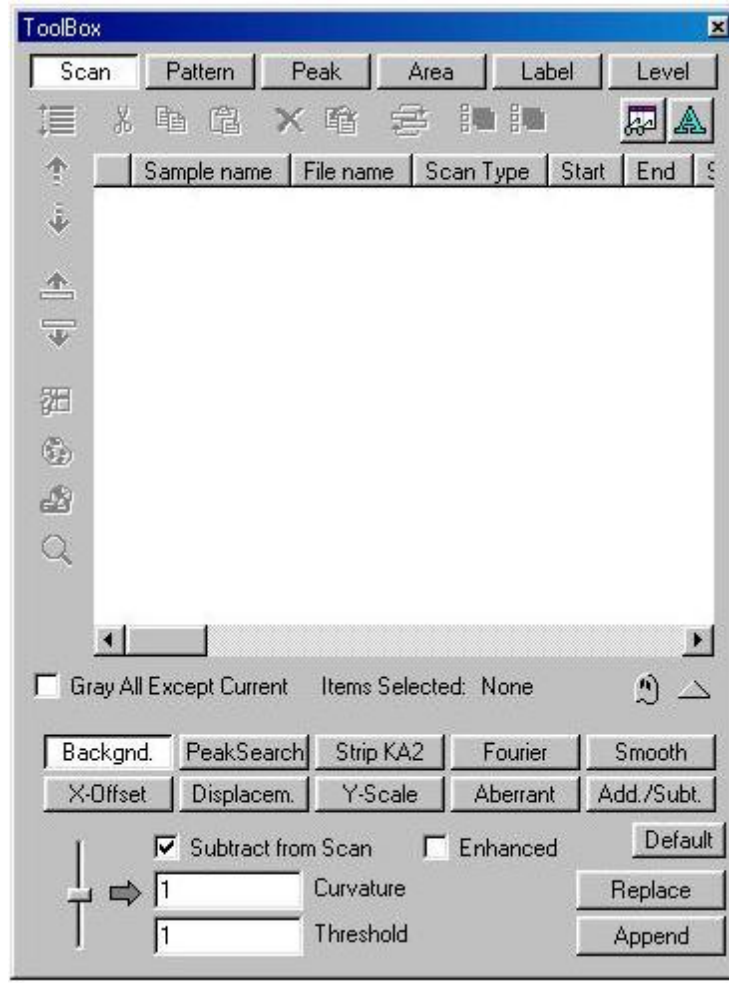


Şekil 4.5. EVA Programı Ana Penceresi.



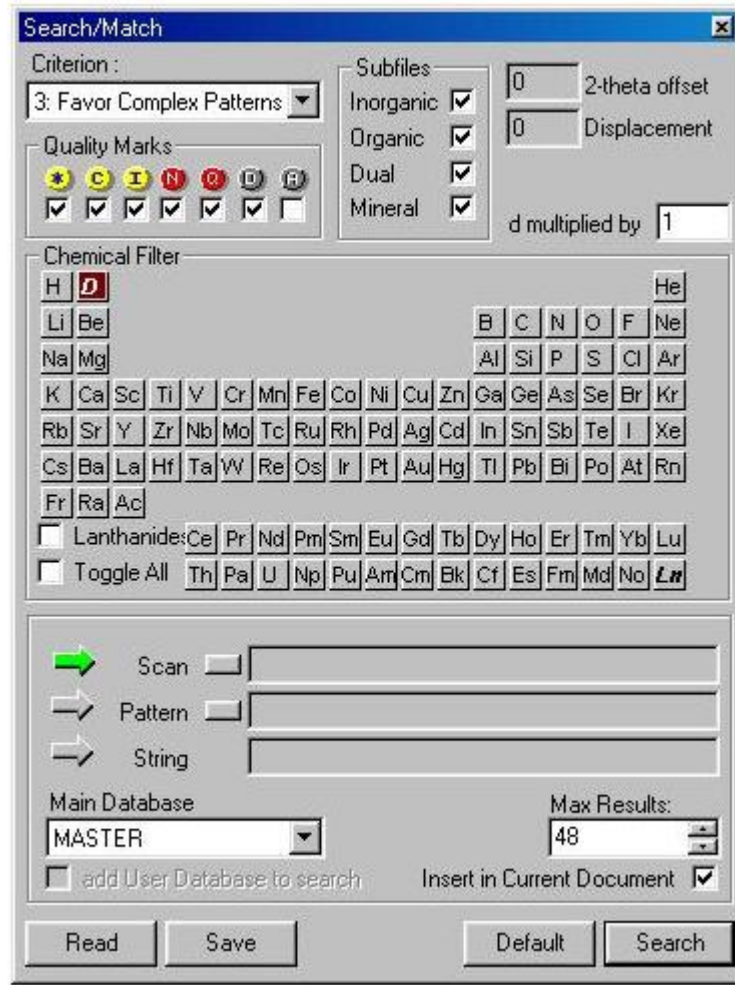
Şekil 4.6. XRD de Elde Edilen Verinin EVA Programı İle Görünüşü.

Daha sonra bu verinin background ve $K_{\alpha 2}$ düzeltmelerini gerçekleştirmek için “Toolbox” penceresi açılır. Önce $K_{\alpha 2}$ düzeltmesini yapmak için “Strip KA2” butonuna basılır. Düzelmeler ekranda belirindiğinde, veriyi yeni hali ile görüntülemek için “Replace” butonuna basılır. Ardından background düzeltilmesini gerçekleştirmek için “Backgnd” butonuna basılır. Background düzeltmesi ekranda görüntülendiğinde “Replace” butonuna basılarak background düzeltmesi de gerçekleştirilir.



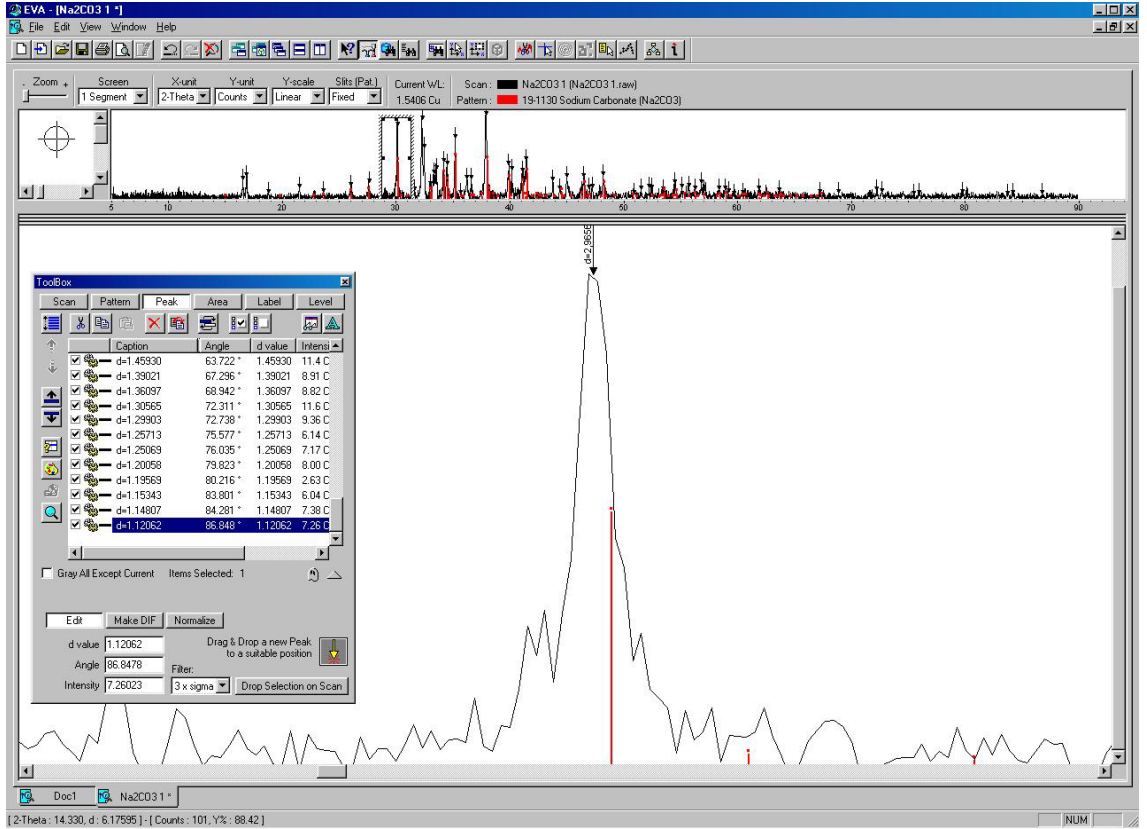
Şekil 4.7. Toolbox Penceresi.

Daha sonra ana pencere üzerinde bulunan “Search/Match” butonuna basılarak numunenin hangi elementlerden oluşmuş olabileceği ile ilgili periyodik cetvelin bulunduğu bir sayfa açılır. Bu pencere üzerinde periyodik cetvelden elementler seçilebileceği gibi hiçbir element seçilmeden de araştırma yapılabilir. EVA bilgisayar programı PDF dosyaları arasından numunenin kırınım desenine en uygun çözümleri “Toolbox” penceresi içinde “Pattern” bölümünde verecektir.



Şekil 4.8. Search/Match Penceresi.

Background ve $K_{\alpha 2}$ düzeltmelerini yaptıktan sonra sıra numuneye ait piklerin $d(\text{\AA})$, I/I_1 , 2θ değerlerini bulmak amacıyla “Scan” bölümü içerisinde bulunan “PeakSearch” butonuna basılır ve numuneye ait bilgilere ulaşırız. Butona bastıktan sonra olası pik yerleri belli olur. Bu olası pik değerlerini almak için “Append To List” butonuna basılarak “Peak” bölümüne geçilir ve olası piklerin d değerlerinin listelenmesi çıkarılmış olur. Bu sırada ekran incelendiğinde bazı piklerin yerlerinde olmadıkları, pik olduğu halde EVA programının pik kabul etmediği yerler olduğunu ya da pik olmadığı halde bazı yerlere programın pik yerleştirdiği görülür. Bu gibi hataları düzeltmek amacıyla pik konulması, pik kaldırılması veya pikleri yerlerine yerleştirmek için her bir pik üzerinde hataların düzeltilmesi yoluna gidilir.



Şekil 4.9. Piklerin Yerlerini Gösteren EVA Penceresi.

Bu pencerede görülen kırmızı pikler PDF dosyasında kayıtlı olan pikleri temsil etmektedir. Diğer kısımlar ise numuneye ait kırınım desenini göstermektedir. Şekilden de görülebileceği gibi PDF deki pik, numunenin oluşturduğu pik ve EVA programının otomatik olarak koyduğu piklerin tam olarak üst üste oturmadıkları görülüyor. Burada EVA programının oluşturduğu pik üzerine tıklanarak bu piki en uygun yere yerleştirmeye çalışırız. Bunun için sağa sola, yukarı aşağı oynamalar yapabiliriz.

Bütün pikler incelendiğinde ve tüm düzenlemeler tamamlandığında, “Peak” bölümünde tüm mevcut pikleri gösteren penceredeki veriler kopyalanıp bir Word sayfasına yapıştırılır. Böylece numune hakkındaki $d(\text{\AA})$, I/I_1 , 2θ verilerine sahip oluruz.

DIFFRAC PLUS EVA bilgisayar programı, toz kırınım analiz çalışmalarının elle yapılması gereken uzun ve hata oranı yüksek çalışmaları kolaylıkla sürdürülmesini sağlar.

4.7. TREOR90 Bilgisayar Programı

Treor90 bilgisayar programı toz kırınım desenlerinin indislenmesinde kullanılır. Bu programın kullanımı oldukça sadedir. Kırınım desenine ait pik bilgileri ve diğer tüm parametre bilgileri giriş verisi olarak yüklenir.

Treor90 bilgisayar programı, İsveçli bilim adamı Dr.Per-Eric Werner tarafından yazılmıştır. Bu program, toz kırınım desenlerinin indislenmesi için bir deneme yanılma metodudur. Basit pikler gibi görünen ama birbiriyle ilişkilendirilen pik pozisyonları arasında bir ilişki kurmaya çalışır. Treor90 çalışmaya kübik testle başlar ve triklinik test ile biten bir sistemde simetri aramaya çalışır. Program testler arasında tatmin edici bir sonuç bulunduğunda sona erer.

Toz kırınım deseninden elde edilen bilgilerden faydalanarak pik listesinin oluşturulmasıyla program çalıştırılmaya hazırdır. Program azalan simetri dizisinde çalıştırılarak, kübik, tetragonal, hekzagonal, ortorombik, monoklinik ve triklinik sistemlerde çözüm arar. Bunun yanında minimum ve maksimum hücre hacmi maksimum hücre kenarı, de Wolff sayı değeri, pik pozisyonlarındaki olası hataları, monoklinik test için minimum ve maksimum beta açısı gibi verilerin girilmesi programın daha kısa zamanda sonuç vermesine yardımcı olur. Program tatmin edici bir sonuç bulamazsa, giriş verileri değiştirilerek bir sonuç bulmaya çalışırız. Hatta bir çözüm bulunmuşsa daha iyi bir çözüm bulmak için piklerin değerleri ile ufak tefek oynamalar yapılarak daha iyi bir çözüm bulunmaya çalışılır [13].

Treor90 programında giriş bilgileri (name.dat) adlı bir dosya ile hazırlanır. Sonuç bilgileri (name.imp) ile verilirken özet bilgileri (name.con) dosyası ile verilir.

Na₂CO₃ Numunesi

4.48390
3.89713
3.76998
3.41656
3.22934
2.96463
2.84135
2.71219
2.61972
2.59762
2.58310
2.54613
2.45324
2.43206
2.39518
2.36842
2.35766
2.25563
2.24680
2.19342
2.18227
2.17382
2.11772
2.03259
2.00530
1.94905
1.93119
1.88352
1.88131
1.87987
1.87042
1.71733
1.71140
1.70880
1.70314
1.68102
1.67779
1.65711
1.63273
1.57060
1.56478
1.52760
1.52451
1.49562
1.48203
1.47469
1.45688
1.27319

1.19145
 1.18198
 1.15501
 1.09281

WAVE=1.540598,
 MOLW = 105.99,
 DENS = 2.546,
 MONO=130,
 CHOICE=4,
 END*
 0.00

Yukarıdaki örnekte bir Treor90 programı giriş verisi vardır. Bu veri incelendiğinde: ilk sırada numuneyi tanıttıcı bilgileri yazabileceğimiz bir bölüm yer alır ve 2-80 kolonları arasına yazılabilir. İkinci bölümde numuneye ait giriş verileri yazılmaktadır. Bu bölüme 7. kolondan başlayarak verilerin girilmesi gerekmektedir. Üçüncü bölümde ise Treor90 programının hangi şartlarda çalıştırılacağı ile ilgili giriş verilerinin olduğu bir bölüm vardır.

Toz kırınım verilerinin girilmesi sırasında 7. kolondan başlanarak yazılır ve ondalıklı kısımları ayırmak için de nokta kullanılır. Bu veriler $d(\text{\AA})$, 2θ , θ , $1/d^2$ veya $\sin^2\theta$ cinsinden yazılabilir. Bu bizim tercihimize bağlıdır.

Treor90 programında üçüncü kısım çalışma stilini ve çalışma zamanını kısaltmak için gerekli verilerin girilebileceği bir bölümdür. Bu bölümü daha ayrıntılı inceleyecek olursak [14].

Tablo 4.1. Treor90 Programı Giriş Verileri Seçenekleri

	Anahtar Kelime	Kodu	Gerçekleştirdiği İşlem
1	KS	0	Kübik test yaptırılmaz.
2	THS	0	Tetragonal ve hekzagonal test yaptırılmaz.
3	OSI	0	Ortorombik test yaptırılmaz.
4	MONO	0	Monoklinik test yaptırılmaz.
5	TRIC	0	Triklinik test yaptırılmaz.
6	TRIC	1	Bütün yüksek simetrlili testler ihmal edilir. trikilinik test yaptırılır.
7	WAVE	1,5405981Å	Eğer giriş verisi olarak d değeri kullanılırsa WAVE mutlak surette yazılması gerekir.
8	VOL	2000	Maksimum hücre hacmini ifade eder. Negatif bir kod girilirse, tüm simetriler bir sonuç verene kadar test yapılmaya devam eder.
9	CEM	25	Maksimum hücre kenarını ifade eder.
10	CHOICE	0	$\sin^2\theta$ (derece cinsinden)
		1	$1/d^2$ (angstrom cinsinden)
		2	θ (derece cindinden)
		3	2θ (derece cindinden)
		4	D (angstrom cinsinden)
11	DENS	0	Yoğunluk kullanılmaz.
12	EDENS	0	DENS sıfıra eşit ise kullanılır. EDENS, saflaştırılmamış hücreler üzerinde kullanılır.
13	MOLW	0	DENS ve EDENS sıfıra eşit ise kullanılır. Ortorombik ve yüksek simetrlili testler için kullanılmalıdır.
14	END		Giriş verilerinin bittiğini gösterir.

Treor90 bilgisayar programı giriş verileri ile birlikte Miller indislerini de kullanarak bir çözüm bulmaya çalışır. Treor90 programında ters örgü ilişkisi;

$$Q(hkl) = h^2x_1 + k^2x_2 + l^2x_3 + hkx_4 + hl x_5 + kl x_6 \quad (4.1)$$

şeklinde yazılabilir. Bu işlemler sırasında program önce birim hücrenin boyutlarını bulmaya sonra da bulunan bu değerlerin doğruluğunu ispatlamaya çalışır.

4.8. ITO13 Bilgisayar Programı

Toz kırınım çalışmalarında XRD den elde edilen kırınım deseninin incelenmesinde, kullanılan bir diğer bilgisayar programıdır. Program hesaplamaların çoğunu Q değerini kullanarak yapar. $Q = (100/d)^2$, burada d angstrom cinsinden düzlemler arasındaki uzaklıktır. Programın;

Cimetidine

9009 1 1 1	1.54059	4.0
0.000		
4.48390		
3.89713		
3.76998		
3.41656		
3.22934		
2.96463		
2.84135		
2.71219		
2.61972		
2.59762		
2.58310		
2.54613		
2.45324		
2.43206		
2.39518		
2.36842		
2.35766		
2.25563		
2.24680		
2.19342		
2.18227		
2.17382		
2.11772		
2.03259		
2.00530		
1.94905		
1.93119		
1.88352		
1.88131		
1.87987		
1.87042		
1.71733		
1.17140		
1.70880		
1.70314		
1.68102		

1.67779
 1.65711
 1.63273
 1.57060
 1.56478
 1.52760
 1.52451
 1.49562
 1.48203
 1.47469
 1.45688
 1.27319
 1.19145
 1.18198
 1.15501
 1.09281
 0.0
 END

şeklinde bir giriş veri kütüğü vardır. Bu giriş verisi incelendiğinde; numunenin adının yazılabileceği bir bölüm, parametrelerin girilebileceği bir bölüm, kırınım deseninden elde edilen pik şiddetlerinin yazılacağı bir bölüm ve yazılacaksa diğer parametrelerin yazılabileceği bir başka bölümden oluşmaktadır. Programın çalışması için en az 20 pik değeri girilmelidir ama istenildiği kadar pik kullanılabilir. Giriş verileri genelde $d(\text{\AA})$, 2θ ve θ şeklinde olmalıdır. Bu değerler girilirken açı değerleri kullanılıyorsa artan değerlerde, d değeri kullanılıyorsa, genelde azalan değerler şeklinde giriş verilesine girilmelidir.

ITO13 bilgisayar programı toz kırınım çalışmalarında birim hücreyi bulmak için;

$$\left(\frac{2 \sin \theta}{\lambda}\right)^2 = \frac{1}{d^2} = h^2 a^{*2} + k^2 b^{*2} + l^2 c^{*2} + kl2b^2c^2 \cos \alpha + l^2 c^{*2} + hl2a^2c^2 \cos \beta + l^2 c^{*2} + hk2a^2b^2 \cos \gamma^* \quad (4.2)$$

formülünü kullanarak hesaplamalarını yapar. Burada;

$$Q = 10^4 / d^2 \quad (4.3)$$

olmak üzere;

$$Q(hkl) = h^2 A + k^2 B + l^2 C + klD + hlE + hkF \quad (4.4)$$

şeklinde kısaca yazılabilir ve ITO13 programının amacı buradaki A, B, C, D, E, F sabitlerini bulmaya çalışmaktır [15].

4.9. DICVOL (91ve 06) Bilgisayar Programı

Toz kırınım desenlerinin idislenmesinde ve numune hakkındaki bilgilere ulaşmak için kullanılan bir başka bilgisayar programı da DICVOL'dır. Dicvol programı, eksen açıları ile birim hücre kenar uzunluklarının değiştirilmesiyle çözüm aramaya çalışır. İlk defa ortorombik sistemler için uygulanmaya başlandı. Bu program daha sonra monoklinik ve triklinik sistemler için geliştirildi ve Dicvol91 olarak adlandırıldı. Dicvol kübik, tetragonal, hekzagonal, ortorombik, monoklinik ve triklinik sistemleri sırasıyla inceleyerek bir çözüm bulmaya çalışır. Programın giriş verileri;

Na₂CO₃ Numunesi

42 3 0 0 0 0 1 0

0. 0. 0. 0. 0. 0. 0.

1.540598 105.99 2.546 0.

0.0 0.0 0 0 0 0

4.48390

3.89713

3.76998

3.41656

3.22934

2.96463

2.84135

2.71219

2.61972

2.59762

2.58310

2.54613

2.43206

2.39518

2.36842

2.35766

2.25563

2.24680

2.19342

2.18227

2.17382

2.11772

2.03259

1.94905

1.93119

1.88352
 1.88131
 1.87987
 1.71140
 1.70880
 1.68102
 1.67779
 1.65711
 1.63273
 1.56478
 1.52451
 1.49562
 1.48203
 1.44688
 1.27319
 1.18198
 1.09281

şeklinde. Dcvol giriş verileri incelendiğinde, ilk sırada programı tanımlamak için bir bölüm vardır. İkinci sırada ise, kullanılan pik sayısı, girilecek olan veri θ ise 1, 2θ ise 2, d ise 3, $10^4/d^2$ (Q) ise 4 olarak girilen bir bölüm vardır. Hangi testlerin yapılması isteniyorsa 1 istenmiyorsa 0 değerlerinin girileceği bir başka bölüm daha vardır. Buradaki sıra kübik, tetragonal, hekzagonal, ortorombik, monoklinik ve triklinik şeklinde sıralanmıştır.

Giriş verilerinin üçüncü sırasında, sırasıyla şu veriler girilebilir: A, B, C, A^3 cinsinden hacmin minimum ve maksimum değerleri ile birim hücre açıları girilir. Bu açı değeri 90° ile 125° arasında hesaplanır.

Verinin dördüncü bölümünde, kullanılan radyasyonun dalga boyu, numunenin molekül ağırlığı, numunenin yoğunluğu ve ihmal değerleri girilir. Beşinci bölümde ise mevcut hata değerlerinin girilebileceği bir bölüm vardır. Son bölüm ise toz kırınım deseninden elde edilen piklerin değerlerinin girildiği bir bölümdür.

Bu bilgisayar programlarının nasıl çalıştığını anladıktan sonra sıra, numunenin yapısını ve birim hücre parametrelerini bulmaya gelmiştir.

5. BÖLÜM

KRİSTAL YAPI ARAŞTIRMASI

5.1. Giriş

Toz kırınım çalışmalarının başladığı ilk zamandan beri birçok maddenin kristal yapısı belirlenmiştir. Bunun sebebi de kristal yapısı belirlenen bir maddenin, kristal yapısı belirlenmeyen başka bir maddeye göre daha kullanılabilir olmasıdır. Buna göre basit yapıya sahip olan maddelerin kristal yapıları hemen belirlenebildiği gibi yapısı daha karışık olan maddelerin kristal yapıları çok daha uzun zamanlarda belirlenebilir.

Kristal yapı araştırmalarında şu kesinlikle bilinmelidir. Bir kristalden dolayı oluşan kırınım deseni o maddenin kristal yapısını içeren yansımaları içerir, bu da kristal hakkında gerekli bilgilere ulaşılmasını sağlar. Kristal yapısı bilinen bir maddenin olası difraksiyon desenleri hesaplanabileceği gibi difraksiyon desenlerinden de kristal yapı bulunabilir. Ama difraksiyon desenlerinden kristal yapı tayinini bulmak daha zordur. Bu tayin sırasında birçok olasılık olduğundan, kristal yapıyı deneyerek bulma yöntemi uygulanır. Bu sırada bulunan hesaplanmış değerler ile daha önceden bulunan değerler arasında bir uyuma varsa bilinmeyen maddenin kristal yapısı ve maddeye ait diğer tüm parametrelere ulaşılmış olur.

Bilinmeyen bir maddenin tayini üç adımda gerçekleştirilir.

1. Birim hücrenin şekli ve büyüklüğü difraksiyon piklerinin açısall durumları göz önüne alınarak yapılır. Birim hücrenin yapısı bilinmediğinden yedi birim hücre tek tek denenerek hesaplama yapılmaya çalışılır. Hesaplamalar sırasında kırınım desenindeki pikler Miller indisleri ile eşleştirilmeye çalışılır. Pikler Miller indisleri ile eşleştirildiği vakit maddenin birim hücre yapısı belirlenmiş olur.

2. Birim hücredeki atomların sayısı birim hücrenin şekli ve büyüklüğü, kimyasal şekli, ölçülerek bulunmuş yoğunluğundan hesaplanır.
 3. Atomların birim hücre içindeki pozisyonları, difraksiyon piklerinin şiddetini belirler.
- Bu adımlar tamamlandığı zaman kristal yapı tayini tamamlanmış olur.

5.2. Kırınım Deseni Üzerinde Çalışma

Kristal yapı tayinine, toz kırınım deseninin elde edilmesiyle işe başlanır. Numuneden elde edilen kırınım deseninin de mümkün olduğunca geniş ama çok geniş olması durumunda da geri yansıma bölgesi oluşabilir, 2θ açısı taraması yapılmaktadır. Kırınım deseninin elde edilmesiyle her pik için $\sin^2\theta$ değerleri hesaplanır.

Kırınım deseninin temiz olabilmesi için kullanılacak X –ışınları demetinin tek dalga boyu olması, çalışmaları oldukça rahatlatacaktır. Böylelikle elde edilen desende sadece numuneden dolayı meydana gelecek kırınımlar bulunacaktır. Eğer kırınım deseni çok karışıksa bunun iki nedeni vardır. Ya kullanılan X –ışınları tek dalga boyu değildir ya da kullanılan numune içerisinde safsızlıkların bulunmasıdır.

Toz kırınım çalışmalarının yapılabilmesi için, kullanılan numunenin kristal yapıda olması ve mümkün olduğunca saf olması gerekmektedir.

5.3. XRD Kırınım Deseni Elde Edilen Na_2CO_3 (Sodyum Karbonat) Bileşiği

Na_2CO_3 (Sodyum Karbonat), çamaşır sodası, çamaşır tozu gibi bilinen bir karbonik asit sodyum tuzudur. Susuz sodyum karbonat beyaz, kristalimsi, kokusuz toz şeklindedir. Havadan su buharını emerek tek sulu sodyum karbonata dönüşür. Tek sulu sodyum karbonat ise alkalın (bazik) tattadır.

Kullanım alanları: Sodyum karbonat cam yapımında, kağıt hamuru hazırlanmasında, deterjan yapımında, sodyum silikat ve sodyum fosfat gibi kimyasallarla kullanılır. Ayrıca kimyasal endüstride bir alkalın etken olarak kullanılır. Evlerde çamaşır yumuşatıcısı olarak kullanılır. Sodyum karbonat sert suda, magnezyum ve kalsiyum iyonları ile etkileşime girerek bu iyonların zararlı etkilerini yok eder. Sodyum karbonat kullanılmadığında deterjanlar bu iyonları emerler. Makine yağını, yağ ve alkali lekelerin

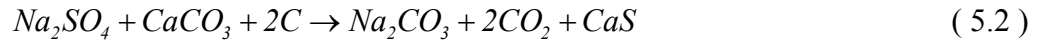
kaldırılmasında etkilidir. Ayrıca sodyum karbonat bir pH düzenleyici ve endüstride nem azaltıcı olarak da kullanılır.

Meydana gelmesi: Sodyum karbonat, suda eriyerek kurak bölgelerde doğal olarak meydana gelebilir. Özellikle mineral çökeltilerin buharlaşmanın oluşmasıyla göllerde zaman zaman meydana gelebilir. Mineral soda çökeltileri sodyum karbonat ve sodyum bikarbonatın bir bileşimi olarak eskiden beri elde ediliyordu. Elde edilen bu bileşiklerle de mumyalama işlemleri gerçekleştiriliyordu. Sodyum karbonat içerdiği su miktarı bakımından karşımıza üç değişik bileşik halinde çıkar. Bunlar; on sulu sodyum karbonat, yedi sulu sodyum karbonat ve bir sulu sodyum karbonattır.

Üretilmi: 1791'de Fransız kimyager Nicolas Leblanc, sodyum karbonatın üretimi için bir yöntem geliştirdi. Bu yöntemde tuz, sülfürik asit, kireç taşı ve karbon kullanıldı. İlk olarak deniz suyunu sülfürik asit ile kaynattı ve sodyum sülfat ve hidroklorik asit gazı elde etti.



Sonra sodyum sülfat, ezilmiş kireç taşı (kalsiyum karbonat) ve karbon ile karıştırılır. Daha sonra karışım tutuşturularak yakılır ve sodyum karbonat ile birlikte karbon dioksit ve kalsiyum sülfat elde edilir.



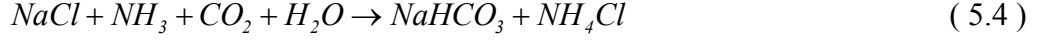
Sodyum karbonat su kullanılarak diğer maddelerden ayrıştırılır. Ve daha sonra suyun buharlaştırılmasıyla sodyum karbonat elde edilmiş olur.

Leblanc yöntemi ile hidroklorik asit üretimi hava kirliliğinin başlıca sebeplerinden biriydi ve kalsiyum sülfat bu işlemler sırasında yan ürün olarak üretiliyordu. Bu yöntem 1880'lere kadar sodyum karbonatın üretimi için kullanılan bir yöntem olmuştur.

1861'de Belçikalı kimyacı Ernest Solvay, amonyak kullanarak sodyum kloridi sodyum karbonata çevirecek bir yöntem geliştirdi. Solvay yöntemi olarak bilinen bu yöntemde, bir kulenin olduğu düşünüldüğünde en altta, kalsiyum karbonatın ısıtılmasıyla karbon dioksit salınır.



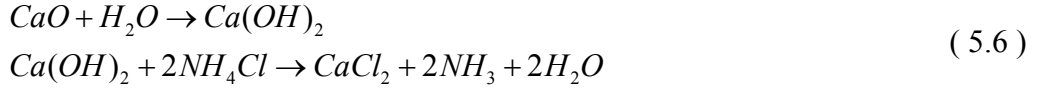
Bu kulenin en üstünde ise sodyum klorid çözeltisini veren ve amonyağın girişi vardır. Bu noktada sodyum klorür, amonyak, karbondioksit ve su kaynatılarak sodyum bikarbonat ve amonyum klorür elde edilir. Bu tepkimede sodyum bikarbonat çökelir.



Sodyum bi karbonat daha sonra ısıtılarak su ve karbondioksit salması sağlanarak, sodyum karbonat elde edilir.



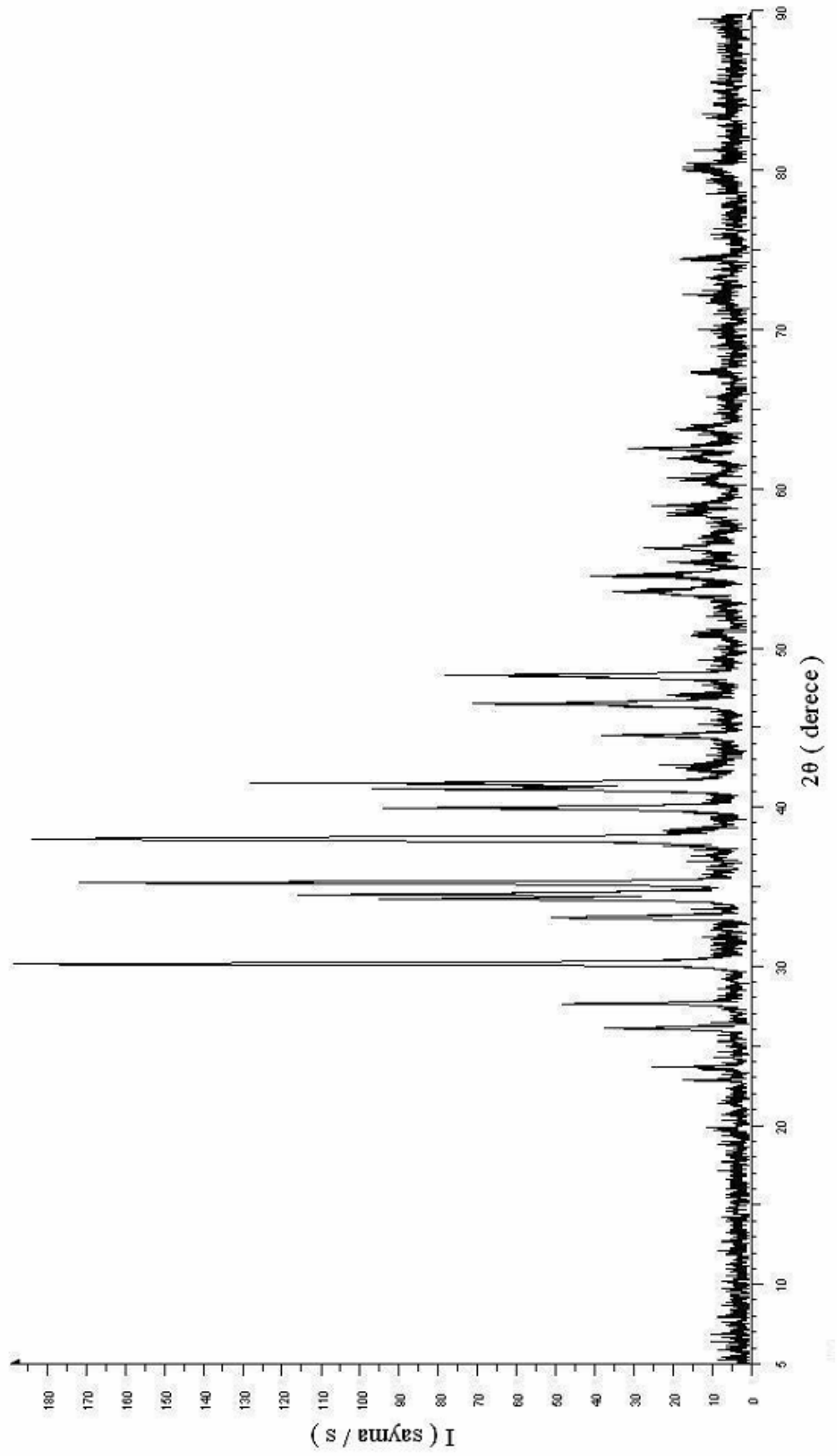
Bu sırada amonyak, karbondioksit üretiminden arta kalan kireç ile işlenerek, amonyum klorür elde edilir.



Solvay yöntemi, amonyağı yeniden işler ve yöntem sadece tuzlu su ve kireçtaşı tüketerek kalsiyum klorid gibi yan ürünler elde edilir. Solvay yöntemi Leblanc yöntemine göre daha ekonomiktir ve günümüzde sodyum karbonat Solvay yöntemi ile üretilmektedir [16].

Kullanım tedbirleri: Sodyum karbonat deriyi tahriş edici, buharı ve toz zerrelere solunum yolunu tahriş edicidir. Sodyum karbonatın kapalı kutularda tutulup uygun bir havalandırma sağlanarak, kuru ve serin bir yerde muhafaza edilmesi sağlanmalıdır. Tozu veya buharının solunması ve deri ile sürekli teması sakıncalıdır. İçilmemelidir. Gözlerin korunması için güvenlik gözlükleri takılmalı, ellerde de lastik eldiven kullanılmalıdır.

İlk yardım: Temas durumunda gözler ve deri 15 dakika kadar bol su ile yıkanmalıdır. Gözler için bir hekime başvurulması uygun olur. Yutulması durumunda ise tıbbi yardım kesin olarak alınmalıdır [17]. Bu bilgilerden sonra Na_2CO_3 (Sodyum Karbonat) numunesinin kristal yapısını araştırıldı.



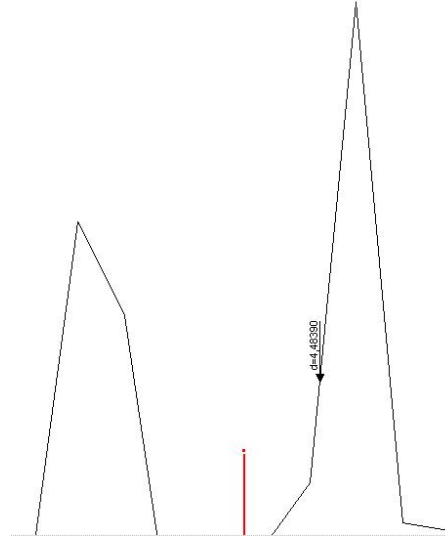
Şekil 5.1. Na_2CO_3 (Sodyum Karbonat) Numunesinin Toz Kırınım Deseni.

Tablo 5.1. Na₂CO₃ (Sodyum Karbonat) Numunesinin Toz Kırınım Desenesinin EVA Programından Elde Edilen Piklere Ait Bilgiler

d (Å)	2-Theta	Count	%
4,48390	19,784	2,45	1,9
3,89713	22,800	8,94	6,5
3,76998	23,580	15,0	10,9
3,41656	26,060	21,5	15,6
3,22934	27,600	35,1	25,4
2,96463	30,120	138	100,0
2,84135	31,460	8,32	6,3
2,71219	33,000	31,9	23,2
2,61972	34,200	49,0	37,2
2,59762	34,500	79,0	57,3
2,58310	34,700	9,67	7,4
2,54613	35,220	128	93,1
2,45324	36,600	10,9	8,3
2,43206	36,930	7,97	6,1
2,39518	37,520	10,1	7,3
2,36842	37,960	135	97,6
2,35766	38,140	31,2	22,39
2,25563	39,937	62,4	45,3
2,24680	40,100	13,2	9,6
2,19342	41,120	59,9	43,4
2,18227	41,340	35,8	27,2
2,17382	41,508	76,7	58,2
2,11772	42,660	12,3	8,9
2,03259	44,540	18,7	13,6
2,00530	45,180	8,55	6,5
1,94905	46,559	47,3	36,0
1,93119	47,016	15,2	6,0
1,88352	48,280	52,0	39,5
1,88131	48,341	36,2	26,2
1,87987	48,380	26,2	19,9
1,87042	48,640	9,43	7,2
1,71733	53,301	10,1	7,7
1,71140	53,500	22,4	16,2
1,70880	53,588	19,8	12,45
1,70314	53,780	10,1	7,7
1,68102	54,546	16,4	12,5
1,67779	54,660	15,3	11,1
1,65711	55,400	10,9	7,9
1,63273	56,301	15,7	11,4
1,57060	58,740	9,16	7,0
1,56478	58,980	12,8	9,3
1,52760	60,564	7,82	5,9
1,52451	60,699	13,2	9,6
1,49562	62,000	13,2	9,5
1,48203	62,632	21,0	13,68

1,47469	62,980	9,86	7,5
1,45688	63,840	10,3	7,5
1,27319	74,460	10,5	7,6
1,19145	80,560	9,47	7,2
1,18198	81,340	13,1	9,5
1,15501	83,660	8,61	6,5
1,09281	89,640	8,88	6,7

Tablo %6'nın üzerindeki pikler dikkate alınarak hazırlanmıştır.



Şekil 5.2. 1. Pikin Görüntüsü.

Yukarıdaki tabloda yer alan ve EVA bilgisayar programında görüntülenen $d=4,48390\text{\AA}$ piki, tepe noktasından alınarak indislenmeye çalışıldığında, analitik işlemler ve bilgisayar programları kullanılarak indislenmesi sağlanamamıştır. Bu sebepten dolayı şekil 5.2. de görüldüğü gibi pikin yeri seçilerek numunemizin indislenmesi sağlanmıştır.

5.4. Kübik Test

Bilinmeyen bir numuneye ait toz kırınım deseninde yapılması gereken ilk çalışma numunenin kübik yapıda olup olmadığının araştırılmasıdır. Bunun nedeni de kübik kristal sistemin, tabiatla en çok rastlanan kristal sistemi olduğu içindir. Kübik bir kristal için birbirine komşu iki düzlem arasındaki mesafe;

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (5.7)$$

denklemini ile ifade edilir. Bragg eşitliğinde bu ifadeyi uygun yere koyarsak;

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (5.8)$$

$$n\lambda = 2 \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \sin\theta \quad (5.9)$$

olur. Bu ifadede $\sin\theta$ 'yı çekecek olursak;

$$\sin\theta = \frac{n\lambda\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}{2a} \quad (5.10)$$

ve bu ifadenin karesini alırsak;

$$\sin^2\theta = \frac{n^2\lambda^2(h^2 + k^2 + l^2)}{4a^2} \quad (5.11)$$

ifadesi şekline gelmiş olur. $n = 1$ ve A yapı faktörü olmak üzere

$$A = \frac{\lambda^2}{4a^2} \quad (5.12)$$

yazılırsa, kübik sistem için genel denklemimizi kısaca;

$$\sin^2\theta_{hkl} = A(h^2 + k^2 + l^2) \quad (5.13)$$

şeklinde yazılabilir.

Burada dikkat edilirse, $(h^2 + k^2 + l^2)$ ifadesi tam sayıların kareleri toplamını veren bir ifadedir. Bu ifadenin alabileceği ve alamayacağı tam sayılar vardır. Alamayacağı tam sayılara yasaklı sayılar denir ve $4n(8m+7)$ ifadesinden çıkarılır. n ve m herhangi iki tam sayıdır.

Tablo 5.2. Kübik Sistem İçin Bazı $(h^2 + k^2 + l^2)$ Değerleri Toplamı Tablosu

Kristal yapı	$(h^2 + k^2 + l^2)$ değerleri toplamı
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 Sayılar	7, 15

Bundan sonra yapılacak işlem $\sin^2\theta$ değerlerini sırasıyla yukarıdaki tabloda bulunan sayılara bölerek kübik test tablosu oluşturmaktır. Elde edeceğimiz bu değerlerin, numunemizden elde ettiğimiz $\sin^2\theta$ değeri ile uyuşması halinde numunenin kübik yapıda olduğu söylenebilir. Bu durumda A değeri bulunmuş olur. Buradan da a düzlemler arası mesafe bulunarak birim hücreye ait bilgilere ulaşılmış olur.

Yukarıdaki tablodan elde edilen $(h^2 + k^2 + l^2)$ değerleri bir bakıma Miller indislerini vermekte ve yansımaların hangi düzlemlerden olabileceğini söylemektedir. Mesela yüzey merkezli kübik bir kristal yapıda $(h^2 + k^2 + l^2)$ toplamının 4 olduğu bir durumda (200), (020), (002) düzlemlerinden yansıma beklenir. Bir başka indise sahip düzlemlerden yüzey merkezli kübik bir yansıma gerçekleşmez.

Kübik test tablosu hazırlandıktan sonra tablo içerisinde en çok tekrar eden sayı bulunmaya çalışılır. En çok tekrar eden sayıyı A olarak kabul ettikten sonra 200, 300, 400, 110, 120, 130, 210, 220... gibi düzlemlere karşılık gelen $\sin^2\theta$ değerlerinin tabloda olup olmadıklarına bakılır. Değerler tabloda varsa yaptığımız işlem doğrudur. Bu durumda numunemizin kübik yapıda olduğunu söyleyebiliriz.

Tablo 5.3. Na₂CO₃ (Sodyum Karbonat) Numunesi İçin Kübik Test Tablosu

	20	0	Sin0	Sin°0	Sin°0/2	Sin°0/3	Sin°0/4	Sin°0/5	Sin°0/6	Sin°0/8	Sin°0/9	Sin°0/10	Sin°0/11	Sin°0/12	Sin°0/13	Sin°0/14
1	19,7841	9,89205	0,17179	0,02951	0,01476	0,00984	0,00738	0,00590	0,00492	0,00369	0,00328	0,00295	0,00268	0,00246	0,00227	0,00211
2	22,8001	11,40005	0,19766	0,03907	0,01953	0,01302	0,00977	0,00781	0,00651	0,00488	0,00434	0,00391	0,00355	0,00326	0,00301	0,00279
3	23,5799	11,78995	0,20432	0,04175	0,02087	0,01392	0,01044	0,00835	0,00696	0,00522	0,00464	0,00417	0,00380	0,00348	0,00321	0,00298
4	26,0599	13,02995	0,22546	0,05083	0,02542	0,01694	0,01271	0,01017	0,00847	0,00635	0,00565	0,00508	0,00462	0,00424	0,00391	0,00363
5	27,5998	13,79990	0,23853	0,05690	0,02845	0,01897	0,01422	0,01138	0,00948	0,00711	0,00632	0,00569	0,00517	0,00474	0,00438	0,00406
6	30,1200	15,06000	0,25983	0,06751	0,03376	0,02250	0,01688	0,01350	0,01125	0,00844	0,00750	0,00675	0,00614	0,00563	0,00519	0,00482
7	31,4599	15,72995	0,27110	0,07350	0,03675	0,02450	0,01837	0,01470	0,01225	0,00919	0,00817	0,00735	0,00668	0,00612	0,00565	0,00525
8	32,9998	16,49990	0,28401	0,08066	0,04033	0,02689	0,02017	0,01613	0,01344	0,01008	0,00896	0,00807	0,00733	0,00672	0,00620	0,00576
9	34,1999	17,09995	0,29404	0,08646	0,04323	0,02882	0,02161	0,01729	0,01441	0,01081	0,00961	0,00865	0,00786	0,00720	0,00665	0,00618
10	34,4999	17,24995	0,29654	0,08794	0,04397	0,02931	0,02198	0,01759	0,01466	0,01099	0,00977	0,00879	0,00799	0,00733	0,00676	0,00628
11	34,7000	17,35000	0,29821	0,08893	0,04446	0,02964	0,02223	0,01779	0,01482	0,01112	0,00988	0,00889	0,00808	0,00741	0,00684	0,00635
12	35,2202	17,61010	0,30254	0,09153	0,04576	0,03051	0,02288	0,01831	0,01525	0,01144	0,01017	0,00915	0,00832	0,00763	0,00704	0,00654
13	36,6000	18,30000	0,31399	0,09859	0,04930	0,03286	0,02465	0,01972	0,01643	0,01232	0,01095	0,00986	0,00896	0,00822	0,00758	0,00704
14	36,9303	18,46515	0,31673	0,10032	0,05016	0,03344	0,02508	0,02006	0,01672	0,01254	0,01115	0,01003	0,00912	0,00836	0,00772	0,00717
15	37,5199	18,75995	0,32160	0,10343	0,05171	0,03448	0,02586	0,02069	0,01724	0,01293	0,01149	0,01034	0,00940	0,00862	0,00796	0,00739
16	37,9600	18,98000	0,32524	0,10578	0,05289	0,03526	0,02644	0,02116	0,01763	0,01322	0,01175	0,01058	0,00962	0,00881	0,00814	0,00756
17	38,1399	19,06995	0,32672	0,10675	0,05337	0,03558	0,02669	0,02135	0,01779	0,01334	0,01186	0,01067	0,00970	0,00890	0,00821	0,00762
18	39,9367	19,96835	0,34150	0,11662	0,05831	0,03887	0,02916	0,02332	0,01944	0,01458	0,01296	0,01166	0,01060	0,00972	0,00897	0,00833
19	40,1004	20,05020	0,34284	0,11754	0,05877	0,03918	0,02939	0,02351	0,01959	0,01469	0,01306	0,01175	0,01069	0,00980	0,00904	0,00840
20	41,1198	20,55990	0,35119	0,12333	0,06167	0,04111	0,03083	0,02467	0,02056	0,01542	0,01370	0,01233	0,01121	0,01028	0,00949	0,00881
21	41,3403	20,67015	0,35299	0,12460	0,06230	0,04153	0,03115	0,02492	0,02077	0,01558	0,01384	0,01246	0,01133	0,01038	0,00958	0,00890
22	41,5077	20,75385	0,35435	0,12557	0,06278	0,04186	0,03139	0,02511	0,02093	0,01570	0,01395	0,01256	0,01142	0,01046	0,00966	0,00897
23	42,6602	21,33010	0,36374	0,13231	0,06615	0,04410	0,03308	0,02646	0,02205	0,01654	0,01470	0,01323	0,01203	0,01103	0,01018	0,00945
24	44,5404	22,27020	0,37897	0,14362	0,07181	0,04787	0,03591	0,02872	0,02394	0,01795	0,01596	0,01436	0,01306	0,01197	0,01105	0,01026

25	45,1798	22,58990	0,38413	0,14756	0,07378	0,04919	0,03689	0,02951	0,02459	0,01844	0,01640	0,01476	0,01341	0,01230	0,01135	0,01054
26	46,5592	23,27960	0,39522	0,15620	0,07810	0,05207	0,03905	0,03124	0,02603	0,01952	0,01736	0,01562	0,01420	0,01302	0,01202	0,01116
27	47,0155	23,50775	0,39887	0,15910	0,07955	0,05303	0,03977	0,03182	0,02652	0,01989	0,01768	0,01591	0,01446	0,01326	0,01224	0,01136
28	48,2801	24,14005	0,40897	0,16726	0,08363	0,05575	0,04181	0,03345	0,02788	0,02091	0,01858	0,01673	0,01521	0,01394	0,01287	0,01195
29	48,3404	24,17020	0,40945	0,16765	0,08382	0,05588	0,04191	0,03353	0,02794	0,02096	0,01863	0,01676	0,01524	0,01397	0,01290	0,01197
30	48,3798	24,18990	0,40976	0,16791	0,08395	0,05597	0,04198	0,03358	0,02798	0,02099	0,01866	0,01679	0,01526	0,01399	0,01292	0,01199
31	48,6400	24,32000	0,41183	0,16961	0,08480	0,05654	0,04240	0,03392	0,02827	0,02120	0,01885	0,01696	0,01542	0,01413	0,01305	0,01211
32	53,3008	26,65040	0,44855	0,20119	0,10060	0,06706	0,05030	0,04024	0,03353	0,02515	0,02235	0,02012	0,01829	0,01677	0,01548	0,01437
33	53,5001	26,75005	0,45010	0,20259	0,10129	0,06753	0,05065	0,04052	0,03376	0,02532	0,02251	0,02026	0,01842	0,01688	0,01558	0,01447
34	53,5881	26,79405	0,45078	0,20321	0,10160	0,06774	0,05080	0,04064	0,03387	0,02540	0,02258	0,02032	0,01847	0,01693	0,01563	0,01451
35	53,7804	26,89020	0,45228	0,20456	0,10228	0,06819	0,05114	0,04091	0,03409	0,02557	0,02273	0,02046	0,01860	0,01705	0,01574	0,01461
36	54,5463	27,27315	0,45823	0,20998	0,10499	0,06999	0,05249	0,04200	0,03500	0,02625	0,02333	0,02100	0,01909	0,01750	0,01615	0,01500
37	54,6601	27,33005	0,45912	0,21079	0,10539	0,07026	0,05270	0,04216	0,03513	0,02635	0,02342	0,02108	0,01916	0,01757	0,01621	0,01506
38	55,4004	27,70020	0,46485	0,21608	0,10804	0,07203	0,05402	0,04322	0,03601	0,02701	0,02401	0,02161	0,01964	0,01801	0,01662	0,01543
39	56,3006	28,15030	0,47179	0,22258	0,11129	0,07419	0,05565	0,04452	0,03710	0,02782	0,02473	0,02226	0,02023	0,01855	0,01712	0,01590
40	58,7398	29,36990	0,49045	0,24054	0,12027	0,08018	0,06013	0,04811	0,04009	0,03007	0,02673	0,02405	0,02187	0,02004	0,01850	0,01718
41	58,9803	29,49015	0,49227	0,24233	0,12117	0,08078	0,06058	0,04847	0,04039	0,03029	0,02693	0,02423	0,02203	0,02019	0,01864	0,01731
42	60,5639	30,28195	0,50426	0,25427	0,12714	0,08476	0,06357	0,05085	0,04238	0,03178	0,02825	0,02543	0,02312	0,02119	0,01956	0,01816
43	60,6995	30,34975	0,50528	0,25530	0,12765	0,08510	0,06383	0,05106	0,04255	0,03191	0,02837	0,02553	0,02321	0,02128	0,01964	0,01824
44	61,9999	30,99995	0,51504	0,26526	0,13263	0,08842	0,06632	0,05305	0,04421	0,03316	0,02947	0,02653	0,02411	0,02211	0,02040	0,01895
45	62,6323	31,31615	0,51976	0,27015	0,13508	0,09005	0,06754	0,05403	0,04503	0,03377	0,03002	0,02702	0,02456	0,02251	0,02078	0,01930
46	62,9796	31,48980	0,52235	0,27285	0,13642	0,09095	0,06821	0,05457	0,04547	0,03411	0,03032	0,02728	0,02480	0,02274	0,02099	0,01949
47	63,8397	31,91985	0,52873	0,27956	0,13978	0,09319	0,06989	0,05591	0,04659	0,03494	0,03106	0,02796	0,02541	0,02330	0,02150	0,01997
48	74,4599	37,22995	0,60502	0,36604	0,18302	0,12201	0,09151	0,07321	0,06101	0,04576	0,04067	0,03660	0,03328	0,03050	0,02816	0,02615
49	80,5599	40,27995	0,64652	0,41799	0,20900	0,13933	0,10450	0,08360	0,06967	0,05225	0,04644	0,04180	0,03800	0,03483	0,03215	0,02986
50	81,3403	40,67015	0,65170	0,42472	0,21236	0,14157	0,10618	0,08494	0,07079	0,05309	0,04719	0,04247	0,03861	0,03539	0,03267	0,03034
51	83,6597	41,82985	0,66692	0,44478	0,22239	0,14826	0,11120	0,08896	0,07413	0,05560	0,04942	0,04448	0,04043	0,03707	0,03421	0,03177
52	89,6397	44,81985	0,70488	0,49686	0,24843	0,16562	0,12421	0,09937	0,08281	0,06211	0,05521	0,04969	0,04517	0,04140	0,03822	0,03549

Na_2CO_3 (Sodyum Karbonat) için hazırlanan kübik test tablosu 52 pikten meydana gelmektedir. Tablodaki değerlerden en çok tekrar eden sayıyı bulmaya en küçük sayılardan başlanır. Aşağıdaki tablo en çok tekrar eden sayılar dikkate alınarak yapılmıştır. Daha az tekrar eden sayılara tabloda yer verilmemiştir.

Tablo5.4. Kübik Test Tekrar Tablosu

5 defa tekrar eden pikler	0,0090 0,0114 0,0120
4 defa tekrar eden pikler	0,0052 0,0076 0,0098 0,0110 0,0129 0,0130 0,0147 0,0156 0,0169 0,0196 0,0210

Tablo incelendiği zaman en çok tekrar eden sayının 5 defa tekrar ile 0,0090, 0,0114 ve 0,0120 olduğu görülür. Bu değerleri kullanarak olası A değeri olup olmadığını bulmaya çalışmalıyız. 3 defa, 2 defa ve 1 defa tekrar eden piklerin sayıları çok olduğundan buraya yazılmadı.

$\sin^2\theta$ değerlerini hesaplarken bazı indislerin birbirleriyle aynı değere sahip olduklarını görürüz. Mesela $A=0,0090$ değeri için, 221 indisi ile 300 indisi aynı $\sin^2\theta$ değerine sahip olduğu görülür. İşlemlerin uzamaması için tüm $\sin^2\theta$ değerlerinden sadece biri gelecek şekilde hesaplama yapacağız. Aynı şekilde diğer A değerlerimiz içinde aynı şekilde hesaplama yapılacaktır.

$A= 0,0090$ değeri için $\sin^2\theta$ değerlerini hesaplayalım.

$\sin^2\theta_{1\ 0\ 0} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 1$	$A = 0,00900$	
$\sin^2\theta_{2\ 0\ 0} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 4$	$A = 0,03600$	
$\sin^2\theta_{3\ 0\ 0} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 9$	$A = 0,08100$	Bu deęer var.
$\sin^2\theta_{4\ 0\ 0} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 16$	$A = 0,14400$	Bu deęer var.
$\sin^2\theta_{5\ 0\ 0} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 25$	$A = 0,22500$	
$\sin^2\theta_{6\ 0\ 0} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 36$	$A = 0,32400$	
$\sin^2\theta_{7\ 0\ 0} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 49$	$A = 0,44100$	
$\sin^2\theta_{1\ 1\ 0} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 2$	$A = 0,01800$	
$\sin^2\theta_{2\ 2\ 0} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 8$	$A = 0,07200$	
$\sin^2\theta_{3\ 3\ 0} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 18$	$A = 0,16200$	
$\sin^2\theta_{4\ 4\ 0} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 32$	$A = 0,28800$	
$\sin^2\theta_{5\ 5\ 0} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 50$	$A = 0,45000$	
$\sin^2\theta_{1\ 1\ 1} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 3$	$A = 0,02700$	
$\sin^2\theta_{2\ 2\ 2} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 12$	$A = 0,10800$	
$\sin^2\theta_{3\ 3\ 3} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 27$	$A = 0,24300$	
$\sin^2\theta_{4\ 4\ 4} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 48$	$A = 0,43200$	
$\sin^2\theta_{2\ 1\ 0} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 5$	$A = 0,04500$	
$\sin^2\theta_{2\ 1\ 1} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 6$	$A = 0,05400$	
$\sin^2\theta_{3\ 2\ 1} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 14$	$A = 0,12600$	Bu deęer var.
$\sin^2\theta_{3\ 1\ 1} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 11$	$A = 0,09900$	Bu deęer var.

$\sin^2\theta_{212} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 9 \quad A = 0,08100$	Bu deęer var.
$\sin^2\theta_{312} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 14 \quad A = 0,12600$	Bu deęer var.
$\sin^2\theta_{331} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 19 \quad A = 0,17100$	
$\sin^2\theta_{332} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 22 \quad A = 0,19800$	
$\sin^2\theta_{410} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 17 \quad A = 0,15300$	
$\sin^2\theta_{420} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 20 \quad A = 0,18000$	
$\sin^2\theta_{421} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 21 \quad A = 0,18900$	
$\sin^2\theta_{422} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 24 \quad A = 0,21600$	Bu deęer var.
$\sin^2\theta_{510} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 26 \quad A = 0,23400$	
$\sin^2\theta_{520} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 29 \quad A = 0,26100$	
$\sin^2\theta_{530} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 34 \quad A = 0,30600$	
$\sin^2\theta_{531} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 35 \quad A = 0,31500$	
$\sin^2\theta_{532} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 38 \quad A = 0,34200$	
$\sin^2\theta_{533} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 43 \quad A = 0,38700$	
$\sin^2\theta_{620} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 40 \quad A = 0,36000$	
$\sin^2\theta_{640} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 52 \quad A = 0,46800$	
$\sin^2\theta_{641} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 53 \quad A = 0,47700$	
$\sin^2\theta_{642} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 56 \quad A = 0,50400$	
$\sin^2\theta_{660} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 72 \quad A = 0,64800$	
$\sin^2\theta_{662} = A(h^2+k^2+l^2)$	$= 76 \quad A = 0,68400$	

$$\sin^2\theta_{711} = A(h^2+k^2+l^2) = 51 \quad A = 0,45900$$

$$\sin^2\theta_{731} = A(h^2+k^2+l^2) = 59 \quad A = 0,53100$$

$$\sin^2\theta_{733} = A(h^2+k^2+l^2) = 67 \quad A = 0,60300$$

$$\sin^2\theta_{751} = A(h^2+k^2+l^2) = 75 \quad A = 0,67500$$

$$\sin^2\theta_{630} = A(h^2+k^2+l^2) = 45 \quad A = 0,40500$$

$$\sin^2\theta_{820} = A(h^2+k^2+l^2) = 68 \quad A = 0,61200$$

$$\sin^2\theta_{840} = A(h^2+k^2+l^2) = 80 \quad A = 0,72000$$

$$\sin^2\theta_{911} = A(h^2+k^2+l^2) = 83 \quad A = 0,74700$$

Tablodan da görüldüğü gibi piklerin çoğu indislenemedi. Diğer değerimiz olan $A=0,0114$ değerini kullanarak $\sin^2\theta$ değerlerini indislemeye çalışırsak.

$$\sin^2\theta_{100} = A(h^2+k^2+l^2) = 1 \quad A = 0,01140$$

$$\sin^2\theta_{200} = A(h^2+k^2+l^2) = 4 \quad A = 0,04560$$

$$\sin^2\theta_{300} = A(h^2+k^2+l^2) = 9 \quad A = 0,10260$$

$$\sin^2\theta_{400} = A(h^2+k^2+l^2) = 16 \quad A = 0,18240$$

$$\sin^2\theta_{500} = A(h^2+k^2+l^2) = 25 \quad A = 0,28500$$

$$\sin^2\theta_{600} = A(h^2+k^2+l^2) = 36 \quad A = 0,41040$$

$$\sin^2\theta_{700} = A(h^2+k^2+l^2) = 49 \quad A = 0,55860$$

$$\sin^2\theta_{110} = A(h^2+k^2+l^2) = 2 \quad A = 0,02280$$

$$\sin^2\theta_{220} = A(h^2+k^2+l^2) = 8 \quad A = 0,09120$$

$$\sin^2\theta_{330} = A(h^2+k^2+l^2) = 18 \quad A = 0,20520$$

Bu değer var.

$$\sin^2\theta_{4\ 4\ 0} = A(h^2+k^2+l^2) = 32 \quad A = 0,36480$$

$$\sin^2\theta_{5\ 5\ 0} = A(h^2+k^2+l^2) = 50 \quad A = 0,57000$$

$$\sin^2\theta_{1\ 1\ 1} = A(h^2+k^2+l^2) = 3 \quad A = 0,03420$$

$$\sin^2\theta_{2\ 2\ 2} = A(h^2+k^2+l^2) = 12 \quad A = 0,13680$$

$$\sin^2\theta_{3\ 3\ 3} = A(h^2+k^2+l^2) = 27 \quad A = 0,30780$$

$$\sin^2\theta_{4\ 4\ 4} = A(h^2+k^2+l^2) = 48 \quad A = 0,54720$$

$$\sin^2\theta_{2\ 1\ 0} = A(h^2+k^2+l^2) = 5 \quad A = 0,05700$$

Bu deęer var.

$$\sin^2\theta_{2\ 1\ 1} = A(h^2+k^2+l^2) = 6 \quad A = 0,06840$$

$$\sin^2\theta_{3\ 2\ 1} = A(h^2+k^2+l^2) = 14 \quad A = 0,15960$$

Bu deęer var.

$$\sin^2\theta_{3\ 1\ 1} = A(h^2+k^2+l^2) = 11 \quad A = 0,12540$$

Bu deęer var.

$$\sin^2\theta_{2\ 1\ 2} = A(h^2+k^2+l^2) = 9 \quad A = 0,10260$$

$$\sin^2\theta_{3\ 1\ 2} = A(h^2+k^2+l^2) = 14 \quad A = 0,15960$$

Bu deęer var.

$$\sin^2\theta_{3\ 3\ 1} = A(h^2+k^2+l^2) = 19 \quad A = 0,21660$$

Bu deęer var.

$$\sin^2\theta_{3\ 3\ 2} = A(h^2+k^2+l^2) = 22 \quad A = 0,25080$$

$$\sin^2\theta_{4\ 1\ 0} = A(h^2+k^2+l^2) = 17 \quad A = 0,19380$$

$$\sin^2\theta_{4\ 2\ 0} = A(h^2+k^2+l^2) = 20 \quad A = 0,22800$$

$$\sin^2\theta_{4\ 2\ 1} = A(h^2+k^2+l^2) = 21 \quad A = 0,23940$$

$$\sin^2\theta_{4\ 2\ 2} = A(h^2+k^2+l^2) = 24 \quad A = 0,27360$$

$$\sin^2\theta_{5\ 1\ 0} = A(h^2+k^2+l^2) = 26 \quad A = 0,29640$$

$$\sin^2\theta_{5\ 2\ 0} = A(h^2+k^2+l^2) = 29 \quad A = 0,33060$$

$$\sin^2\theta_{5\ 3\ 0} = A(h^2+k^2+l^2) = 34 \quad A = 0,38760$$

$$\sin^2\theta_{5\ 3\ 1} = A(h^2+k^2+l^2) = 35 \quad A = 0,39900$$

$$\sin^2\theta_{5\ 3\ 2} = A(h^2+k^2+l^2) = 38 \quad A = 0,43320$$

$$\sin^2\theta_{5\ 3\ 3} = A(h^2+k^2+l^2) = 43 \quad A = 0,49020$$

$$\sin^2\theta_{6\ 2\ 0} = A(h^2+k^2+l^2) = 40 \quad A = 0,45600$$

$$\sin^2\theta_{6\ 4\ 0} = A(h^2+k^2+l^2) = 52 \quad A = 0,59280$$

$$\sin^2\theta_{6\ 4\ 1} = A(h^2+k^2+l^2) = 53 \quad A = 0,60420$$

$$\sin^2\theta_{6\ 4\ 2} = A(h^2+k^2+l^2) = 56 \quad A = 0,63840$$

$$\sin^2\theta_{6\ 6\ 0} = A(h^2+k^2+l^2) = 72 \quad A = 0,82080$$

$$\sin^2\theta_{6\ 6\ 2} = A(h^2+k^2+l^2) = 76 \quad A = 0,86640$$

$$\sin^2\theta_{7\ 1\ 1} = A(h^2+k^2+l^2) = 51 \quad A = 0,58140$$

$$\sin^2\theta_{7\ 3\ 1} = A(h^2+k^2+l^2) = 59 \quad A = 0,67260$$

$$\sin^2\theta_{7\ 3\ 3} = A(h^2+k^2+l^2) = 67 \quad A = 0,76380$$

$$\sin^2\theta_{7\ 5\ 1} = A(h^2+k^2+l^2) = 75 \quad A = 0,85500$$

$$\sin^2\theta_{6\ 3\ 0} = A(h^2+k^2+l^2) = 45 \quad A = 0,51300$$

$$\sin^2\theta_{8\ 2\ 0} = A(h^2+k^2+l^2) = 68 \quad A = 0,77520$$

$$\sin^2\theta_{8\ 4\ 0} = A(h^2+k^2+l^2) = 80 \quad A = 0,91200$$

$$\sin^2\theta_{9\ 1\ 1} = A(h^2+k^2+l^2) = 83 \quad A = 0,94620$$

Bu hesaplamalar sonucu piklerin çoğunu yine indisleyemediğimizden $A=0,0120$ değerini kullanarak $\sin^2\theta$ değerini bulmaya çalışalım.

$$\sin^2\theta_{1\ 0\ 0} = A(h^2+k^2+l^2) = 1 \quad A = 0,01200$$

$$\sin^2\theta_{2\ 0\ 0} = A(h^2+k^2+l^2) = 4 \quad A = 0,04800$$

$$\sin^2\theta_{3\ 0\ 0} = A(h^2+k^2+l^2) = 9 \quad A = 0,10800$$

Bu deęer var.

$$\sin^2\theta_{4\ 0\ 0} = A(h^2+k^2+l^2) = 16 \quad A = 0,19200$$

$$\sin^2\theta_{5\ 0\ 0} = A(h^2+k^2+l^2) = 25 \quad A = 0,30000$$

$$\sin^2\theta_{6\ 0\ 0} = A(h^2+k^2+l^2) = 36 \quad A = 0,43200$$

$$\sin^2\theta_{7\ 0\ 0} = A(h^2+k^2+l^2) = 49 \quad A = 0,58800$$

$$\sin^2\theta_{1\ 1\ 0} = A(h^2+k^2+l^2) = 2 \quad A = 0,02400$$

$$\sin^2\theta_{2\ 2\ 0} = A(h^2+k^2+l^2) = 8 \quad A = 0,09600$$

$$\sin^2\theta_{3\ 3\ 0} = A(h^2+k^2+l^2) = 18 \quad A = 0,21600$$

Bu deęer var.

$$\sin^2\theta_{4\ 4\ 0} = A(h^2+k^2+l^2) = 32 \quad A = 0,38400$$

$$\sin^2\theta_{5\ 5\ 0} = A(h^2+k^2+l^2) = 50 \quad A = 0,60000$$

$$\sin^2\theta_{1\ 1\ 1} = A(h^2+k^2+l^2) = 3 \quad A = 0,03600$$

$$\sin^2\theta_{2\ 2\ 2} = A(h^2+k^2+l^2) = 12 \quad A = 0,14400$$

Bu deęer var.

$$\sin^2\theta_{3\ 3\ 3} = A(h^2+k^2+l^2) = 27 \quad A = 0,32400$$

$$\sin^2\theta_{4\ 4\ 4} = A(h^2+k^2+l^2) = 48 \quad A = 0,57600$$

$$\sin^2\theta_{2\ 1\ 0} = A(h^2+k^2+l^2) = 5 \quad A = 0,06000$$

$$\sin^2\theta_{2\ 1\ 1} = A(h^2+k^2+l^2) = 6 \quad A = 0,07200$$

$$\sin^2\theta_{3\ 2\ 1} = A(h^2+k^2+l^2) = 14 \quad A = 0,16800$$

Bu deęer var.

$$\sin^2\theta_{3\ 1\ 1} = A(h^2+k^2+l^2) = 11 \quad A = 0,13200$$

Bu deęer var.

$$\sin^2\theta_{212} = A(h^2+k^2+l^2) = 9 \quad A = 0,10800$$

$$\sin^2\theta_{312} = A(h^2+k^2+l^2) = 14 \quad A = 0,16800$$

Bu değer var.

$$\sin^2\theta_{331} = A(h^2+k^2+l^2) = 19 \quad A = 0,22800$$

$$\sin^2\theta_{332} = A(h^2+k^2+l^2) = 22 \quad A = 0,26400$$

$$\sin^2\theta_{410} = A(h^2+k^2+l^2) = 17 \quad A = 0,20400$$

Bu değer var.

$$\sin^2\theta_{420} = A(h^2+k^2+l^2) = 20 \quad A = 0,24000$$

Bu değer var.

$$\sin^2\theta_{421} = A(h^2+k^2+l^2) = 21 \quad A = 0,25200$$

$$\sin^2\theta_{422} = A(h^2+k^2+l^2) = 24 \quad A = 0,28800$$

$$\sin^2\theta_{510} = A(h^2+k^2+l^2) = 26 \quad A = 0,31200$$

$$\sin^2\theta_{520} = A(h^2+k^2+l^2) = 29 \quad A = 0,34800$$

$$\sin^2\theta_{530} = A(h^2+k^2+l^2) = 34 \quad A = 0,40800$$

$$\sin^2\theta_{531} = A(h^2+k^2+l^2) = 35 \quad A = 0,42000$$

$$\sin^2\theta_{532} = A(h^2+k^2+l^2) = 38 \quad A = 0,45600$$

$$\sin^2\theta_{533} = A(h^2+k^2+l^2) = 43 \quad A = 0,51600$$

$$\sin^2\theta_{620} = A(h^2+k^2+l^2) = 40 \quad A = 0,48000$$

$$\sin^2\theta_{640} = A(h^2+k^2+l^2) = 52 \quad A = 0,62400$$

$$\sin^2\theta_{641} = A(h^2+k^2+l^2) = 53 \quad A = 0,63600$$

$$\sin^2\theta_{642} = A(h^2+k^2+l^2) = 56 \quad A = 0,67200$$

$$\sin^2\theta_{660} = A(h^2+k^2+l^2) = 72 \quad A = 0,86400$$

$$\sin^2\theta_{662} = A(h^2+k^2+l^2) = 76 \quad A = 0,91200$$

$$\sin^2\theta_{711} = A(h^2+k^2+l^2) = 51 \quad A = 0,61200$$

$$\sin^2\theta_{731} = A(h^2+k^2+l^2) = 59 \quad A = 0,70800$$

$$\sin^2\theta_{733} = A(h^2+k^2+l^2) = 67 \quad A = 0,80400$$

$$\sin^2\theta_{751} = A(h^2+k^2+l^2) = 75 \quad A = 0,90000$$

$$\sin^2\theta_{630} = A(h^2+k^2+l^2) = 45 \quad A = 0,54000$$

$$\sin^2\theta_{820} = A(h^2+k^2+l^2) = 68 \quad A = 0,81600$$

$$\sin^2\theta_{840} = A(h^2+k^2+l^2) = 80 \quad A = 0,96000$$

$$\sin^2\theta_{911} = A(h^2+k^2+l^2) = 83 \quad A = 0,99600$$

Piklerin çoğunun indislenmediği görüldü. Hesaplamalardan A değerlerimizin 0,0090, 0,0114 ve 0,0120 olmadığı görüldü. Demek ki numunemizin kristal yapısının kübik yapıda olmadığını açıkça söyleyebiliriz. Yaptığımız bu testlerin sonucu doğru olsaydı. A ve λ bilindiği için;

$$A = \frac{\lambda^2}{4a^2} \quad (5.14)$$

$$a = \sqrt{\frac{\lambda^2}{4A}} \quad (5.15)$$

denklemden a 'yı çekerek kübik sistemin birim hücre parametresini bulmuş olacaktık.

5.5. Tetragonal Test

Kübik sistemde çözüm bulunamayınca sıradaki teste geçilir. Bu da genellikle tetragonal testtir. Tetragonal sistemlerde düzlemler arası mesafe;

$$d_{hkl}^2 = \frac{1}{\frac{h^2+k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}} \quad (5.16)$$

bu ifadeyi Bragg yasasında yerine yazarsak;

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad (5.17)$$

$$n\lambda = 2 \sqrt{\frac{1}{\frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}}} \cdot \sin\theta \quad (5.18)$$

şeklinde yazılabilir. $n=1$ ve bu ifadenin karesini alacak olursak ve $\sin^2\theta$ 'yi yalnız bırakırsak;

$$\sin^2\theta = \frac{\lambda^2}{4} \left(\frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \right) \quad (5.19)$$

olur. Bu ifadeyi düzenleyecek olursak;

$$\sin^2\theta = \frac{\lambda^2}{4a^2} (h^2 + k^2) + \frac{\lambda^2}{4c^2} l^2 \quad (5.20)$$

şeklinde yazılabilir. Bu ifade de;

$$A = \frac{\lambda^2}{4a^2} \text{ ve } C = \frac{\lambda^2}{4c^2} \quad (5.21)$$

eşitlikleri yazılırsa tetragonal bir sistem için $\sin^2\theta$ 'yi şu şekilde yazabiliriz.

$$\sin^2\theta = A(h^2 + k^2) + Cl^2 \quad (5.22)$$

şeklinde $\sin^2\theta$ 'yi en basit hali ile yazılmış olur. Bu aşamadan itibaren amacımız A ve C sabitlerini bulmaya çalışmaktır. Bu amaçla tetragonal oran tablosu hazırlanır.

Table 5.5. Tetragonal Oran Tablosu

	2θ	sin ² θ	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
1	13.7841	0.02361	1																								
2	22.8001	0.03907	1.32380	1																							
3	23.5799	0.04175	1.41460	1.08659	1																						
4	26.0599	0.05083	1.72239	1.30110	1.21759	1																					
5	27.5998	0.05690	1.92790	1.45634	1.36286	1.11931	1																				
6	30.1200	0.06751	2.28756	1.72803	1.61711	1.32813	1.18655	1																			
7	31.4599	0.07350	2.49036	1.88123	1.76048	1.44587	1.29175	1.08666	1																		
8	32.9998	0.08066	2.73319	2.06466	1.93214	1.58686	1.41771	1.19481	1.09751	1																	
9	34.1999	0.08646	2.92357	2.21300	2.07096	1.70087	1.51956	1.28065	1.17636	1.07165	1																
10	34.4999	0.08794	2.97962	2.25081	2.10634	1.73993	1.54553	1.30253	1.19646	1.09016	1.01709	1															
11	34.7000	0.08893	3.01322	2.27619	2.13009	1.74944	1.56295	1.31722	1.20995	1.10245	1.02855	1.01128	1														
12	35.2202	0.09153	3.10136	2.34277	2.19240	1.80061	1.60867	1.35575	1.24534	1.13470	1.05864	1.04086	1.02925	1													
13	36.0000	0.09859	3.34065	2.52353	2.36156	1.93954	1.73279	1.46036	1.34143	1.22225	1.14032	1.11066	1.07716	1													
14	36.9303	0.10032	3.39910	2.56769	2.40288	1.97348	1.76311	1.48591	1.36490	1.24364	1.16028	1.14078	1.12806	1.09601	1.01750	1											
15	37.5199	0.10343	3.50457	2.64736	2.47744	2.03471	1.81782	1.53201	1.40725	1.28222	1.19628	1.17618	1.16307	1.13001	1.04907	1.03103	1										
16	37.9600	0.10578	3.59422	2.70753	2.53374	2.08095	1.85913	1.56683	1.43924	1.31137	1.22346	1.20291	1.18950	1.15569	1.07291	1.05448	1.02273	1									
17	38.1399	0.10675	3.61701	2.73230	2.55692	2.09999	1.87614	1.58117	1.45240	1.32336	1.23466	1.21392	1.20038	1.16627	1.08273	1.06411	1.03208	1.00915	1								
18	38.9367	0.11662	3.95163	2.98507	2.79347	2.29427	2.04971	1.72744	1.58677	1.44579	1.34888	1.32622	1.31143	1.27416	1.18289	1.16255	1.12756	1.10251	1.09251	1							
19	40.1004	0.11754	3.98275	3.00858	2.81547	2.31234	2.06585	1.74105	1.59927	1.45718	1.35950	1.33667	1.32176	1.28420	1.19221	1.17171	1.13645	1.11119	1.10112	1.00788	1						
20	41.1198	0.12233	4.17895	3.15679	2.95417	2.42625	2.16762	1.82682	1.67805	1.52886	1.42647	1.40251	1.38687	1.34746	1.25094	1.22943	1.19243	1.16593	1.15536	1.05753	1.04926	1					
21	41.3403	0.12460	4.22193	3.18925	2.98455	2.45120	2.18991	1.84560	1.69531	1.54469	1.44114	1.41693	1.40114	1.36132	1.26381	1.24207	1.20469	1.17792	1.16724	1.06940	1.06005	1.01028	1				
22	41.5077	0.12557	4.25468	3.21399	3.00770	2.47021	2.20690	1.85992	1.70846	1.55667	1.45232	1.42793	1.41200	1.37188	1.27361	1.25171	1.21404	1.18706	1.17630	1.07669	1.06627	1.01812	1.00776	1			
23	42.6602	0.13321	4.46307	3.36652	3.16915	2.62081	2.32537	1.95976	1.80017	1.64032	1.53629	1.50438	1.48780	1.44552	1.34198	1.31890	1.27921	1.25078	1.23944	1.13449	1.12449	1.12562	1.07277	1.06185	1.05388	1	
24	44.5404	0.14362	4.66646	3.67613	3.44018	2.80540	2.52423	2.12736	1.95412	1.78050	1.66115	1.63325	1.61504	1.56694	1.45674	1.43169	1.38860	1.35774	1.34044	1.23151	1.22188	1.16452	1.15266	1.14379	1.06552	1	
25	45.1798	0.14756	4.99982	3.77688	3.59445	2.90283	2.59340	2.18566	2.00767	1.82930	1.70688	1.67801	1.65930	1.61214	1.49666	1.47092	1.42666	1.39495	1.38231	1.26526	1.25537	1.19643	1.18425	1.17514	1.11527	1.02740	1
26	47.5592	0.15920	5.29257	3.99802	3.74140	3.07280	2.74525	2.31363	2.12522	1.93640	1.80660	1.77626	1.75945	1.70653	1.59429	1.55705	1.51019	1.47663	1.46324	1.33934	1.32887	1.26848	1.25898	1.24394	1.19057	1.08756	1.05855
27	47.0159	0.15910	5.29920	3.99802	3.74140	3.07280	2.74525	2.31363	2.12522	1.93640	1.80660	1.77626	1.75945	1.70653	1.59429	1.55705	1.51019	1.47663	1.46324	1.33934	1.32887	1.26848	1.25898	1.24394	1.19057	1.08756	1.05855
28	48.2801	0.16726	5.66724	4.28105	4.00626	3.29033	2.93959	2.47742	2.27567	2.07349	1.93450	1.90200	1.88079	1.82734	1.69645	1.66728	1.61710	1.58116	1.56683	1.43415	1.42295	1.35614	1.34234	1.33200	1.26414	1.16455	1.13349
29	48.3404	0.16765	5.68056	4.29110	4.01587	3.29806	2.94650	2.48324	2.28101	2.07836	1.93904	1.90647	1.88521	1.83164	1.70044	1.67119	1.62090	1.58488	1.57051	1.43752	1.42629	1.35932	1.34549	1.33513	1.26711	1.16729	1.13615
30	48.3798	0.16791	5.68926	4.29768	4.02183	3.30311	2.95102	2.48705	2.28451	2.08154	1.94201	1.90939	1.88810	1.83444	1.70304	1.67375	1.62338	1.58731	1.57292	1.43973	1.42847	1.36141	1.34755	1.33718	1.26905	1.16908	1.13789
31	48.6400	0.16961	5.74688	4.34122	4.06257	3.33657	2.98091	2.51224	2.30765	2.10263	1.96169	1.92873	1.90723	1.85303	1.72029	1.69071	1.63963	1.60339	1.58885	1.45431	1.44294	1.37520	1.36120	1.35072	1.28191	1.18092	1.14942
32	53.3008	0.20119	6.81718	5.14972	4.81917	3.95797	3.58007	2.88011	2.73743	2.49422	2.32703	2.28794	2.26243	2.19813	2.04068	2.00568	1.94523	1.90200	1.88476	1.72516	1.71168	1.63131	1.61471	1.60228	1.52065	1.40085	1.36349
33	53.3008	0.20259	6.86448	5.18545	4.85262	3.98544	3.56061	2.88011	2.75942	2.51153	2.34318	2.30382	2.27813	2.21338	2.05484	2.00568	1.94523	1.90200	1.88476	1.73713	1.72365	1.64263	1.62592	1.61340	1.53120	1.41057	1.37295
34	53.5981	0.20321	6.86542	5.20126	4.86741	3.99759	3.57146	3.00995	2.76483	2.51919	2.35032	2.31084	2.28507	2.22013	2.06111	2.02566	1.96470	1.92104	1.90362	1.74243	1.72881	1.64764	1.63087	1.61832	1.53587	1.41487	1.37713
35	53.7804	0.20456	6.93124	5.25358	4.89980	4.02419	3.59523	3.02997	2.78322	2.53585	2.36596	2.32622	2.30028	2.23491	2.07482	2.03914	1.97777	1.93382	1.91629	1.75402	1.74031	1.65861	1.64172	1.62909	1.54609	1.42429	1.38630
36	54.5463	0.20998	7.11484	5.37456	5.02959	4.13078	3.69046	3.11023	2.85955	2.60312	2.42863	2.38783	2.36121	2.29410	2.12878	2.09315	2.03016	1.98504	1.96705	1.80048	1.78641	1.70254	1.68521	1.67224	1.58704	1.46202	1.42302
37	54.6601	0.21079	7.14227	5.39528	5.04988	4.14671	3.70469	3.12222	2.86796	2.61316	2.43798	2.39704	2.37031	2.30295	2.13799	2.10122	2.03799	1.99270	1.97463	1.80742	1.79330	1.70910	1.69171	1.67869	1.59316	1.46765	1.42850
38	55.4004	0.21808	7.32164	5.53079	5.17579	4.25085	3.79773	3.20064	2.93999	2.67879	2.49922	2.45724	2.42984	2.36079	2.19169	2.15399	2.08917	2.04274	2.02423	1.85282	1.83834	1.75203	1.73420	1.72085	1.63318	1.50451	1.46438
39	56.3006	0.22258	7.54193	5.69719	5.33151	4.37875	3.91199	3.29693	3.02844	2.75938	2.57442	2.53117	2.50295	2.43182	2.25763	2.21880	2.15203	2.10420	2.08513	1.90856	1.89365	1.80474	1.78637	1.77262	1.68231	1.54978	1.50844
40	56.9803	0.24054	8.15032	6.15677	5.76169	4.73197	4.22756	3.56289	3.27274	2.98187	2.79535	2.74085	2.62798	2.43974	2.39778	2.32563	2.27394	2.25333	2.06252	2.04640	1.95032	1.93047	1.91581	1.81802	1.67479	1.63012	1.58430
41	58.9603	0.24233	8.21118	6.20275	5.80461	4.76731	4.25913	3.59590	3.29718	3.00424	2.80287	2.75785	2.64761	2.45796	2.41569	2.34299	2.29093	2.27016	2.07792	2.06168	1.96469	1.94489	1.92992	1.83160	1.68730	1.64230	1.59721
42	60.5639	0.25427	8.91576	6.50836	6.09062	5.00220	4.46899	3.76638	3.45964	3.15227	2.94097	2.89156	2.85932	2.77806	2.57907	2.53472	2.45844	2.40380	2.38201	2.18031	2.16327	2.06170	2.04072	2.02501	1.92184	1.77044	1.72321
43	60.8995	0.25530	8.95070	6.53476	6.11532	5.02249	4.48711	3.78163	3.47367	3.16505	2.95289	2.90329	2.87092	2.78933	2.58953	2.54500	2.46841	2.41355	2.39167	2.18915	2.17204	2.07006	2.04899	2.03322	1.92964	1.77762	1.73020
44	61.9999	0.26526	9.08813	6.78986	6.35385	5.21840	4.66214	3.92914	3.60916	3.28851	3.06808	3.01654	2.96290	2.89813	2.69854	2											

Tetragonal oran tablosu dikkatle incelenerek 2, 4, 9, 16... gibi bir tam sayının karesi olan oranların olup olmadığı incelenir. Bu oran varsa karşılık gelen $\sin^2\theta$ değeri 100 Miller indisine karşılık gelir. Daha sonra tetragonal sistemler için elde ettiğimiz denklemde $l = 0$ için tetragonal sistem denklemimizi;

$$\sin^2\theta = A(h^2 + k^2) \quad (5.23)$$

Formuna gelir ki bu da kübik sistemdeki denklemi anımsatır. $l = 0$ 'i kullanarak $hk0$ düzlemleri için A değerini buluruz. Buradan $q_{hkl} = \sin^2_{hkl} \theta$ olmak üzere;

$$\begin{aligned} q_1 &= \sin^2 \theta_{100} = A \\ q_2 &= \sin^2 \theta_{110} = 2A \\ q_3 &= \sin^2 \theta_{200} = 4A \\ q_4 &= \sin^2 \theta_{210} = 5A \\ q_5 &= \sin^2 \theta_{220} = 8A \\ q_6 &= \sin^2 \theta_{300} = 9A \\ q_7 &= \sin^2 \theta_{310} = 10A \\ q_8 &= \sin^2 \theta_{320} = 13A \dots \end{aligned}$$

Bu $\sin^2\theta$ değerleri incelendiğinde, iki pik arasında 2 oranının olduğu kolayca görülebilir. Mesela $q_2/q_1 = 2$, $q_3/q_2 = 2$, $q_7/q_4 = 2$, $q_5/q_3 = 2$ bu orana kübik ve tetragonal sistemler dışındaki yapılarda rastlanması oldukça zordur. Bu oranlardan faydalanarak $\sin^2\theta$ değerlerinden birini 100 değerini 110 veya birini 110 değerini 200 veya daha başka kombinasyonlar denenerek A değerini bulmaya çalışırız. Bulduğumuz bu değerler ile toz kırınım deseninden elde ettiğimiz $\sin^2\theta$ değerlerini indislemeye çalışırız. Bu çalışma sırasında piklerin çoğu indislenemedi ise veya uygun bir C değeri bulunamadı ise sistemimiz için tetragonal yapıda olmadığını söyleyebiliriz [2].

Tablonun ilk altı sütunu içerisinde 2 oranları incelendiğinde $\sin^2\theta$ değerlerinden 0,05083 değerinin 2 kat yaklaşık oran değerlerine rastlıyoruz. $l=0$ için q_{100} değerini 0,05083 kabul ederek işlem yapalım.

$$\sin^2\theta_{100} = A(h^2+k^2)+Cl^2 = 1 \quad A = 0,05083 \quad \text{Bu değer var.}$$

$$\sin^2\theta_{110} = A(h^2+k^2)+Cl^2 = 2 \quad A = 0,10166$$

$$\sin^2\theta_{200} = A(h^2+k^2)+Cl^2 = 4 \quad A = 0,20332 \quad \text{Bu değer var.}$$

$$\sin^2\theta_{210} = A(h^2+k^2)+Cl^2 = 5 \quad A = 0,25415 \quad \text{Bu değer var.}$$

$$\sin^2\theta_{220} = A(h^2+k^2)+Cl^2 = 8 \quad A = 0,40664$$

$$\sin^2\theta_{300} = A(h^2+k^2)+Cl^2 = 9 \quad A = 0,45747$$

$$\sin^2\theta_{310} = A(h^2+k^2)+Cl^2 = 10 \quad A = 0,50830$$

$$\sin^2\theta_{320} = A(h^2+k^2)+Cl^2 = 13 \quad A = 0,66079$$

$$\sin^2\theta_{330} = A(h^2+k^2)+Cl^2 = 18 \quad A = 0,91494$$

$$\sin^2\theta_{340} = A(h^2+k^2)+Cl^2 = 25 \quad A = 1,27075$$

Değerlerin çoğu indisleyemedik. Bu durumda q_{110} değerini 0,05083 olarak kabul edip işlem yaparsak;

$$\sin^2\theta_{100} = A(h^2+k^2)+Cl^2 = 1 \quad A = 0,02542$$

$$\sin^2\theta_{110} = A(h^2+k^2)+Cl^2 = 2 \quad A = 0,05083 \quad \text{Bu değer var.}$$

$$\sin^2\theta_{200} = A(h^2+k^2)+Cl^2 = 4 \quad A = 0,10168$$

$$\sin^2\theta_{210} = A(h^2+k^2)+Cl^2 = 5 \quad A = 0,12710$$

$$\sin^2\theta_{220} = A(h^2+k^2)+Cl^2 = 8 \quad A = 0,20336 \quad \text{Bu değer var.}$$

$$\sin^2\theta_{300} = A(h^2+k^2)+Cl^2 = 9 \quad A = 0,22878$$

$$\sin^2\theta_{310} = A(h^2+k^2)+Cl^2 = 10 \quad A = 0,25420 \quad \text{Bu deęer var.}$$

$$\sin^2\theta_{320} = A(h^2+k^2)+Cl^2 = 13 \quad A = 0,33046$$

$$\sin^2\theta_{330} = A(h^2+k^2)+Cl^2 = 18 \quad A = 0,45756$$

$$\sin^2\theta_{340} = A(h^2+k^2)+Cl^2 = 25 \quad A = 0,63550$$

Bu deęerlerin çoęunu da indisleyemedik. Tablodan yeni bir A deęeri belirlenerek $\sin^2\theta$ 'yı indislenmeye alıřırsak. q_{100} iin 0,05690 deęeri kullanılarak hesaplama yaparsak;

$$\sin^2\theta_{100} = A(h^2+k^2)+Cl^2 = 1 \quad A = 0,05690 \quad \text{Bu deęer var.}$$

$$\sin^2\theta_{110} = A(h^2+k^2)+Cl^2 = 2 \quad A = 0,11380$$

$$\sin^2\theta_{200} = A(h^2+k^2)+Cl^2 = 4 \quad A = 0,22760$$

$$\sin^2\theta_{210} = A(h^2+k^2)+Cl^2 = 5 \quad A = 0,28450$$

$$\sin^2\theta_{220} = A(h^2+k^2)+Cl^2 = 8 \quad A = 0,45520$$

$$\sin^2\theta_{300} = A(h^2+k^2)+Cl^2 = 9 \quad A = 0,51210$$

$$\sin^2\theta_{310} = A(h^2+k^2)+Cl^2 = 10 \quad A = 0,56900$$

$$\sin^2\theta_{320} = A(h^2+k^2)+Cl^2 = 13 \quad A = 0,73970$$

$$\sin^2\theta_{330} = A(h^2+k^2)+Cl^2 = 18 \quad A = 1,02420$$

$$\sin^2\theta_{340} = A(h^2+k^2)+Cl^2 = 25 \quad A = 1,42250$$

Bu deęerde aradıęımızı sonucu vermedi. q_{110} iin 0,05690 kabul edilip iřlemler yapılırsa;

$$\sin^2\theta_{100} = A(h^2+k^2)+Cl^2 = 1 \quad A = 0,02845$$

$$\sin^2 \theta_{110} = \frac{A(h^2+k^2)+Cl^2}{2} \quad A = 0,05690 \quad \text{Bu deęer var.}$$

$$\sin^2 \theta_{200} = \frac{A(h^2+k^2)+Cl^2}{4} \quad A = 0,11380$$

$$\sin^2 \theta_{210} = \frac{A(h^2+k^2)+Cl^2}{5} \quad A = 0,14225$$

$$\sin^2 \theta_{220} = \frac{A(h^2+k^2)+Cl^2}{8} \quad A = 0,22760$$

$$\sin^2 \theta_{300} = \frac{A(h^2+k^2)+Cl^2}{9} \quad A = 0,25605$$

$$\sin^2 \theta_{310} = \frac{A(h^2+k^2)+Cl^2}{10} \quad A = 0,28450$$

$$\sin^2 \theta_{320} = \frac{A(h^2+k^2)+Cl^2}{13} \quad A = 0,36985$$

$$\sin^2 \theta_{330} = \frac{A(h^2+k^2)+Cl^2}{18} \quad A = 0,51210$$

$$\sin^2 \theta_{340} = \frac{A(h^2+k^2)+Cl^2}{25} \quad A = 0,71125$$

Bu A deęeri de sonu vermedi. Tetragonal test tablosu incelendięinde 2 oranına sahip bařka deęerlerin olduęu da grlyor. Bu deęerlerden ilk 6 stundaki deęerler dikkate alındıęında, 0,06751 deęeri ile yapılan iřlemler de piklerin oęunu indisleyemedik. Bylece numunemizin tetragonal yapıda olmadıęı sonucuna varıldı. A iin bir zm bulunamadıęından C 'yi bulmaya gerek yoktur.

Eęer numunemiz tetragonal yapıda olsaydı A ve C sabitlerinin yardımıyla a ve c birim hcre parametrelerini bulabilirdik.

$$A = \frac{\lambda^2}{4a^2} \quad (5.24)$$

$$C = \frac{\lambda^2}{4c^2} \quad (5.25)$$

Bu deęerlerden a ve c yi ekersek;

$$a = \sqrt{\frac{\lambda^2}{4A}} \quad (5.26)$$

$$c = \sqrt{\frac{\lambda^2}{4C}} \quad (5.27)$$

İfadeleri ile numunenin birim hücre parametrelerini bulabilirdik.

5.6. Hekzagonal Test

Tetragonal testten sonra sıra hekzagonal testi yapmaktır. Hekzagonal kristal yapılar için düzlemler arası mesafe;

$$d^2 = \frac{1}{\frac{4(h^2 + hk + k^2)}{3a^2} + \frac{l^2}{c^2}} \quad (5.28)$$

denklemini ile verilir. Bu ifadeyi Bragg yasasında yerine yazacak olursak;

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

$$n\lambda = 2 \sqrt{\frac{1}{\frac{4(h^2 + hk + k^2)}{3a^2} + \frac{l^2}{c^2}}} \sin\theta \quad (5.29)$$

şeklinde yazılabilir. Bu ifadede n yerine 1 yazılıp denklemin karesini alırsak ve $\sin^2\theta$ 'yi yalnız bırakırsak;

$$\sin^2\theta = \frac{\lambda^2}{4} \left(\frac{4(h^2 + hk + k^2)}{3a^2} + \frac{l^2}{c^2} \right) \quad (5.30)$$

şeklinde yazılır. Bu denklemi;

$$\sin^2\theta = \frac{\lambda^2}{3a^2} (h^2 + hk + k^2) + \frac{\lambda^2}{4c^2} l^2 \quad (5.31)$$

Düzenlenmiş halde yazabiliriz. Burada;

$$A = \frac{\lambda^2}{3a^2} \text{ ve } C = \frac{\lambda^2}{4c^2} \quad (5.32)$$

Eşitlikleri yerlerine yazılacak olursa hekzagonal yapıli kristaller için $\sin^2\theta$ 'yi;

$$\sin^2 \theta = A(h^2 + hk + k^2) + Cl^2 \quad (5.33)$$

şeklinde en genel denklem haline getirmiş oluruz.

A ve C sabitlerinin tespit edilmesi ve toz kırınım deseninden elde etmiş olduğumuz piklerin $\sin^2 \theta$ değerlerini indislenmeye çalışacağız. Bazı pikler için değer verecek olursak;

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

Şeklinde oranlar elde ederiz. Bu oranlar incelendiği zaman bazı pikler arasında $q_2 / q_1 = 3$, $q_5 / q_3 = 3$, $q_6 / q_2 = 3 \dots$ gibi bir ilişki olduğu açıkça görülür. Bu 3 oranına hekzagonal kristal yapılar dışında rastlamak pek mümkün değildir. Bu sebeple toz kırınım deseninden elde ettiğimiz $\sin^2 \theta$ değerlerini kullanarak bir oran tablosu oluşturulur. Daha önce tetragonal kristal yapı için hazırladığımız oran tablosunu kullanarak, bu tablo içerisinde 3 oranını araştıracağız. Bu değerleri kullanarak önce A'yı tespit etmeye çalışacağız.

Bu oranlardan faydalanarak $\sin^2 \theta$ değerlerinden birini 100 diğerini 110 veya birini 110 diğerini 200 veya daha başka kombinasyonlar denenerek A değerini bulmaya çalışırız. Bulduğumuz bu değerler ile toz kırınım deseninden elde ettiğimiz $\sin^2 \theta$ değerlerini indislemeye çalışırız. A değeri için uygun bir sayı bulunduğunda C'yi bulmaya çalışırız. Bu çalışma sırasında piklerin çoğu indislenemedi ise veya uygun bir C değeri bulunamadı ise sistemimiz için tetragonal yapıda değildir diyebiliriz.

Tablo ilk altı sütunda en küçük $\sin^2\theta$ değerleri dikkate alınarak incelendiğinde, 0,02951 değerinin 3 katı oranına sahip bir değere rastlıyoruz. $l=0$ için q_{100} değerini 0,02951 kabul ederek işlem yapalım;

$$q_{100} = \sin^2 \theta_{100} = A = 0,02951$$

için hesaplamaları yapacak olursak.

$$\sin^2\theta_{100} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 1 \quad A = 0,02951 \quad \text{Bu değer var.}$$

$$\sin^2\theta_{110} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 3 \quad A = 0,08853 \quad \text{Bu değer var.}$$

$$\sin^2\theta_{200} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 4 \quad A = 0,11804$$

$$\sin^2\theta_{210} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 7 \quad A = 0,20657$$

$$\sin^2\theta_{220} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 12 \quad A = 0,35412$$

$$\sin^2\theta_{300} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 9 \quad A = 0,26559 \quad \text{Bu değer var.}$$

$$\sin^2\theta_{310} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 13 \quad A = 0,38363$$

$$\sin^2\theta_{320} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 19 \quad A = 0,56069$$

$$\sin^2\theta_{400} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 16 \quad A = 0,47216$$

$$\sin^2\theta_{410} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 21 \quad A = 0,61971$$

Değerler incelendiğinde piklerin çoğunun indislenemediği görülür. Bu durumda q_{110} değerinin 0,02951 olduğu düşünülüp indisleme yapılırsa;

$$\sin^2\theta_{100} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 1 \quad A = 0,00984$$

$$\sin^2\theta_{110} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 3 \quad A = 0,02951 \quad \text{Bu değer var.}$$

$$\sin^2\theta_{200} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 4 \quad A = 0,03936$$

$$\sin^2\theta_{210} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 7 \quad A = 0,06888$$

$$\sin^2\theta_{220} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 12 \quad A = 0,11808$$

$$\sin^2\theta_{300} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 9 \quad A = 0,08856$$

Bu değer var.

$$\sin^2\theta_{310} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 13 \quad A = 0,12792$$

$$\sin^2\theta_{320} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 19 \quad A = 0,18696$$

$$\sin^2\theta_{400} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 16 \quad A = 0,15744$$

$$\sin^2\theta_{410} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 21 \quad A = 0,20664$$

$$\sin^2\theta_{420} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 28 \quad A = 0,27552$$

$$\sin^2\theta_{430} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 37 \quad A = 0,36408$$

$$\sin^2\theta_{330} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 27 \quad A = 0,26568$$

Bu değer var.

$$\sin^2\theta_{340} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 37 \quad A = 0,36408$$

$$\sin^2\theta_{440} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 48 \quad A = 0,47232$$

$$\sin^2\theta_{510} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 31 \quad A = 0,30504$$

$$\sin^2\theta_{520} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 39 \quad A = 0,38376$$

$$\sin^2\theta_{530} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 49 \quad A = 0,48216$$

Piklerin çoğu indislenemediğinden A değerimiz 0,02951 olmadığını bulduk. Başka bir A değeri seçerek numuneyi incelemeye devam edelim. 0,03907 değerini 100 düzlemi için işlemlerimizi yaparsak;

$$\sin^2\theta_{100} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 1 \quad A = 0,03907$$

Bu değer var.

$$\sin^2\theta_{110} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 3 \quad A = 0,11721$$

Bu değer var.

$$\sin^2\theta_{200} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 4 \quad A = 0,15628 \quad \text{Bu deęer var.}$$

$$\sin^2\theta_{210} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 7 \quad A = 0,27349$$

$$\sin^2\theta_{220} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 12 \quad A = 0,46884$$

$$\sin^2\theta_{300} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 9 \quad A = 0,35163$$

$$\sin^2\theta_{310} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 13 \quad A = 0,50791$$

$$\sin^2\theta_{320} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 19 \quad A = 0,74233$$

$$\sin^2\theta_{400} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 16 \quad A = 0,62512$$

$$\sin^2\theta_{410} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 21 \quad A = 0,82047$$

Deęerlerin çoęunu indislenemedik. Bu durumda q_{110} deęerinin 0,03907 olduęu dūşūnūlūrse;

$$\sin^2\theta_{100} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 1 \quad A = 0,01302$$

$$\sin^2\theta_{110} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 3 \quad A = 0,03907 \quad \text{Bu deęer var.}$$

$$\sin^2\theta_{200} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 4 \quad A = 0,05208$$

$$\sin^2\theta_{210} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 7 \quad A = 0,09114 \quad \text{Bu deęer var.}$$

$$\sin^2\theta_{220} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 12 \quad A = 0,15624 \quad \text{Bu deęer var.}$$

$$\sin^2\theta_{300} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 9 \quad A = 0,11718 \quad \text{Bu deęer var.}$$

$$\sin^2\theta_{310} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 13 \quad A = 0,16926 \quad \text{Bu deęer var.}$$

$$\sin^2\theta_{320} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 19 \quad A = 0,24738 \quad \text{Bu deęer var.}$$

$$\sin^2\theta_{400} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 16 \quad A = 0,20832$$

$$\sin^2\theta_{410} = A(h^2+hk+k^2)+Cl^2 = 21 \quad A = 0,27342$$

$$\sin^2 \theta_{420} = \frac{A(h^2 + hk + k^2) + Cl^2}{3a^2} = 28 \quad A = 0,36456$$

$$\sin^2 \theta_{430} = \frac{A(h^2 + hk + k^2) + Cl^2}{3a^2} = 37 \quad A = 0,48174 \quad \text{Bu deęer var.}$$

$$\sin^2 \theta_{330} = \frac{A(h^2 + hk + k^2) + Cl^2}{3a^2} = 27 \quad A = 0,35154$$

$$\sin^2 \theta_{340} = \frac{A(h^2 + hk + k^2) + Cl^2}{3a^2} = 37 \quad A = 0,48174 \quad \text{Bu deęer var.}$$

$$\sin^2 \theta_{440} = \frac{A(h^2 + hk + k^2) + Cl^2}{3a^2} = 48 \quad A = 0,62496$$

$$\sin^2 \theta_{510} = \frac{A(h^2 + hk + k^2) + Cl^2}{3a^2} = 31 \quad A = 0,40362$$

$$\sin^2 \theta_{520} = \frac{A(h^2 + hk + k^2) + Cl^2}{3a^2} = 39 \quad A = 0,50778$$

$$\sin^2 \theta_{530} = \frac{A(h^2 + hk + k^2) + Cl^2}{3a^2} = 49 \quad A = 0,63798$$

Piklerin çoęu indislenemedi. Demekki A deęerimiz 0,03907 de deęil. Tabloda bařka bir deęer daha bulup o deęerle iřlemler tekrarlanır. q_{100} iin 0,04175 deęeri kullanılarak iřlemler yapıldığında yine piklerin çoęunu indislemedik. q_{110} iin 0,04175 deęeri iin iřlemler tekrarlandığında piklerin çoęu yine indislenemedi. Aynı řekilde 0,05690 ve 0,06751 deęerleri iin de yukarıdaki iřlemler tekrarlandığında piklerin çoęu indislenemediğinden numunemizin hekzagonal yapıda olmadığı sylenebilir. Yapılan bu iřlemler neticesinde A iin herhangi bir zm olmadığından C 'ye deęer vererek iřlemleri tekrarlananın anlamı yoktur. Eęer numunemiz hekzagonal yapıda olsaydı bulduğumuz A ve C deęerleri ile a ve c birim hcre parametrelerini bulabilirdik.

$$A = \frac{\lambda^2}{3a^2} \quad (5.34)$$

$$C = \frac{\lambda^2}{4c^2} \quad (5.35)$$

Buradan a ve c yi ekerek birim hcre parametrelerini bulabilirdik.

$$a = \sqrt{\frac{\lambda^2}{3A}} \quad (5.36)$$

$$c = \sqrt{\frac{\lambda^2}{4C}} \quad (5.37)$$

5.7. Rhombohedral Test

Daha önceki testler herhangi bir çözüm vermediğinden bu sefer rhombohedral test ile çözüm aranmalıdır. Rhombohedral kristal yapılarda düzlemler arası mesafe;

$$\frac{1}{d^2} = \frac{(h^2 + k^2 + l^2) \sin^2 \alpha + 2(hk + kl + hl)(\cos^2 \alpha - \cos \alpha)}{a^2(1 - 3 \cos^2 \alpha + 2 \cos^3 \alpha)} \quad (5.38)$$

Denklemleri ile ifade edilir.

Rhombohedral kristal yapıları çözmek için hekzagonal kristal yapılardan faydalanılır. Rhombohedral kristal yapıların Miller indislerini p, q, r ile tanımlayacak olursak ve hekzagonal yapının Milleri indisleri de h, k, l olursa, bu iki sistem arasında;

$$\begin{aligned} 3p &= h - k + l \\ 3q &= h + 2k + l \\ 3r &= -2h - k + l \end{aligned} \quad (5.39)$$

gibi bir ilişki vardır. Hekzagonal kristal yapı ile rhombohedral kristal yapı birim hücre sabitleri arasındaki ilişkiyi de;

$$a_R^2 = \frac{a^2}{3} + \frac{c^2}{9} \quad (5.40)$$

$$\sin \frac{\alpha}{2} = \frac{3}{2} \frac{1}{\left[3 + \left(\frac{c}{a} \right)^2 \right]^{-1/2}} \quad (5.41)$$

Denklemleri ile ifade edebiliriz. Bu durumda Bragg yasasını yazacak olursak;

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (5.42)$$

$n=1$ alınıp daha sonra denklemin karesi alınır ve $\sin^2 \theta$ yalnız bırakılırsa;

$$\sin^2 \theta_{pqr} = \frac{\lambda^2}{4} \left(\frac{\cos^2 \alpha / 2}{a^2 \sin \alpha / 2 \cdot \sin 3\alpha / 2} \right) \cdot \left((p^2 + q^2 + r^2) - \left((1 - \tan^2 \alpha / 2) \cdot (pq + qr + pr) \right) \right) \quad (5.43)$$

İfadesi yazılabilir. Buradan şunu diyebiliriz. Rombohedral kristal yapıda bir çözüm bulunabilmesi için hekzagonal kristal yapıya uygun bir oranın bulunması gerekir. Hekzagonal kristal yapı için hazırlanan oran tablosunda böyle bir oran olmadığından numunemiz rombohedral kristal yapıda değildir diyebiliriz.

5.8. Ortorombik Test

Numunemiz için ortorombik testi uygulayacak olursak, düzlemler arası mesafeyi

$$\frac{1}{d_{hkl}} = \sqrt{\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}} \quad (5.45)$$

Şeklinde yazmamız gerekir. Bu ifadeyi Bragg yasasında yazacak olursak;

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

$$n\lambda = 2 \frac{1}{\sqrt{\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}}} \sin \theta \quad (5.46)$$

Bu ifade de $n=1$ der ve ifadenin karesini alıp $\sin^2 \theta$ 'yi yalnız bırakacak olursak;

$$\sin^2 \theta_{hkl} = \frac{\lambda^2}{4} \left(\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} \right) \quad (5.47)$$

Bu ifadeyi düzenlersek;

$$\sin^2 \theta_{hkl} = \frac{\lambda^2}{4} \frac{h^2}{a^2} + \frac{\lambda^2}{4} \frac{k^2}{b^2} + \frac{\lambda^2}{4} \frac{l^2}{c^2} \quad (5.48)$$

$$A = \frac{\lambda^2}{4a^2} \quad (5.49)$$

$$B = \frac{\lambda^2}{4b^2} \quad (5.50)$$

$$C = \frac{\lambda^2}{4c^2} \quad (5.51)$$

İfadelerini de denklemde yerine yazarsak;

$$\sin^2_{hkl} \theta = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 \quad (5.52)$$

Ortorombik kristal yapıya sahip bir madde için düzlemler arası mesafeyi veren en genel ifadeyi yazmış oluruz.

Bu ifade 100, 010 ve 001 düzlemlerine karşılık gelen $\sin^2 \theta$ ifadelerini yazarsak;

$$\begin{aligned} \sin^2 \theta_{h00} &= Ah^2 \\ \sin^2 \theta_{0k0} &= Bk^2 \\ \sin^2 \theta_{00l} &= Cl^2 \end{aligned} \quad (5.53)$$

denklemleri yazılabilir. Bu denklemlerin yardımıyla;

$$\sin^2 \theta_{h00} + \sin^2 \theta_{0k0} = Ah^2 + Bk^2 \quad (5.54)$$

denklemini yazılabilir. Bu denklemi de;

$$\sin^2 \theta_{hk0} = Ah^2 + Bk^2 \quad (5.55)$$

Şeklinde kısaca yazabiliriz. O halde yukarıdaki ifadeden yararlanarak;

$$\begin{aligned} \sin^2 \theta_{h_1 k_1 0} &= \sin^2 \theta_{h_1 00} + \sin^2 \theta_{0 k_1 0} \\ \sin^2 \theta_{h_1 k_1 l_1} &= \sin^2 \theta_{00 l_1} + \sin^2 \theta_{h_1 k_1 0} \\ \sin^2 \theta_{h_1 0 l_1} &= \sin^2 \theta_{h_1 00} + \sin^2 \theta_{00 l_1} \end{aligned} \quad (5.56)$$

denklemleri elde edilebilir. Aynı şekilde bu denklemlerin farklarını da alarak aşağıdaki denklemler;

$$\begin{aligned} \sin^2 \theta_{h_1 00} &= \sin^2 \theta_{h_1 k_1 l_1} - \sin^2 \theta_{0 k_1 l_1} \\ \sin^2 \theta_{0 k_1 0} &= \sin^2 \theta_{h_1 k_1 0} - \sin^2 \theta_{h_1 00} \end{aligned} \quad (5.57)$$

$$\sin^2\theta_{00l_1} = \sin^2\theta_{h_1k_1l_1} - \sin^2\theta_{h_1k_10}$$

elde edilebilir. Bu fark denklemlerini kullanılarak Hesse – Lipson metodu ile ortorombik kristal yapıların incelenmesi sağlanır. Ortorombik testin yapılması için ilk önce $\sin^2\theta$ değerleri kullanılarak bir fark tablosu hazırlanır. Bu tablo en küçük 2θ değerlerinden başlayarak artan $\sin^2\theta$ değerlerinin sıralanmasıyla oluşur. En küçük $\sin^2\theta$ değeri sabit olmak üzere bu değer diğer $\sin^2\theta$ değerlerinden çıkarılarak ilk sütun oluşturulur. İkinci sütun için de ikinci en küçük $\sin^2\theta$ değeri dikkate alınır ve bu değer kendinden sonra gelen $\sin^2\theta$ değerlerinden çıkarılarak ikinci sütun oluşturulur. Bu işlem tüm $\sin^2\theta$ değerleri bitene kadar aynı mantıkla yapılır. Böylelikle ortorombik test için bir fark tablosu oluşturulmuş olur.

Fark tablosunun oluşturulmasından sonra bu farkların kendi aralarında oluşturdukları tekrar sayıları bulunur. Tekrar sayıları için iki farklı grafik yöntemi kullanılmıştır. Hesse çubuk grafiğini kullanırken Lipson nokta grafiği ile tekrar sayılarını vermiştir. Her iki grafiğin oluşturulmasında, fark tablosundaki değerlerin $\Delta\sin^2\theta = 0,0004$ deneysel hata ile incelenmesi ve tekrar sayısı dokuzun üzerinde olan değerler alınarak hazırlanmıştır.

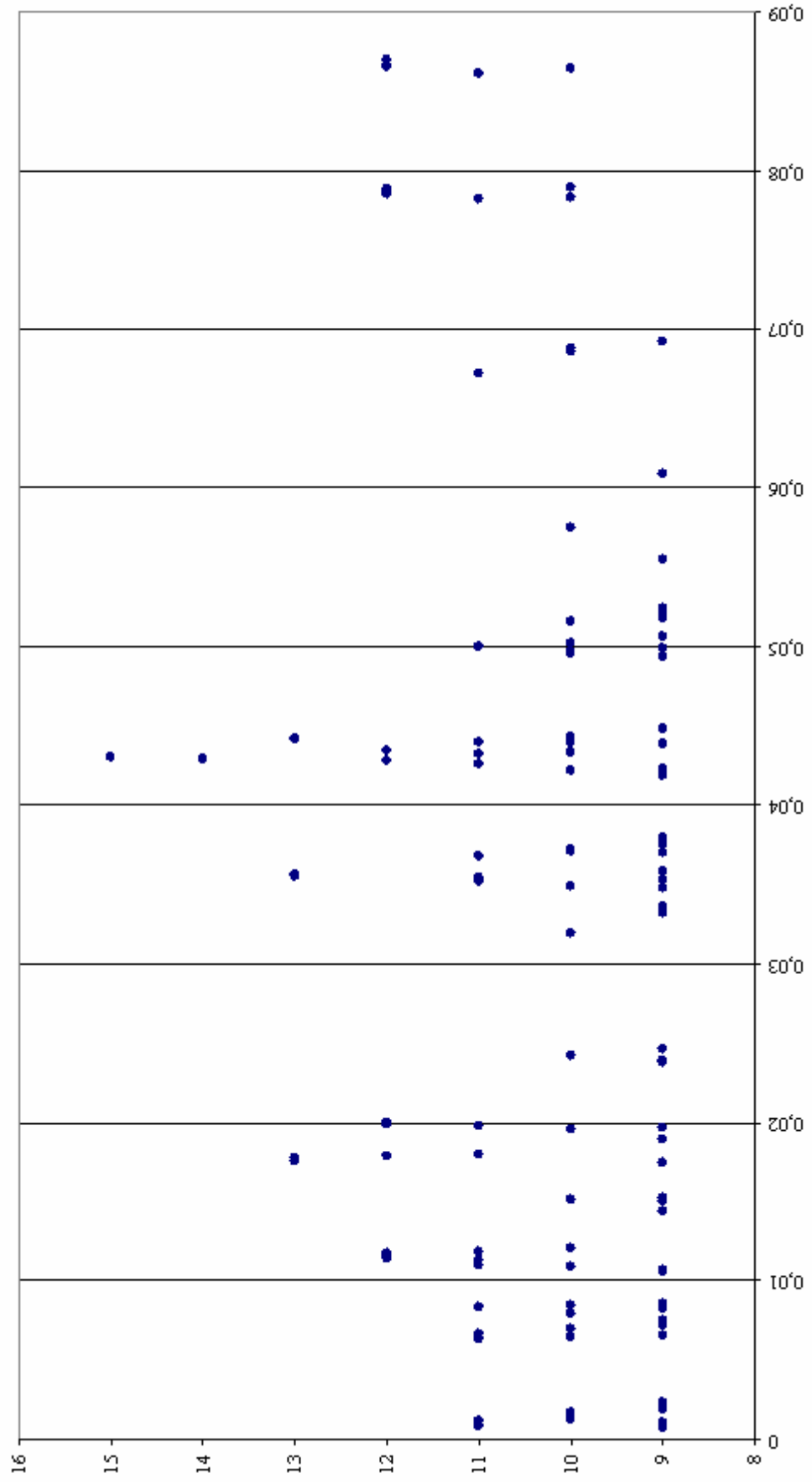
Frekans tablosunun oluşturulmasından sonra sıra $\sin^2\theta_{100}$, $\sin^2\theta_{010}$ ve $\sin^2\theta_{001}$ değerlerini bulmaya çalışmalıyız. Bu değerleri bulmak için en çok tekrar eden sayıyı $\sin^2\theta_{100}$ ile eşleştiririz. Bu eşleştirmeden sonra 200, 300, 400... gibi değerlerin bizim gözlemlediğimiz $\sin^2\theta$ değerleri arasında olup olmadığına bakılır. Eğer yaptığımız seçim doğru ise $\sin^2\theta$ değerlerinin eşleşmesi gerekir. İkinci olarak, seçtiğimiz değerden küçük başka bir frekansı, $\sin^2\theta_{010}$ olarak belirlemektir. Bulduğumuz be değerle 020, 030, 040... indilerin gözlemlediğimiz $\sin^2\theta$ değerlerimiz arasında olup olmadığına bakılır. Eğer bu değerler varsa seçimiz doğrudur demektir. Bu seçimlerden sonra $hk0$ indisleri için bir çalışma yapılır ve bu sonuçların $\sin^2\theta$ gözlenen değerlerimiz arasında olup olmadığına bakılır. Aynı işlemler $\sin^2\theta_{001}$ için seçilecek bir değerle yapılır daha sonra hkl için indislemeler yapılmaya çalışılır.

Bu alıřmaların neticesinde gzlemlenen $\sin^2\theta$ deęerlerinin indislenmesi saęlanmıřsa numunemiz ortorombik kristal yapıdadır. Bunun neticesi olarak A , B ve C deęerleri yardımıyla birim hcre parametreleri bulunabilir.

Tablo 5.6. Ortoremik Fark Tablosu

	20	sin ² θ	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
1	19,7841	0,02351	0																								
2	22,8001	0,03907	0,00956	0																							
3	23,5799	0,04175	0,01224	0,00288	0																						
4	26,0599	0,05063	0,02132	0,01176	0,00908	0																					
5	27,5988	0,05690	0,02738	0,01783	0,01515	0,00807	0																				
6	30,1200	0,06751	0,03800	0,02844	0,02576	0,01668	0,01061	0																			
7	31,4599	0,07350	0,04398	0,03443	0,03175	0,02266	0,01660	0,00599	0																		
8	32,9988	0,08066	0,05115	0,04180	0,03882	0,02983	0,02377	0,01315	0,00717	0																	
9	34,1999	0,08846	0,05895	0,04739	0,03563	0,02956	0,02196	0,01695	0,01296	0,00580	0																
10	34,4999	0,08794	0,05842	0,04687	0,03710	0,03104	0,02042	0,01444	0,00727	0,00148	0																
11	34,7000	0,08893	0,05942	0,04886	0,04718	0,03810	0,03203	0,02142	0,01543	0,00826	0,00247	0,00099	0														
12	35,2202	0,09153	0,06202	0,05246	0,04878	0,04070	0,03463	0,02402	0,01803	0,01087	0,00507	0,00359	0,00260	0													
13	36,6000	0,09859	0,06908	0,05952	0,05684	0,04776	0,04169	0,03108	0,02509	0,01793	0,01213	0,00656	0,00566	0,00260	0												
14	36,9303	0,10032	0,07080	0,06125	0,05857	0,04948	0,04342	0,03280	0,02682	0,01965	0,01386	0,00798	0,00708	0,00450	0,00190	0,00084	0,00311	0									
15	37,5199	0,10343	0,07382	0,06436	0,06168	0,05260	0,04653	0,03592	0,02993	0,02277	0,01697	0,01049	0,00959	0,00698	0,00430	0,00184	0,00311	0									
16	37,9800	0,10578	0,07627	0,06671	0,06403	0,05495	0,04888	0,03827	0,03228	0,02512	0,01932	0,01284	0,01185	0,00925	0,00665	0,00415	0,00311	0									
17	38,1399	0,10675	0,07723	0,06768	0,06500	0,05592	0,04985	0,03924	0,03325	0,02608	0,02029	0,01481	0,01382	0,01123	0,00862	0,00612	0,00512	0,00311	0								
18	38,9367	0,11682	0,08711	0,07755	0,07487	0,06579	0,05973	0,04911	0,04313	0,03596	0,03016	0,02469	0,02369	0,02099	0,01849	0,01589	0,01339	0,01084	0,00988	0							
19	40,1004	0,11754	0,08803	0,07847	0,07579	0,06671	0,06064	0,05003	0,04404	0,03688	0,03108	0,02561	0,02461	0,02191	0,01941	0,01681	0,01431	0,01176	0,01079	0,00992	0						
20	41,1198	0,12333	0,09382	0,08426	0,08158	0,07250	0,06643	0,05582	0,04983	0,04367	0,03787	0,03230	0,03130	0,02860	0,02610	0,02360	0,02110	0,01855	0,01758	0,01671	0,01584	0					
21	41,3403	0,12460	0,09509	0,08553	0,08285	0,07377	0,06770	0,05709	0,05110	0,04394	0,03814	0,03257	0,03157	0,02887	0,02637	0,02387	0,02137	0,01882	0,01785	0,01700	0,01613	0					
22	41,5077	0,12557	0,09605	0,08650	0,08382	0,07473	0,06867	0,05805	0,05207	0,04490	0,03911	0,03354	0,03254	0,02984	0,02734	0,02484	0,02234	0,01979	0,01882	0,01797	0,01710	0,01623	0				
23	42,6802	0,13231	0,10279	0,09324	0,09056	0,08147	0,07541	0,06480	0,05881	0,05164	0,04585	0,04028	0,03928	0,03658	0,03408	0,03158	0,02908	0,02653	0,02556	0,02469	0,02382	0,02295	0				
24	44,5404	0,14362	0,11411	0,10455	0,10187	0,09279	0,08672	0,07611	0,07012	0,06296	0,05719	0,05162	0,05062	0,04792	0,04542	0,04292	0,04042	0,03787	0,03690	0,03603	0,03516	0,03429	0				
25	45,1798	0,14756	0,11805	0,10849	0,10581	0,09673	0,09066	0,08005	0,07406	0,06689	0,06110	0,05562	0,05462	0,05192	0,04942	0,04692	0,04442	0,04187	0,04090	0,04003	0,03916	0,03829	0				
26	46,5992	0,15620	0,12669	0,11713	0,11445	0,10537	0,09930	0,08869	0,08270	0,07553	0,06974	0,06427	0,06327	0,06057	0,05807	0,05557	0,05307	0,05052	0,04955	0,04868	0,04781	0,04694	0				
27	47,0155	0,15910	0,12959	0,12003	0,11735	0,10827	0,10220	0,09159	0,08560	0,07844	0,07264	0,06717	0,06617	0,06347	0,06097	0,05847	0,05597	0,05342	0,05245	0,05158	0,05071	0,04984	0				
28	48,2801	0,16726	0,13774	0,12819	0,12551	0,11642	0,11036	0,09974	0,09376	0,08659	0,08080	0,07532	0,07432	0,07162	0,06912	0,06662	0,06412	0,06157	0,06060	0,05973	0,05886	0,05800	0				
29	48,3404	0,16785	0,13814	0,12858	0,12590	0,11682	0,11075	0,10014	0,09415	0,08698	0,08119	0,07571	0,07471	0,07201	0,06951	0,06701	0,06451	0,06196	0,06100	0,06013	0,05926	0,05840	0				
30	48,3798	0,16791	0,13839	0,12884	0,12616	0,11707	0,11101	0,10039	0,09441	0,08724	0,08145	0,07597	0,07497	0,07227	0,06977	0,06727	0,06477	0,06222	0,06126	0,06039	0,05952	0,05865	0				
31	48,6400	0,16861	0,14009	0,13054	0,12786	0,11877	0,11271	0,10209	0,09611	0,08894	0,08315	0,07767	0,07667	0,07397	0,07147	0,06897	0,06647	0,06392	0,06296	0,06209	0,06122	0,06035	0				
32	53,3008	0,20119	0,17188	0,16212	0,15944	0,15036	0,14430	0,13368	0,12769	0,12053	0,11473	0,11326	0,11226	0,10956	0,10706	0,10456	0,10206	0,09956	0,09859	0,09772	0,09685	0,09598	0				
33	53,5001	0,20259	0,17308	0,16352	0,16084	0,15176	0,14569	0,13508	0,12909	0,12193	0,11613	0,11466	0,11366	0,11096	0,10846	0,10596	0,10346	0,10096	0,09999	0,09912	0,09825	0,09738	0				
34	54,6802	0,20321	0,17369	0,16414	0,16146	0,15237	0,14631	0,13570	0,12971	0,12255	0,11675	0,11527	0,11428	0,11158	0,10908	0,10658	0,10408	0,10158	0,10061	0,09974	0,09887	0,09800	0				
35	53,7804	0,20456	0,17505	0,16549	0,16281	0,15373	0,14766	0,13705	0,13106	0,12390	0,11810	0,11662	0,11563	0,11293	0,11043	0,10793	0,10543	0,10293	0,10196	0,10109	0,10022	0,09935	0				
36	54,5463	0,20988	0,18046	0,17091	0,16823	0,15915	0,15308	0,14247	0,13648	0,12931	0,12352	0,12204	0,12105	0,11835	0,11585	0,11335	0,11085	0,10835	0,10738	0,10651	0,10564	0,10477	0				
37	54,6801	0,21079	0,18127	0,17172	0,16904	0,15995	0,15389	0,14328	0,13729	0,13012	0,12433	0,12285	0,12186	0,11916	0,11666	0,11416	0,11166	0,10916	0,10819	0,10732	0,10645	0,10558	0				
38	55,4004	0,21608	0,18657	0,17701	0,17433	0,16525	0,15918	0,14857	0,14258	0,13542	0,12962	0,12814	0,12715	0,12445	0,12195	0,11945	0,11695	0,11445	0,11348	0,11261	0,11174	0,11087	0				
39	56,3006	0,22258	0,19307	0,18351	0,18083	0,17175	0,16568	0,15507	0,14908	0,14192	0,13612	0,13465	0,13365	0,13095	0,12845	0,12595	0,12345	0,12095	0,12000	0,11913	0,11826	0,11739	0				
40	56,9803	0,24054	0,21102	0,20147	0,19879	0,18970	0,18364	0,17303	0,16704	0,15987	0,15408	0,15260	0,15161	0,14891	0,14641	0,14391	0,14141	0,13891	0,13794	0,13707	0,13620	0,13533	0				
41	58,9803	0,24233	0,21282	0,20326	0,20059	0,19150	0,18544	0,17482	0,16884	0,16167	0,15587	0,15440	0,15341	0,15071	0,14821	0,14571	0,14321	0,14071	0,13974	0,13887	0,13800	0,13713	0				
42	60,5639	0,25427	0,22476	0,21520	0,21253	0,20344	0,19738	0,18676	0,18078	0,17361	0,16781	0,16634	0,16535	0,16265	0,16015	0,15765	0,15515	0,15265	0,15168	0,15081	0,15000	0,14913	0				
43	60,6995	0,25530	0,22579	0,21624	0,21356	0,20447	0,19841	0,18779	0,18181	0,17464	0,16885	0,16737	0,16638	0,16368	0,16118	0,15868	0,15618	0,15368	0,15271	0,15184	0,15100	0,15013	0				
44	61,9999	0,26526	0,23575	0,22619	0,22352	0,21443	0,20837	0,19775	0,19177	0,18460	0,17881	0,17733	0,17634	0,17364	0,17114	0,16864	0,16614	0,16364	0,16267	0,16180	0,16093	0,16006	0				
45	62,6323	0,27015	0,24064	0,23108	0,22840	0,21932	0,21325	0,20264	0,19665	0,18948	0,18369	0,18221	0,18122	0,17852	0,17602	0,17352	0,17102	0,16852	0,16755	0,16668	0,16581	0,16494	0				
46	62,9796	0,27285	0,24333	0,23378	0,23110	0,22201	0,21595	0,20533	0,19935	0,19218	0,18639	0,18491	0,18392	0,18122	0,17872	0,17622	0,17372	0,17122	0,17025	0,16938	0,16851	0,16764	0				
47	63,8397	0,27956	0,25005	0,24049	0,23781	0,22872	0,22266	0,21205	0,20606	0,19889	0,19310	0,19162	0,19063	0,18793	0,18543	0,18293	0,1804										

Tablo 5.8. Ortotorombik Farklar Lipson Grafiği



Ortorombik fark tablosu incelendiğinde birçok sayının aynı miktarlarda tekrar ettiği gözlemlendi. Frekans tablosunu oluşturarak hesaplamalarda kullanacağımız sayıları düzenleyelim. Tablo 0,0004 deneysel hata ile oluşturuldu ve 0,04500 değerine kadar incelendi. En çok tekrar eden sayılar tabloda yazılacak olursa;

Tablo 5.9. Frekans Tablosu

Gözlenen fark	Frekans	Gözlenen fark	Frekans
0,0431	15 defa	0,0115 0,0117 0,0118 0,0180 0,0200 0,0201 0,0429 0,0435 0,0786 0,0787 0,0789 0,0866 0,0867...	12 defa
0,0430	14 defa	0,0010 0,0013 0,0064 0,0068 0,0084 0,0111 0,0114 0,0119 0,0181 0,0199 0,0353 0,0355 0,0369 0,0371...	11 defa
0,0176 0,0178 0,0179 0,0356 0,0357 0,0443	13 defa	0,0006 0,0014 0,0017 0,0018 0,0022 0,0024 0,0065 0,0071 0,0080 0,0086 0,0110 0,0121 0,0152 0,0197...	10 defa

Bu değerleri kullanarak numunemizin ortorombik yapıda olup olmadığını analitik yöntemle bulmaya çalışalım.

En çok tekrar eden en küçük sayı 0,0431'dir. Bu sayıyı $\sin^2\theta_{100} = 0,0431$ şeklinde indislersek;

$$\sin^2_{hkl} \theta = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 \quad (5.58)$$

Ortorombik kristal yapı için Bragg yasası olmak üzere; 200, 300, 400... gibi düzlemleri indislemeye çalışırsak;

$$\sin^2\theta_{100} = Ah^2+Bk^2+Cl^2 = 1 \quad A = 0,04310$$

$$\sin^2\theta_{200} = Ah^2+Bk^2+Cl^2 = 4 \quad A = 0,17240$$

$$\sin^2\theta_{300} = Ah^2+Bk^2+Cl^2 = 9 \quad A = 0,38790$$

$$\sin^2\theta_{400} = Ah^2+Bk^2+Cl^2 = 16 \quad A = 0,68960$$

Hiçbir düzlemi indisleyemedik diğer en çok tekrar eden 0,0430 değerini A olarak kabul ettiğimizde pikleri yine indisleyemiyoruz. Bir başka en çok tekrar eden değer 0,0176'yı A değerimiz olarak kabul edersek;

$$\sin^2\theta_{100} = Ah^2+Bk^2+Cl^2 = 1 \quad A = 0,01760$$

$$\sin^2\theta_{200} = Ah^2+Bk^2+Cl^2 = 4 \quad A = 0,07040$$

$$\sin^2\theta_{300} = Ah^2+Bk^2+Cl^2 = 9 \quad A = 0,15840$$

$$\sin^2\theta_{400} = Ah^2+Bk^2+Cl^2 = 16 \quad A = 0,28160$$

$$\sin^2\theta_{500} = Ah^2+Bk^2+Cl^2 = 25 \quad A = 0,44000$$

olur. A değerini bulmak için yaptığımız işlemler sonucunda pikleri indisleyemedik. Diğer en çok tekrar eden sayılar ile işlemleri tekrarlamamıza rağmen piklerin büyük bir kısmını indisleyemediğimizden dolayı numunemizin ortorombik kristal yapıya sahip olmadığını söyleyebiliriz.

5.9. Monoklinik Test

Numunemizin kristal yapısının monoklinik yapıda olup olmadığını inceleyelim. Monoklinik kristal sisteminde birim hücrede düzlemler arası mesafeyi;

$$d_{hkl} = \frac{1}{\sqrt{\frac{h^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} + \frac{2hl}{ac} \cos \beta + \frac{k^2}{b^2 \sin^2 \beta}}} \quad (5.59)$$

denklemini ile ifade edilir. Bu denklemde bazı kabuller yapılarak denkleminizi daha kullanışlı hale getirebiliriz. $l=0$ için denkleminizi yazarsak;

$$d_{hkl} = \frac{1}{\sqrt{\frac{h^2}{a^2 \sin^2 \beta} + \frac{k^2}{b^2}}} \quad (5.60)$$

olur. bu ifadeyi Bragg yasasında yazarsak;

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

$$n\lambda = 2 \frac{1}{\sqrt{\frac{h^2}{a^2 \sin^2 \beta} + \frac{k^2}{b^2}}} \sin \theta \quad (5.61)$$

olur. Bu ifade de $n=1$ der ve ifadenin karesini alır ve $\sin^2 \theta$ 'yı yalnız bırakırsak;

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2}{4} \left(\frac{h^2}{a^2 \sin^2 \beta} + \frac{k^2}{b^2} \right) \quad (5.62)$$

bu ifadeyi düzenleyecek olursak;

$$\sin^2 \theta = \frac{\lambda^2 h^2}{4a^2 \sin^2 \beta} + \frac{\lambda^2 k^2}{4b^2} \quad (5.63)$$

$$A = \frac{\lambda^2}{4a^2 \sin^2 \beta} \quad (5.64)$$

$$B = \frac{\lambda^2}{4b^2} \quad (5.65)$$

Yukarıdaki işlemler benzer şekilde yapılarak $h=0$ için C sabitini de bulabiliriz.

$$C = \frac{\lambda^2}{4c^2 \sin^2 \beta} \quad (5.66)$$

Monoklinik kristal yapıya sahip bir madde için hkl ve $hk\bar{l}$, düzlemler arası mesafeyi veren en genel ifadeyi,

$$\begin{aligned} \sin^2 \theta_{hkl} &= q_{hkl} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 - Dhl \\ \sin^2 \theta_{hk\bar{l}} &= q_{hk\bar{l}} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 + Dhl \end{aligned} \quad (5.67)$$

şeklinde yazmış oluruz. Burada D ,

$$D = \frac{\lambda^2 \cos^2 \beta}{2ac \sin^2 \beta} \quad (5.68)$$

şeklinde tanımlanır. Yukarıdaki ifadeleri taraf tarafa çıkarırsak $\sin^2 \theta$ değerleri arasındaki farkı bulabiliriz.

$$q_{hk\bar{l}} - q_{hkl} = 2Dhl \quad (5.69)$$

Bu ifadeden de anlaşılacağı gibi $\sin^2 \theta$ farkları D 'nin katları şeklinde olmalıdır.

Monoklinik bir sistem için birim hücre kenar uzunlukları ile açılar arasındaki ilişki $a_1 \neq a_2 \neq a_3$, $\alpha = \beta = 90^\circ$, $\gamma \neq 90^\circ$ şeklindeydi. Buna göre β 90° ye yakın olduğu durumlarda D küçük değerler alacaktır. Böylece daha önce kübik, tetragonal, hekzagonal ve ortorombik kristal yapılara göre indislenemediğinden numunemiz belki de monoklinik kristal yapıya göre indislenebilecektir.

Şimdi monoklinik test için yapılması gereken, ortorombik test için hazırlanan fark tablosu gibi bir tablo hazırlamak ve bu tablo içinde 1, 2, 3, 4, 5 gibi katlarda tekrar eden sayıları bulmaktır. Tablo araştırıldığında bu duruma uyan birçok sayının olduğu görülür. Bu sayılardan uygun olanı seçilerek $q_{hk\bar{l}} - q_{hkl} = 2Dhl$ farkı hesaplanıp buradan da D değeri bulunabilir. $2D$ büyüklüğü genelde $1kl$ ve $1k\bar{l}$ düzlemlerinden bulunur. D

değerini bulmak için $k=0$ alınarak işe başlanır. Böylece 101 ve $10\bar{1}$ düzlemleri için $\sin^2\theta$ farkları rahatlıkla bulunabilir. A , B , C sabitleri de bu değerlerin yardımıyla bulunabilir. $k=0$ için A , B , C değerlerini ile pikler indislenemedi ise $k=1$ için benzer işlemler yapılarak indislenme yapılır. $hk0$, 001 , hkl ve $hk\bar{l}$ için şu eşitlikleri yazabiliriz.

$$q_{hk0} = Ah^2 + Bk^2 \quad (5.70)$$

$$q_{001} = Cl^2$$

yazılabilir. Bunun yanında şu eşitlikleri de yazabiliriz.

$$q_{hk0} + q_{001} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2$$

$$q_{hkl} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 - Dhl \quad (5.71)$$

$$q_{hk\bar{l}} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 + Dhl$$

bu eşitlikler yardımıyla;

$$q_{hkl} + q_{hk\bar{l}} = 2(Ah^2 + Bk^2 + Cl^2)$$

$$q_{hkl} + q_{hk\bar{l}} = 2(q_{hk0} + q_{001}) = 2(q_{h00} + q_{0kl}) \quad (5.72)$$

bağıntıları yazılabilir. bu bağıntıdan iki düzlemin toplamının başka iki düzlemin toplamının iki katına eşit olacağı anlaşılır.

İlk olarak 100 , 001 , 101 ve $10\bar{1}$ indisleri için araştırma yapılır. Buradan A ve C için değerler bulunmaya çalışılır. Numunenizin monoklinik olup olmadığını araştırırsak.

Hazırlanan fark tablosu incelendiğinde, $0,00894$ değerini $2D$ olarak seçerlim,

$$2Dhl = 0,00894$$

h ve l eşittir 1 için, $D=0,00447$ olur. Bu değer 2 , 3 , 4 ve 5 katlarına eşit sayılara deneysel hatalar da göz önünde bulundurulduğunda tablo içinde rastlıyoruz.

$k=0$ için bir çözüm bulmaya çalışırsak. İlk yansımamızı q_{100} olarak kabul ederlim;

$$q_{100} = A = 0,02951$$

İkinci olarak q_{101} 'i tablodaki ikinci yansımamız olarak kabul edersek;

$$q_{101} = A + C - D = 0,03907$$

bu iki denklemden A ve D yi biliyoruz. Öyleyse C yi;

$$C = 0,01403$$

rahatlıkla bulabiliriz.

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

$$\sin^2 \theta_{hk\bar{l}} = q_{hk\bar{l}} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 + Dhl \quad (5.73)$$

Bu değerleri yukarıdaki denklemlerde kullanarak bazı değerleri indislemeye çalışalım.

$$\sin^2 \theta_{101} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 - Dhl = 0,03907 \quad \text{Var.}$$

$$\sin^2 \theta_{102} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 - Dhl = 0,07669$$

$$\sin^2 \theta_{103} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 - Dhl = 0,14237$$

$$\sin^2 \theta_{104} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 - Dhl = 0,23611$$

$$\sin^2 \theta_{105} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 - Dhl = 0,35791$$

$$\sin^2 \theta_{106} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 - Dhl = 0,50777$$

$$\sin^2 \theta_{201} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 - Dhl = 0,12313 \quad \text{Var.}$$

$$\sin^2 \theta_{202} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 - Dhl = 0,15628 \quad \text{Var.}$$

$$\sin^2 \theta_{203} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 - Dhl = 0,21749$$

$$\sin^2 \theta_{204} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 - Dhl = 0,30676$$

$$\sin^2 \theta_{205} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 - Dhl = 0,42409 \quad \text{Var.}$$

$$\sin^2 \theta_{301} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 - Dhl = 0,26621$$

$$\sin^2\theta_{3 \ 0 \ 2} = Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl = 0,29489$$

$$\sin^2\theta_{3 \ 0 \ 3} = Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl = 0,35163$$

$$\sin^2\theta_{3 \ 0 \ 4} = Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl = 0,43643$$

$$\sin^2\theta_{4 \ 0 \ 1} = Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl = 0,46831$$

$$\sin^2\theta_{4 \ 0 \ 2} = Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl = 0,49252$$

Görüldüğü gibi seçmiş olduğumuz değerler yanlış olduğu için piklerin çoğunu indisleyemedik. Başka bir $\sin^2\theta$ değeri kullanarak işlemleri tekrarlırsak.

$$q_{101} = A + C - D = 0,05083$$

Değeri için;

$$C=0,02579$$

olur. Bu değer ile 15. piki indislenebildik. A ve D yi de bildiğimiz için en genel denklemi kullanarak $\sin^2\theta$ değerlerini indislemeye çalışırsak;

$$\sin^2\theta_{1 \ 0 \ 1} = Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl = 0,05083 \quad \text{Var.}$$

$$\sin^2\theta_{1 \ 0 \ 2} = Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl = 0,12373 \quad \text{Var.}$$

$$\sin^2\theta_{1 \ 0 \ 3} = Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl = 0,24821$$

$$\sin^2\theta_{1 \ 0 \ 4} = Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl = 0,42427 \quad \text{Var.}$$

$$\sin^2\theta_{1 \ 0 \ 5} = Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl = 0,65191$$

$$\sin^2\theta_{1 \ 0 \ 6} = Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl = 0,93113$$

$$\sin^2\theta_{2 \ 0 \ 1} = Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl = 0,13489$$

$$\sin^2\theta_{2 \ 0 \ 2} = Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl = 0,20332$$

$$\sin^2 \theta_{203} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 - Dhl = 0,32333$$

$$\sin^2 \theta_{204} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 - Dhl = 0,49492$$

$$\sin^2 \theta_{205} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 - Dhl = 0,71809$$

$$\sin^2 \theta_{301} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 - Dhl = 0,27797$$

$$\sin^2 \theta_{302} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 - Dhl = 0,34193$$

$$\sin^2 \theta_{303} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 - Dhl = 0,45747$$

$$\sin^2 \theta_{304} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 - Dhl = 0,62459$$

$$\sin^2 \theta_{401} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 - Dhl = 0,48007$$

$$\sin^2 \theta_{402} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 - Dhl = 0,53956$$

Yaptığımız bu işlemler neticesinde piklerin çoğunu indisleyemediğimizden $k=0$ için bir çözüm bulamadık. $k=1$ için bir çözüm bulmaya çalışalım.

$$q_{110} = A + B = 0,02951$$

$$q_{111} = A + B + C + D = 0,05083$$

Olarak kabul edelim. Daha önceden D 'yi tahmin etmiştik. Bu iki denklemi kullanarak C 'yi bulabiliriz.

$$C = 0,01685$$

Olarak bulunur. Bu değerle bir indisleme yapmaya çalışalım.

$$q_{002} = 4C = 0,06751$$

$$q_{004} = 16C = 0,27021$$

Bu değerlerle 6. piki ve 45. piki indisleyebildik.

A ve B sabitlerini bulmaya çalışalım.

$$q_{312} = 9A + B + 4C - 6D$$

$$q_{310} = 9A + B$$

olmak üzere bu iki değeri birbirinden çıkaracak olursak;

$$q_{312} - q_{310} = 4C - 6D = 0,04058$$

Bu fark yaklaşık olarak 23. ve 12. pikler arasında bulunmaktadır. Daha yaklaşık bir değer olmasına rağmen önceden o piki q_{111} için kullandığımızdan bir daha kullanılmadı. Öyleyse;

$$q_{310} = 0,09153$$

Yazabiliriz. q_{310} ve q_{110} ifadelerini kullanarak A ve B 'yi bulabiliriz.

$$q_{310} = 9A + B = 0,09153$$

$$q_{110} = A + B = 0,02951$$

Bu iki ifadeden;

$$A = 0,00775$$

$$B = 0,02176$$

Şeklinde bulunur. Bu değerlerin doğru olup olmadığını başka bir piki indisleyerek deneyelim.

$$q_{312} = 9A + B + 4C - 6D = 0,13231$$

Bulunur. Bu değer gözlenen $\sin^2\theta$ değerlerimiz arasında bulunduğundan seçimimizin doğru olduğunu söyleyebiliriz. Böylece A , B , C ve D değerlerini bulduk diyebiliriz. Eğer bu değerler yapacağımız indisleme işlemi ile gözlenen $\sin^2\theta$ değerlerini indisleyebilirsek numunemiz monoklinik kristal yapıya sahiptir diyebiliriz.

$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 1 & 1 & 0 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,02951$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 2 & 0 & 1 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,03891$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 1 & 1 & 1 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,04189$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 1 & 1 & 1 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,05083$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 2 & 0 & 1 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,05679$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 0 & 0 & 2 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,06740$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 3 & 0 & 1 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,07319$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 2 & 0 & 2 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,08052$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 0 & 2 & 0 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,08704$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 1 & 1 & 2 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,08797$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 0 & 1 & 2 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,08916$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 3 & 1 & 0 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,09151$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 3 & 0 & 1 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,10001$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 0 & 2 & 1 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,10389$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 1 & 1 & 2 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,10585$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 1 & 2 & 1 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,10717$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 2 & 0 & 2 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,11628$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 2 & 2 & 0 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,11804$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 4 & 0 & 1 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,12297$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 4 & 0 & 0 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,12400$	Var.

$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 2 & 2 & 1 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,12595$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 3 & 1 & 2 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,13209$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} \bar{2} & 2 & 1 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,14383$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 2 & 0 & 3 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,15583$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 3 & 2 & 0 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,15679$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 4 & 0 & 2 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,15564$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} \bar{4} & 0 & 1 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,15873$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 2 & 2 & 2 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,16756$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 2 & 2 & 2 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,16756$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 1 & 1 & 3 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,16775$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 3 & 1 & 3 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,20293$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 1 & 3 & 0 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,20359$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} \bar{2} & 2 & 2 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,20332$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 3 & 1 & 3 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,20293$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 1 & 3 & 0 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,20359$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 4 & 2 & 1 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,21001$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} \bar{2} & 0 & 3 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,20947$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 5 & 1 & 1 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,21001$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 4 & 2 & 0 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,21104$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 5 & 1 & 0 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,21551$	Var.

$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 4 & 0 & 3 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,22201$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 4 & 2 & 2 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,24268$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 2 & 2 & 3 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,24287$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} \bar{5} & 1 & 1 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,25471$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} \bar{5} & 1 & 1 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,25471$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 3 & 3 & 0 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,26559$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 2 & 0 & 4 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,26484$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 0 & 0 & 4 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,26960$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 6 & 0 & 0 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,27900$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} \bar{1} & 3 & 2 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,27993$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 6 & 2 & 0 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,36604$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 4 & 3 & 3 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,41785$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 3 & 0 & 5 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,42395$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} \bar{2} & 0 & 5 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,49695$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 3 & 1 & 5 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,44571$	Var.
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 3 & 1 & 3 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,20293$	
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 0 & 2 & 3 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,23869$	
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} \bar{1} & 2 & 2 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,17113$	
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} 1 & 0 & 3 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,14599$	
$\sin^2\theta$	$\begin{smallmatrix} \bar{3} & 0 & 1 \end{smallmatrix}$	$= Ah^2+Bk^2+Cl^2-Dhl$	$= 0,10001$	

Piklerin çoğu indislendiğinden numunemizin monoklinik kristal yapıya sahip olduğunu söyleyebiliriz. Numunemize ait 52 tane gözlenen pik vardı. Yaptığımız analitik işlemler neticesinde bu piklerden 6 tanesini analitik yöntemle indisleyemedik. Diğer piklerin çoğunu indisleyebildik.

Bulduğumuz bu sonuçla A , B , C ve D değerlerinden a , b , c ve β birim hücre parametre değerlerini bulabiliriz. Yalnız bu değerleri bulmak için öncelikle β değerini bulmamız gerekir.

$$D = \frac{\lambda^2 \cos^2 \beta}{2ac \sin^2 \beta}$$

$$A = \frac{\lambda^2}{4a^2 \sin^2 \beta}$$

$$B = \frac{\lambda^2}{4b^2}$$

ifadelerinin yardımıyla a ve c değerlerini yerine yazarsak;

$$\cos \beta = \frac{D}{2\sqrt{AC}}$$

Bu ifadede daha önce bulduğumuz değerleri yerine yazarsak;

$$\cos \beta = \frac{0,00447}{2\sqrt{0,00775 \times 0,01686}}$$

$$\cos \beta = 0,19552$$

$$\beta = 78,72$$

Bu açıyı 180 dereceye tamamlayan açıyı alırsak;

$$\beta = 101,28^\circ$$

bulunur. Bulduğumuz bu değerleri yerine koyarak a 'yı bulmaya çalışalım.

$$A = \frac{\lambda^2}{4a^2 \sin^2 \beta}$$

$$a^2 = \frac{\lambda^2}{4A \sin^2 \beta}$$

$$a = 8,92236 \text{ \AA}$$

Aynı şekilde c 'yi bulmaya çalışalım.

$$C = \frac{\lambda^2}{4c^2 \sin^2 \beta}$$

$$c = \sqrt{\frac{\lambda^2}{4C^2 \sin^2 \beta}}$$

$$c = 6,04926 \text{ \AA}$$

Aynı şekilde b 'yi bulmaya çalışalım.

$$B = \frac{\lambda^2}{4b^2}$$

$$b = \sqrt{\frac{\lambda^2}{4B}}$$

$$b = 5,22192 \text{ \AA}$$

Şeklinde numunemize ait birim örgü parametrelerini a , b , c , ve β 'yi bulmuş olduk.

Tablo 5.10. Na₂CO₃ (Soydon Karbonat) İçin Analitik Sonuç Tablosu

TOPLAM PİK SAYISI : 52						
İNDİSLENEN PİK SAYISI: 46						
A=0,00775 Å						
B=0,02176 Å						
C=0,01686 Å						
D=0,00447 Å						
H	K	L	Sin ² θ HESAPLANAN	Sin ² θ GÖZLENEN	ΔSin ² θ FARK	
1	1	0	0,02951	0,02951	0,00000	
2	0	1	0,03891	0,03907	-0,00016	
1	1	1	0,04189	0,04175	0,00014	
-1	1	1	0,05083	0,05083	0,00000	
-2	0	1	0,05679	0,05690	-0,00011	
0	0	2	0,06740	0,06751	-0,00011	
3	0	1	0,07319	0,07350	-0,00031	
2	0	2	0,08052	0,08066	-0,00014	
0	2	0	0,08704	0,08646	0,00058	
1	1	2	0,08797	0,08794	0,00003	
0	1	2	0,08916	0,08893	0,00023	
3	1	0	0,09151	0,09153	-0,00002	
-3	0	1	0,10001	0,10032	-0,00031	
0	2	1	0,10389	0,10343	0,00046	
-1	1	2	0,10585	0,10578	0,00007	
1	2	1	0,10717	0,10675	0,00042	
-2	0	2	0,11628	0,11662	-0,00034	
2	2	0	0,11804	0,11754	0,00050	
4	0	1	0,12297	0,12333	-0,00036	
4	0	0	0,12400	0,12460	-0,00060	
2	2	1	0,12595	0,12557	0,00038	
3	1	2	0,13209	0,13231	-0,00022	
-2	2	1	0,14383	0,14362	0,00021	
2	0	3	0,15583	0,15620	-0,00037	
3	2	0	0,15679	0,15620	0,00059	
4	0	2	0,15564	0,15620	-0,00056	
-4	0	1	0,15873	0,15910	-0,00037	
2	2	2	0,16756	0,16726	0,00030	
2	2	2	0,16756	0,16765	-0,00009	
1	1	3	0,16775	0,16791	-0,00016	
3	1	3	0,20293	0,20259	0,00034	

1	3	0	0,20359	0,20321	0,00038
-2	2	2	0,20332	0,20321	0,00011
3	1	3	0,20293	0,20321	-0,00028
1	3	0	0,20359	0,20456	-0,00097
4	2	1	0,21001	0,20998	0,00003
-2	0	3	0,20947	0,20998	-0,00051
5	1	1	0,21001	0,20998	0,00003
4	2	0	0,21104	0,21079	0,00025
5	1	0	0,21551	0,21608	-0,00057
4	0	3	0,22201	0,22258	-0,00057
4	2	2	0,24268	0,24233	0,00035
2	2	3	0,24287	0,24233	0,00054
-5	1	1	0,25471	0,25427	0,00044
-5	1	1	0,25471	0,25530	-0,00059
3	3	0	0,26559	0,26526	0,00033
2	0	4	0,26484	0,26526	-0,00042
0	0	4	0,26960	0,27015	-0,00055
6	0	0	0,27900	0,27956	-0,00056
-1	3	2	0,27993	0,27956	0,00037
6	2	0	0,36604	0,36604	0,00000
4	3	3	0,41785	0,41799	-0,00014
3	0	5	0,42395	0,42472	-0,00077
-2	0	5	0,49695	0,49686	0,00009
3	1	5	0,44571	0,44478	0,00093
3	1	3	0,20293	0,20119	0,00174
0	2	3	0,23869	0,24054	-0,00185
-1	2	2	0,17113	0,16961	0,00152
1	0	3	0,14599	0,14756	-0,00157
-3	0	1	0,10001	0,09859	0,00142
				0,27285	
BAZI PİKLERİ BİRDEN FAZLA İNDİS KULLANARAK İNDİSLEYEBİLDİK.					

5.10. Triklinik test

Daha önce yaptığımız analitik işlemler sonucunda herhangi bir sonuç alınamaması durumunda, kristal yapısına en az ihtimalle rastlanan triklinik kristal yapı ile ilgili analitik işlemlere başlanır. Bu kristal yapı toz kırınım çalışmaları ile indislenmesi oldukça zordur.

Triklinik kristal yapıda düzlemler arası uzaklığı;

$$\frac{1}{d^2} = \frac{\frac{h^2}{a^2} \sin^2 \alpha + \frac{h^2}{a^2} \sin^2 \beta + \frac{2hk}{ab} (\cos \alpha \cos \beta - \cos \gamma) + \frac{2kl}{bc} (\cos \beta \cos \gamma - \cos \alpha) + \frac{2hl}{ac} (\cos \gamma \cos \alpha - \cos \beta)}{1 - \cos^2 \alpha - \cos^2 \beta - \cos^2 \gamma + 2 \cos \alpha \cos \beta \cos \gamma} \quad (5.74)$$

denklemleri ile verilir.

5.11. TREOR90 Bilgisayar Programı İle Kristal Yapı Araştırması

Toz kırınım desenimizden elde ettiğimiz değerleri analitik yöntemi kullanarak araştırdık ve numunemizin monoklinik kristal yapıya sahip olabileceğini bulduk. Analitik çalışmalarda kullandığımız verileri bilgisayar programı TREOR90'a yüklediğimizde aynı sonuçları bulabilecek miyiz?

Tablo 5.11. TREOR90 Bilgisayar Programı Giriş Verileri

Levent3numunesi (11.11.2006)

4.48390
3.89713
3.76998
3.41656
3.22934
2.96463
2.84135
2.71219
2.61972
2.59762
2.58310
2.54613
2.45324

2.43206
2.39518
2.36842
2.35766
2.25563
2.24680
2.19342
2.18227
2.17382
2.11772
2.03259
2.00530
1.94905
1.93119
1.88352
1.88131
1.87987
1.87042
1.71733
1.71140
1.70880
1.70314
1.68102
1.67779
1.65711
1.63273
1.57060
1.56478
1.52760
1.52451
1.49562
1.48203
1.47469
1.45688
1.27319
1.19145
1.18198
1.15501
1.09281

WAVE=1.540598,
MOLW = 105.99,
DENS = 2.546,
MONO=130,
CHOICE=4,
END*
0.00

Tablo 5.12. TREOR90 Bilgisayar Programı Sonuç Verileri

NUMBER OF SINGLE INDEXED LINES = 37									
TOTAL NUMBER OF LINES = 52									
A = 8.903276 .001062 A ALFA = 90.000000 .000000 DEG									
B = 5.238254 .001194 A BETA =101.213791 .010024 DEG									
C = 6.048897 .000514 A GAMMA = 90.000000 .000000 DEG									
UNIT CELL VOLUME = 276.72 A**3									
H	K	L	SST-OBS	SST-CALC	DELTA	2TH-OBS	2TH-CALC	D-OBS	
FREE PARAM.									
1	1	0	.029474	.029404	.000069	19.771	19.747	4.4869	
-2	0	1	.039049	.039066	-.000016	22.794	22.799	3.8981	
-1	1	1	.041814	.041805	.000009	23.599	23.596	3.7670	
1	1	1	.050801	.050712	.000089	26.052	26.029	3.4176	
2	0	1	.056897	.056880	.000017	27.600	27.596	3.2293	
0	0	2	.067537	.067417	.000120	30.126	30.098	2.9641	
-3	0	1	.073497	.073510	-.000013	31.460	31.463	2.8414	
-2	0	2	.080664	.080721	-.000057	33.000	33.012	2.7122	
0	2	0	.086459	.086498	-.000039	34.200	34.208	2.6197	
-1	1	2	.087936	.087914	.000022	34.500	34.495	2.5976	
0	1	2	.088928	.089041	-.000114	34.700	34.723	2.5831	
3	1	0	.091529	.091642	-.000113	35.220	35.243	2.5461	
			.098591			36.600		2.4532	
3	0	1	.100316	.100232	.000084	36.930	36.914	2.4321	
0	2	1	.103429	.103352	.000077	37.520	37.505	2.3952	
1	1	2	.105779	.105728	.000051	37.960	37.950	2.3684	
-1	2	1	.106747	.106678	.000069	38.140	38.127	2.3577	
2	0	2	.116623	.116350	.000272	39.937	39.888	2.2556	
2	2	0	.117541	.117617	-.000075	40.100	40.114	2.2468	
-4	0	1	.123332	.123515	-.000183	41.120	41.152	2.1934	
4	0	0	.124595	.124475	.000120	41.339	41.319	2.1823	
-2	2	1	.125566	.125564	.000002	41.508	41.507	2.1738	
-3	1	2	.132307	.132337	-.000030	42.660	42.665	2.1177	
2	2	1	.143621	.143378	.000243	44.540	44.501	2.0326	
			.147557			45.180		2.0053	
-2	0	3		.156085			46.541		
-4	0	2	.156197	.156263	-.000066	46.559	46.569	1.9490	
3	2	0		.156515			46.609		
4	0	1	.159099	.159144	-.000044	47.015	47.022	1.9312	
-2	2	2	.167255	.167219	.000036	48.280	48.275	1.8835	
-1	1	3	.167648	.167731	-.000084	48.340	48.353	1.8813	
			.167905			48.380		1.8799	
			.169606			48.640		1.8704	
			.201192			53.301		1.7173	
1	3	0	.202589	.202400	.000189	53.500	53.473	1.7114	
2	2	2		.202848			53.537		
-3	1	3	.203206	.203247	-.000041	53.588	53.594	1.7088	
			.204559			53.780		1.7031	
-4	2	1	.209978	.210012	-.000035	54.546	54.551	1.6810	
-5	1	1	.210787	.210702	.000084	54.660	54.648	1.6778	
4	2	0		.210973			54.686		
5	1	0	.216081	.216117	-.000036	55.400	55.405	1.6571	
-4	0	3	.222582	.222719	-.000137	56.301	56.319	1.6327	
			.240540			58.740		1.5706	
-2	2	3	.242333	.242583	-.000250	58.980	59.014	1.5648	
			.254272			60.564		1.5276	
5	1	1	.255304	.255239	.000065	60.699	60.691	1.5245	
-2	0	4	.265263	.265157	.000105	62.000	61.986	1.4956	
-6	0	1	.270150	.270201	-.000051	62.632	62.639	1.4820	
			.272846			62.980		1.4747	

-5	0	3	.279557	.279375	.000182	63.840	63.816	1.4569
-5	2	3		.365873			74.440	
-1	4	1	.366043	.366172	-.000129	74.460	74.475	1.2732
			.417991			80.560		1.1914
-3	0	5	.424716	.424568	.000147	81.340	81.323	1.1820
			.444782			83.660		1.1550
2	0	5	.496855	.497011	-.000157	89.640	89.658	1.0928

NUMBER OF OBS. LINES = 52
 NUMBER OF CALC. LINES = 46
 M(20)= 21 AV.EPS.= .0000785
 F 20 = 34.(.016077, 37)
 M(30)= 19 AV.EPS.= .0000784
 F 30 = 35.(.015080, 57)
 M(52)= 11 AV.EPS.= .0000909
 F 52 = 14.(.015035, 255)
 M CF. J.APPL.CRYST. 1(1968)108
 F CF. J.APPL.CRYST. 12(1979)60
 11 LINES ARE UNINDEXED
 M-TEST= 21 UNINDEXED IN THE TEST= 1

ANY COMMON FACTOR IN THE QUADRATIC FORMS ? ?
 CHECK CONVERGENCE IN THE REFINEMENT
 (EV. USE PROGRAM PIRUM OR PURUM)
 END OF INDEXING CALCULATIONS

The following unit cell reduction is ONLY valid if,
 and ONLY IF the unit cell found is PRIMITIVE.
 If the unit cell found is not primitive, you have to
 convert the cell to a primitive one and run a cell
 reduction program separately.

*** INPUT CELL ***

A= 8.90328 B= 5.23825 C= 6.04890
 ALFA= 90.000 BETA=101.214 GAMMA= 90.000
 TOLERANCE= .0500

VOLUME OF INPUT CELL= 276.72 A3

*** REDUCED-CELL ***

A= 5.23825 B= 6.04890 C= 8.90328
 ALFA=101.2139 BETA= 90.0000 GAMMA= 90.0000

VOLUME OF THE REDUCED CELL= 276.72 A3

REDUCED FORM NUMBER = 35 INT.TAB.1, SECT. 5.1

*** CONVENTIONAL CELL (METRIC SYMMETRY) ***

MONOCLINIC P

A= 8.90328 B= 5.23825 C= 6.04890
 ALFA= 90.0000 BETA=101.2139 GAMMA= 90.0000

VOLUME OF THE CONVENTIONAL CELL= 276.72 A3

AS A TEST YOU MAY DECREASE THE PARAMETER NIX
 (UNLESS IT IS ALREADY 0)
 OR INCREASE THE PARAMETER MERIT ABOVE 21
OR PERHAPS THIS WAS THE BEST SOLUTION...

Treor90 bilgisayar programının sonuç verisi incelendiğinde numunemize ait birim hücre parametreleri a , b , c ve β analitik işlemler sonucu bulduğumuz değerlerle uyuştukları görülmektedir.

5.12. ITO13 Bilgisayar Programı İle Kristal Yapı Araştırması

Tablo 5.13. ITO13 Bilgisayar Programı Giriş Verileri

Cimetidine		
9009 1 1 1	1.54059	4.0
0.000		
4.48390		
3.89713		
3.76998		
3.41656		
3.22934		
2.96463		
2.84135		
2.71219		
2.61972		
2.59762		
2.58310		
2.54613		
2.45324		
2.43206		
2.39518		
2.36842		
2.35766		
2.25563		
2.24680		
2.19342		
2.18227		
2.17382		
2.11772		
2.03259		
2.00530		
1.94905		
1.93119		
1.88352		
1.88131		
1.87987		
1.87042		
1.71733		
1.17140		
1.70880		

```

1.70314
1.68102
1.67779
1.65711
1.63273
1.57060
1.56478
1.52760
1.52451
1.49562
1.48203
1.47469
1.45688
1.27319
1.19145
1.18198
1.15501
1.09281
0.0
END

```

Tablo 5.14. ITO13 Bilgisayar Programı Sonuç Verileri

2θ	D	Q	H	K	L	
19.79	4.483	497.6	*OBSERVED**			90
19.76	4.489	496.3	1	1	0	
22.80	3.897	658.5	*OBSERVED**			13
22.80	3.897	658.5	2	0	-1	
23.59	3.769	704.0	*OBSERVED**			98
23.61	3.766	705.2	1	1	-1	
26.06	3.416	857.0	*OBSERVED**			56
26.05	3.418	855.9	1	1	1	
27.60	3.229	959.1	*OBSERVED**			34
27.61	3.228	959.9	2	0	1	
30.13	2.964	1138.3	*OBSERVED**			63
30.11	2.965	1137.4	0	0	2	
31.46	2.841	1239.0	*OBSERVED**			35
31.46	2.841	1238.6	3	0	-1	
33.00	2.712	1359.6	*OBSERVED**			19
33.01	2.711	1360.4	2	0	-2	
34.21	2.619	1457.9	*OBSERVED**			72
34.22	2.618	1459.1	0	2	0	
34.51	2.597	1482.7	*OBSERVED**			62

34.50	2.597	1482.4	1	1	-2	
34.70	2.583	1498.8	*OBSERVED**			10
34.74	2.580	1502.0	0	1	2	
35.22	2.546	1542.7	*OBSERVED**			13
35.25	2.544	1545.1	3	1	0	
36.60	2.453	1661.9	*OBSERVED**			24 NOT INDEXED
36.93	2.432	1690.7	*OBSERVED**			06
36.93	2.432	1690.7	3	0	1	
37.52	2.395	1743.4	*OBSERVED**			18
37.52	2.395	1743.2	0	2	1	
37.97	2.368	1783.4	*OBSERVED**			42
37.97	2.368	1783.8	1	1	2	
38.15	2.357	1800.0	*OBSERVED**			66
38.14	2.358	1799.0	1	2	-1	
39.95	2.255	1966.6	*OBSERVED**			63
39.91	2.257	1963.1	2	0	2	
40.12	2.246	1982.4	*OBSERVED**			80
40.13	2.245	1983.4	2	2	0	
41.13	2.193	2079.3	*OBSERVED**			42
41.14	2.192	2080.8	4	0	-1	
41.34	2.182	2100.3	*OBSERVED**			27
41.32	2.183	2098.0	4	0	0	
41.52	2.173	2117.8	*OBSERVED**			82
41.51	2.173	2116.9	2	2	-1	
42.68	2.117	2231.3	*OBSERVED**			72
42.66	2.118	2229.6	3	1	-2	
44.55	2.032	2421.9	*OBSERVED**			59
44.52	2.034	2418.2	2	2	1	
45.19	2.005	2487.5	*OBSERVED**			30 NOT INDEXED
46.56	1.949	2632.5	*OBSERVED**			05
46.54	1.950	2630.5	2	0	-3	
46.55	1.949	2631.9	4	0	-2	
47.02	1.931	2681.9	*OBSERVED**			19
47.04	1.930	2683.5	4	0	1	
48.29	1.883	2820.3	*OBSERVED**			52
48.28	1.884	2818.6	2	2	-2	
48.35	1.881	2826.3	*OBSERVED**			31
48.36	1.881	2827.8	1	1	-3	
48.40	1.879	2832.3	*OBSERVED**			87 NOT INDEXED

48.65	1.870	2859.7	*OBSERVED**	42	NOT INDEXED
53.31	1.717	3392.0	*OBSERVED**	33	NOT INDEXED
53.61	1.708	3427.9	*OBSERVED**	80	
53.58	1.709	3424.3	3	1	-3
53.78	1.703	3448.0	*OBSERVED**	14	NOT INDEXED
54.55	1.681	3538.9	*OBSERVED**	02	
54.51	1.682	3534.4	2	0	3
54.55	1.681	3538.9	4	2	-1
54.69	1.677	3555.8	*OBSERVED**	79	
54.69	1.677	3556.1	4	2	0
55.40	1.657	3642.1	*OBSERVED**	11	
55.40	1.657	3642.1	5	1	0
56.33	1.632	3754.6	*OBSERVED**	73	
56.30	1.633	3751.2	4	0	-3
58.76	1.570	4057.0	*OBSERVED**	60	NOT INDEXED
82.27	1.171	7292.7	*OBSERVED**	40	NOT INDEXED
ZEROSHIFT IS -0.0059 DEGREES TWOTHETA					
THIS ZEROSHIFT WAS APPLIED TO THE CALCULATED LINES					
IN ORDER TO GET THE BEST FIT BETWEEN CALCULATED AND OBSERVED LINES.					
THE DIRECT CONSTANTS OF THESE LATTICES					
A	B	C	ALFA	BETA	GAMMA
8.905	5.237	6.047	90.000	101.250	90.000
VOLUME					276.58
0END OF INPUT, NORMAL END OF PROGRAM					

ITO13 bilgisayar programının sonuç verileri incelendiği zaman programın ilk 40 piki dikkate alarak bir sonuç verdiğini görüyoruz. Diğer 12 pikin bilgisayar programı tarafından da dikkate alınarak indisleyebilmesi için öncelikle, zayıf birkaç piki giriş verilerinden çıkarmak veya programın indisleyemediği diğer d değerlerini de çıkarıp dikkate alınmayan piklerin indislenmesi sağlanır. Bu işlem yapıldığında kullanılan giriş verileri;

Tablo 5.15. ITO13 Programı Düzenlenmiş Giriş Verileri

Cimetidine		
9009 1 1 1	1.54059	4.0
0.000		
4.48390		
3.89713		
3.76998		
3.41656		
3.22934		
2.96463		
2.84135		
2.71219		
2.61972		
2.59762		
2.58310		
2.54613		
2.43206		
2.39518		
2.36842		
2.35766		
2.25563		
2.24680		
2.19342		
2.18227		
2.17382		
2.11772		
2.03259		
1.94905		
1.93119		
1.88352		
1.88131		
1.17140		
1.70880		
1.68102		
1.67779		
1.65711		
1.63273		
1.56478		
1.52451		
1.48203		
1.45688		
1.27319		
1.15501		
1.09281		
0.0		
END		

Şeklinde olur. Bu verilerin içerisinde ITO13'nun indisleyemediği d değerleri çıkarılmıştır. Bu durumda ITO13 programının sonuç verileri.

Tablo 5.16. ITO13 Bilgisayar Programı Düzenlenmiş Sonuç Verileri

2θ	D	Q	H	K	L
19.79	4.483	497.6	*OBSERVED**	90	
19.77	4.488	496.5	1	1	0
22.80	3.897	658.5	*OBSERVED**	13	
22.80	3.896	658.6	2	0	-1
23.59	3.769	704.0	*OBSERVED**	98	
23.61	3.765	705.3	1	1	-1
26.06	3.416	857.0	*OBSERVED**	56	
26.05	3.418	856.1	1	1	1
27.60	3.229	959.1	*OBSERVED**	34	
27.62	3.227	960.3	2	0	1
30.13	2.964	1138.3	*OBSERVED**	63	
30.12	2.965	1137.5	0	0	2
31.46	2.841	1239.0	*OBSERVED**	35	
31.46	2.841	1238.8	3	0	-1
33.00	2.712	1359.6	*OBSERVED**	19	
33.01	2.711	1360.3	2	0	-2
34.21	2.619	1457.9	*OBSERVED**	72	
34.22	2.618	1459.2	0	2	0
34.51	2.597	1482.7	*OBSERVED**	62	
34.50	2.597	1482.4	1	1	-2
34.70	2.583	1498.8	*OBSERVED**	10	
34.74	2.580	1502.1	0	1	2
35.22	2.546	1542.7	*OBSERVED**	13	
35.25	2.544	1545.4	3	1	0
36.93	2.432	1690.7	*OBSERVED**	06	
36.94	2.432	1691.1	3	0	1
37.52	2.395	1743.4	*OBSERVED**	18	
37.52	2.395	1743.3	0	2	1
37.97	2.368	1783.4	*OBSERVED**	42	
37.97	2.368	1783.9	1	1	2
38.15	2.357	1800.0	*OBSERVED**	66	
38.14	2.358	1798.9	1	2	-1
39.95	2.255	1966.6	*OBSERVED**	63	
39.91	2.257	1963.4	2	0	2

40.12	2.246	1982.4	*OBSERVED**	80
40.13	2.245	1983.4	2 2 0	
41.13	2.193	2079.3	*OBSERVED**	42
41.14	2.192	2080.9	4 0 -1	
41.34	2.182	2100.3	*OBSERVED**	27
41.32	2.183	2098.4	4 0 0	
41.52	2.173	2117.8	*OBSERVED**	82
41.51	2.174	2116.8	2 2 -1	
42.68	2.117	2231.3	*OBSERVED**	72
42.66	2.118	2229.4	3 1 -2	
44.55	2.032	2421.9	*OBSERVED**	59
44.52	2.034	2418.3	2 2 1	
46.56	1.949	2632.5	*OBSERVED**	05
46.54	1.950	2629.9	2 0 -3	
46.55	1.949	2631.6	4 0 -2	
47.02	1.931	2681.9	*OBSERVED**	19
47.04	1.930	2684.0	4 0 1	
48.29	1.883	2820.3	*OBSERVED**	52
48.27	1.884	2818.2	2 2 -2	
48.35	1.881	2826.3	*OBSERVED**	31
48.36	1.881	2827.3	1 1 -3	
53.61	1.708	3427.9	*OBSERVED**	80
53.58	1.709	3423.5	3 1 -3	
54.55	1.681	3538.9	*OBSERVED**	02
54.51	1.682	3534.4	2 0 3	
54.54	1.681	3538.6	4 2 -1	
54.69	1.677	3555.8	*OBSERVED**	79
54.69	1.677	3556.1	4 2 0	
55.40	1.657	3642.1	*OBSERVED**	11
55.41	1.657	3642.3	5 1 0	
56.33	1.632	3754.6	*OBSERVED**	73
56.29	1.633	3750.2	4 0 -3	
59.01	1.564	4088.1	*OBSERVED**	78
59.01	1.564	4087.5	2 2 -3	
59.02	1.564	4089.2	4 2 -2	
60.72	1.524	4305.6	*OBSERVED**	51
60.70	1.524	4303.1	5 1 1	
62.63	1.482	4553.1	*OBSERVED**	03
62.62	1.482	4551.1	6 0 -1	
63.88	1.456	4717.1	*OBSERVED**	88

```

63.90  1.456  4719.2  6  0  0

74.47  1.273  6170.8  *OBSERVED**  19
74.48  1.273  6171.5  1  4  -1

82.27  1.171  7292.7  *OBSERVED**  40 NOT INDEXED

83.66  1.155  7496.1  *OBSERVED**  01 NOT INDEXED

89.72  1.092  8386.0  *OBSERVED**  81
89.73  1.092  8387.6  8  0  0
89.73  1.092  8387.4  0  4  3

ZEROSHIFT IS  -0.0204 DEGREES TWOTHETA
THIS ZEROSHIFT WAS APPLIED TO THE CALCULATED LINES
IN ORDER TO GET THE BEST FIT BETWEEN CALCULATED AND OBSERVED LINES.

      THE DIRECT CONSTANTS OF THESE LATTICES

      A      B      C      ALFA      BETA      GAMMA      VOLUME
      8.908  5.239  6.049  90.000  101.248  90.000      276.90
0END OF INPUT, NORMAL END OF PROGRAM

```

Şeklinde bulunur. Sonuçlar incelendiği zaman, programın 13 piki indisleyemediğini görüyoruz.

5.13. DICVOL91 Bilgisayar Programı İle Kristal Yapı Araştırması

Tablo 5.17. DICVOL91 Bilgisayar Programı Giriş Verileri

Na ₂ CO ₃ Numunesi
42 3 0 0 0 0 1 0
0. 0. 0. 0. 0. 0. 0.
1.540598 105.99 2.546 0.
0.0 0.0 0 0 0 0
4.48390
3.89713
3.76998
3.41656
3.22934
2.96463
2.84135
2.71219
2.61972
2.59762
2.58310
2.54613
2.43206
2.39518
2.36842
2.35766
2.25563
2.24680
2.19342
2.18227
2.17382
2.11772
2.03259
1.94905
1.93119
1.88352
1.88131
1.87987
1.71140
1.70880
1.68102
1.67779
1.65711
1.63273
1.56478
1.52451
1.49562
1.48203
1.44688
1.27319

M O N O C L I N I C S Y S T E M

H	K	L	DOBS	DCAL	DOBS-DCAL	QOBS	QCAL	2TH.OBS	2TH.CAL	
DIF.2TH.										
1	1	0	4.48390	4.49155	-0.00765	0.049740	0.04957	19.784	19.750	0.034
2	0	-1	3.89713	3.89795	-0.00082	0.065840	0.06582	22.800	22.795	0.005
1	1	-1	3.76998	3.76734	0.00264	0.070360	0.07046	23.580	23.597	-0.017
1	1	1	3.41656	3.42004	-0.00348	0.085670	0.08549	26.060	26.033	0.027
2	0	1	3.22934	3.22936	-0.00002	0.095890	0.09589	27.600	27.600	0.000
0	0	2	2.96463	2.96656	-0.00193	0.113780	0.11363	30.120	30.100	0.020
3	0	-1	2.84135	2.84150	-0.00015	0.123870	0.12385	31.460	31.458	0.002
2	0	-2	2.71219	2.71162	0.00057	0.135940	0.13600	33.000	33.007	-0.007
0	2	0	2.61972	2.61864	0.00108	0.145710	0.14583	34.200	34.214	-0.015
1	1	-2	2.59762	2.59795	-0.00033	0.148200	0.14816	34.500	34.495	0.005
0	1	2	2.58310	2.58123	0.00187	0.149870	0.15009	34.700	34.726	-0.026
3	1	0	2.54613	2.54446	0.00167	0.154250	0.15446	35.220	35.244	-0.024
3	0	1	2.43206	2.43279	-0.00073	0.169060	0.16896	36.930	36.919	0.012
0	2	1	2.39518	2.39568	-0.00050	0.174310	0.17424	37.520	37.512	0.008
1	1	2	2.36842	2.36866	-0.00024	0.178270	0.17824	37.960	37.956	0.004
1	2	-1	2.35766	2.35813	-0.00047	0.179900	0.17983	38.140	38.132	0.008
2	0	2	2.25563	2.25792	-0.00229	0.196550	0.19615	39.937	39.894	0.042
2	2	0	2.24680	2.24577	0.00103	0.198090	0.19827	40.100	40.119	-0.019
4	0	-1	2.19342	2.19205	0.00137	0.207850	0.20811	41.120	41.147	-0.027
4	0	0	2.18227	2.18333	-0.00106	0.209980	0.20978	41.339	41.318	0.021
2	2	-1	2.17382	2.17368	0.00014	0.211620	0.21165	41.508	41.510	-0.003
3	1	-2	2.11772	2.11772	0.00000	0.222980	0.22298	42.660	42.660	0.000
2	2	1	2.03259	2.03397	-0.00138	0.242050	0.24172	44.540	44.508	0.032
2	0	-3	1.94905	1.94993	-0.00088	0.263240	0.26300	46.559	46.537	0.022
4	0	-2		1.94898	0.00007		0.26326		46.561	-0.002
4	0	1	1.93119	1.93074	0.00045	0.268130	0.26826	47.015	47.027	-0.012
2	2	-2	1.88352	1.88367	-0.00015	0.281880	0.28183	48.280	48.276	0.004
1	1	-3	1.88131	1.88084	0.00047	0.282540	0.28268	48.340	48.353	-0.013
1	1	-3	1.87987	1.88084	-0.00097	0.282970	0.28268	48.380	48.353	0.026
1	3	0	1.71140	1.71189	-0.00049	0.341430	0.34123	53.500	53.483	0.017
2	2	2	1.70880	1.71002	-0.00122	0.342470	0.34198	53.588	53.547	0.041
3	1	-3		1.70881	-0.00001		0.34246		53.587	0.000
4	2	-1	1.68102	1.68087	0.00015	0.353880	0.35394	54.546	54.552	-0.005
5	1	-1	1.67779	1.67824	-0.00045	0.355240	0.35505	54.660	54.644	0.016
5	1	0	1.65711	1.65695	0.00016	0.364160	0.36424	55.400	55.40	

```
* NUMBER OF LINES
.- INPUT DATA = 42
```

. - CALCULATED = 257

* MEAN ABSOLUTE DISCREPANCIES

$\langle Q \rangle = 0.1486E-03$
 $\langle \Delta(2-\Theta) \rangle = 0.1462E-01$
 MAX. ERROR ACCEPTED (DEG. 2-THETA) = 0.4500E-01

* FIGURES OF MERIT

1. - M(42) = 11.0 (REF. 4)
 2. - F(42) = 11.2(0.0146, 257) (REF. 5)

ANGLE RANGE SCANNED : BETA MIN=105.000 Deg. BETA MAX=110.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED : BETA MIN=110.000 Deg. BETA MAX=115.000 Deg.
 ANGLE RANGE SCANNED : BETA MIN=115.000 Deg. BETA MAX=120.000 Deg.

5.14. DICVOL06 Bilgisayar Programı İle Kristal Yapı Araştırması

Tablo 5.19. DICVOL06 Bilgisayar Programı Giriş Verileri

Na₂CO₃ Numunesi
 41 3 0 0 0 0 1 0
 0. 0. 0. 0. 0. 0. 0.
 1.540598 105.99 2.546 0.
 0.0 0.0 0 0 0 0
 4.48390
 3.89713
 3.76998
 3.41656
 3.22934
 2.96463
 2.84135
 2.71219
 2.61972
 2.59762
 2.58310
 2.54613
 2.43206
 2.39518
 2.36842
 2.35766
 2.25563
 2.24680
 2.19342
 2.18227
 2.17382
 2.11772
 2.03259
 1.94905
 1.93119

1.88352
 1.88131
 1.71140
 1.70880
 1.68102
 1.67779
 1.65711
 1.63273
 1.56478
 1.52451
 1.49562
 1.48203
 1.44688
 1.27319
 1.18198
 1.09281

Tablo 5.20. DICVOL06 Bilgisayar Programı Sonuç Verileri

M O N O C L I N I C S Y S T E M									
DIRECT PARAMETERS : A= 8.9043 B= 5.2370 C= 6.0491 BETA=101.234									
VOLUME= 276.68									
STANDARD DEVIATIONS : 0.0013 0.0010 0.0007 0.012									
REDUCED CELL : A= 6.0491 B= 5.2370 C= 8.9043 BETA=101.234 VOLUME=									
276.68									
H	K	L	DOBS	DCAL	DOBS-DCAL	2TH.OBS	2TH.CAL	DIF.2TH.	
1	1	0	4.48390	4.49141	-0.00751	19.784	19.751	0.033	
2	0	-1	3.89713	3.89814	-0.00101	22.800	22.794	0.006	
1	1	-1	3.76998	3.76730	0.00268	23.580	23.597	-0.017	
1	1	1	3.41656	3.41998	-0.00342	26.060	26.033	0.026	
2	0	1	3.22934	3.22942	-0.00008	27.600	27.599	0.001	
0	0	2	2.96463	2.96659	-0.00196	30.120	30.100	0.020	
3	0	-1	2.84135	2.84165	-0.00030	31.460	31.456	0.003	
2	0	-2	2.71219	2.71171	0.00048	33.000	33.006	-0.006	
0	2	0	2.61972	2.61849	0.00123	34.200	34.216	-0.017	
1	1	-2	2.59762	2.59796	-0.00034	34.500	34.495	0.005	
0	1	2	2.58310	2.58122	0.00188	34.700	34.726	-0.026	
3	1	0	2.54613	2.54451	0.00162	35.220	35.243	-0.023	
3	0	1	2.43206	2.43285	-0.00080	36.930	36.918	0.013	
0	2	1	2.39518	2.39557	-0.00039	37.520	37.514	0.006	
1	1	2	2.36842	2.36865	-0.00023	37.960	37.956	0.004	
1	2	-1	2.35766	2.35804	-0.00038	38.140	38.133	0.006	
2	0	2	2.25563	2.25794	-0.00231	39.937	39.894	0.043	
2	2	0	2.24680	2.24571	0.00109	40.100	40.121	-0.020	
4	0	-1	2.19342	2.19217	0.00125	41.120	41.144	-0.025	
4	0	0	2.18227	2.18343	-0.00116	41.339	41.317	0.023	
2	2	-1	2.17382	2.17363	0.00019	41.508	41.511	-0.004	
3	1	-2	2.11772	2.11778	-0.00006	42.660	42.659	0.001	
2	2	1	2.03259	2.03392	-0.00133	44.540	44.510	0.031	
2	0	-3	1.94905	1.94999	-0.00094	46.559	46.535	0.024	
4	0	-2		1.94907	-0.00002		46.559	0.001	
4	0	1	1.93119	1.93080	0.00039	47.015	47.026	-0.010	
2	2	-2	1.88352	1.88365	-0.00013	48.280	48.277	0.003	

1	1	-3	1.88131	1.88085	0.00046	48.340	48.353	-0.013
1	3	0	1.71140	1.71180	-0.00040	53.500	53.486	0.014
2	2	2	1.70880	1.70999	-0.00119	53.588	53.548	0.040
3	1	-3		1.70886	-0.00006		53.586	0.002
4	2	-1	1.68102	1.68088	0.00014	54.546	54.551	-0.005
4	2	0	1.67779	1.67693	0.00086	54.660	54.690	-0.030
5	1	-1		1.67831	-0.00052		54.642	0.018
5	1	0	1.65711	1.65700	0.00011	55.400	55.404	-0.004
4	0	-3	1.63273	1.63257	0.00016	56.301	56.307	-0.006
2	2	-3	1.56478	1.56396	0.00082	58.980	59.014	-0.034
5	1	1	1.52451	1.52461	-0.00010	60.699	60.695	0.004
2	0	-4	1.49562	1.49604	-0.00042	62.000	61.980	0.019
6	0	-1	1.48203	1.48209	-0.00006	62.632	62.629	0.003
3	1	3	1.44688	1.44672	0.00016	64.334	64.342	-0.008
1	4	-1	1.27319	1.27269	0.00050	74.460	74.494	-0.034
5	2	-3		1.27363	-0.00044		74.430	0.030
3	0	-5	1.18198	1.18231	-0.00033	81.340	81.312	0.028
2	0	5	1.09281	1.09252	0.00029	89.640	89.670	-0.030

* NUMBER OF LINES

.- LINES INPUT = 41
 .- LINES INDEXED = 41
 .- LINES CALCULATED = 257

* MEAN ABSOLUTE DISCREPANCIES

$\langle Q \rangle = 0.1463\text{E}-03$
 $\langle \Delta(2-\text{THETA}) \rangle = 0.1441\text{E}-01$
 MAX. ERROR ACCEPTED (DEG. 2-THETA) = 0.4500E-01

* FIGURES OF MERIT

1.- M(41) = 11.1
 2.- F(41) = 11.1(0.0144, 257)

6. BÖLÜM

SONUÇ VE TARTIŞMA

Na_2CO_3 (Sodyum Karbonat) bileşiğinin toz kırınım difraksiyon yöntemi ile incelenmesi için, Bruker Axs D8 Advance Model XRD difraksiyon cihazı kullanıldı. 5° ile 90° , 2θ aralığında kırınım deseninin oluşturulması sağlandı. 25°C derece oda sıcaklığında, $0,02^\circ/\text{sn}$ tarama hızı, 40keV ve 40mA gerilim ve akım değerleri ve $1,540598\text{\AA}$ dalga boyu ile ölçümler alındı.

Yaptığımız işlemler sonucunda Na_2CO_3 (Sodyum Karbonat) bileşiğinin kristal yapısını, analitik yöntem ve bilgisayar programlarını kullanarak, monoklinik kristal yapıda olduğunu tespit ettik.

Buna göre, Na_2CO_3 (Sodyum Karbonat) bileşiğinin analitik yöntemle bulduğumuz birim hücre parametrelerini: $a=8,92236\text{\AA}$, $b=5,22192\text{\AA}$, $c=6,04926\text{\AA}$, $\beta=101,28^\circ$ şeklinde bulduk. Numunemizin TREOR90 bilgisayar programı ile bulduğumuz birim hücre parametreleri: $a=8,90328\text{\AA}$, $b=5,23825\text{\AA}$, $c=6,04890\text{\AA}$, $\beta=101,2139^\circ$ şeklinde bulundu. ITO13 bilgisayar programı ile tüm pik değerlerinin hepsini girildiğinde kullanılan ilk 40 pik değeri kullanılarak hesapladığında: $a=8,90500\text{\AA}$, $b=5,23700\text{\AA}$, $c=6,04700\text{\AA}$, $\beta=101,25^\circ$ şeklinde bulundu. Kullanılmayan piklerin bilgisayar programı tarafından incelenmesi amacıyla indislenmeyen pikler çıkarıldığında elde edilen sonuçlar: $a=8,90800\text{\AA}$, $b=5,23700\text{\AA}$, $c=6,04900\text{\AA}$, $\beta=101,248^\circ$ olarak hesaplandı. Numunemizin DICVOL91 bilgisayar programı ile yapılan kristal yapı araştırmasında ise $a=8,90430\text{\AA}$, $b=5,23700\text{\AA}$, $c=6,04910\text{\AA}$, $\beta=101,232^\circ$ şeklinde bulduk. DICVOL06 bilgisayar programı ile yapılan kristal yapı araştırmasında ise $a=8,9043\text{\AA}$, $b=5,2370\text{\AA}$, $c=6,0491\text{\AA}$, $\beta=101,234^\circ$ şeklinde bulundu.

Tablo 6.1. Sonuçların Genel Karşılaştırılması.

Metot	a (Å)	b (Å)	c (Å)	β
Analitik İşlem	8,92236	5,22192	6,04926	101,28°
TREOR90	8,90328	5,23825	6,04890	101,2139°
ITO13	8,90500	5,23700	6,04700	101,25°
DICVOL91	8,90430	5,23700	6,04910	101,232°
DICVOL06	8,90430	5,23700	6,04910	101,234°
Tek Kristal	8,920	5,245	6,050	101,35°

Analitik yöntem ve bilgisayar programları ile bulunan ve Dusek ve ark. (2003) tarafından yapılan tek kristal kırınım çalışması [18] ile elde edilen birim hücre parametrelerinin Tablo 6.1.'de verilen değerlerinin uyum içerisinde oldukları görülmektedir.

Tablo 6.2. İndislenemeyen Piklerin Analizi.

PİKLER d(Å)	ANALİTİK METOD	TREOR90	ITO13	DICVOL91	DICVOL06
2,45324	Δ	Δ	Δ	Δ	Δ
2,18227	$\sqrt$	$\sqrt$	$\sqrt$	Δ	$\sqrt$
2,00530	Δ	Δ	Δ	Δ	Δ
1,87987	$\sqrt$	Δ	Δ	$\sqrt$	Δ
1,87042	Δ	Δ	Δ	Δ	Δ
1,71733	Δ	Δ	Δ	Δ	Δ
1,70314	$\sqrt$	Δ	Δ	Δ	Δ
1,57060	Δ	Δ	Δ	Δ	Δ
1,52760	$\sqrt$	Δ	Δ	Δ	Δ
1,49562	$\sqrt$	$\sqrt$	Δ	$\sqrt$	$\sqrt$
1,47469	Δ	Δ	Δ	Δ	Δ
1,19145	$\sqrt$	Δ	Δ	Δ	Δ
1,18198	$\sqrt$	$\sqrt$	Δ	$\sqrt$	$\sqrt$

$\sqrt$: İndislendi. Δ : İndislenemedi.

Tablo 6.2. incelendiğinde, zayıf şiddetli 13 pikten bazılarının analitik, bazılarının da bilgisayar programları ile indislenmediği görülmektedir. Bunlardan hiçbir yöntemle indislenemeyen Tablo 6.3. 'de verilen pikler, numunenin içerdiği eser miktardaki bir safsızlıktan veya numuneyi toz haline getirirken agat havanın yeteri kadar temiz olmamasından kaynaklanmış olabilir, ya da Background'dan kaynaklanan yansımalar olabileceği kanaatine varıldı.

Tablo 6.3. İndislenemeyen Piklerin Ayrıntısı

d (Å)	2-Theta °	Count	%
2,45324	36,600	10,9	8,3*
2,00530	45,180	8,55	6,5*
1,87042	48,640	9,43	7,2*
1,71733	53,301	10,1	7,7*
1,57060	58,740	9,16	7,0*
1,47469	62,980	9,86	7,5**

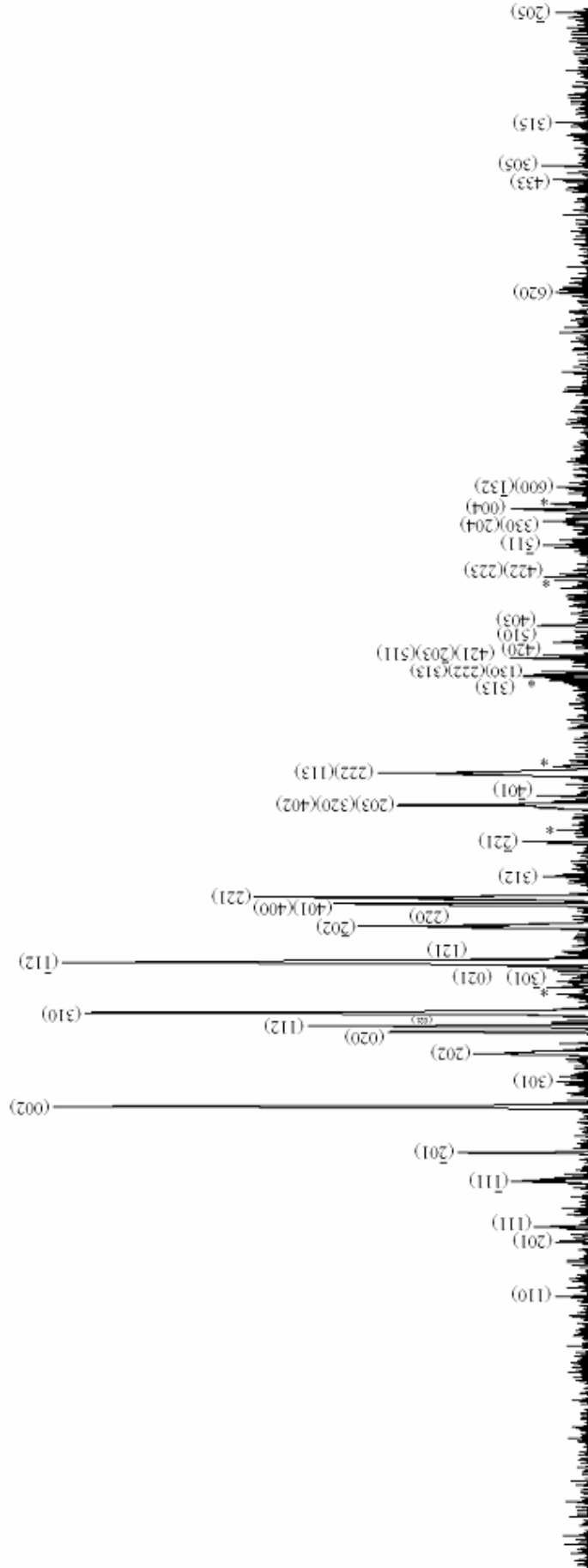
*: $\Delta \sin^2\theta$ farkı 0,00100'un üzerinde olan pikler.

** : Hiçbir şekilde indislenemeyen pikler.

Tek kristal kullanılarak yapılan toz kırınım çalışması ile numunemizin incelenmesiyle elde edilen sonuçlar uyum sağlamıştır. DIFFRAC PLUS EVA bilgisayar programı kullanılarak yapılan "SEARCH/MATCH" araştırmasında belirlenen ve bileşiğimizin kırınım deseni ile örtüşen 19-1130 (Ek1), 77-2082 (Ek2) ve 37-451 (Ek3) numaralı PDF dosyaları ile de sonuçlarımız uyum içindedir.

Tablo 6.4. PDF Dosyaları İle Analitik Sonuçların Karşılaştırılması.

PDF Dosyası	a (Å)	b (Å)	c (Å)	β
Analitik İşlem	8,92236	5,22192	6,04926	101,28°
19-1130	8,90700	5,23900	6,04300	101,30
77-2082	8,90400	5,23900	6,04200	101,35
37-451	8,90600	5,23800	6,04500	101,35



Şekil 6.1. Na_2CO_3 (Sodyum Karbonat) Bileşiğinin Toz Kırınım Desenin Analitik Yöntemle İndislenmiş Hali.

KAYNAKLAR

1. Durlu, T. N., Katıhal Fiziğine Giriş, Set Ofset Ltd., Ankara, 1992.
2. Azaroff, L. V., Buerger, M. J., The Powder Method in X –Ray Crystallography, McGraw –Hill Book Company, New York, 1958.
3. Cullity, B., Çeviren: Sümer, A., X-ışınları Difraksiyonu, İstanbul Teknik Üniversitesi yayını, s.1, İstanbul, 1966.
4. Chandra X –Ray Observatory. Harvard University,
<http://chandra.harvard.edu/resources/illustration/XrayVmed-1.html>, May,2003.
5. Pınar, Ş., X –ışınları Toz Kırınım Yöntemiyle Kristal Yapı Araştırması Ve Böbrek Taşlarının Nitel Analizi, Yüksek Lisans Tezi, Erciyes Üniversitesi, Kayseri, 2004.
6. Russel, J.B., General Chemistry, pp. 241 -242, Mc Graw Hill Book Company, 1981.
7. Buerger, M.J., X –Ray Crystallography, pp. 128 -129, R.E. Krieger Publishing Company, New York, 1980.
8. <http://teknopark.erciyes.edu.tr/xrdf.htm>.
9. <http://teknopark.erciyes.edu.tr/labf.htm>.
10. <http://www.mta.gov.tr/matlab/mat.htm>, 05.07.2004.
11. Skoog, D.A., West, D.N., Principle Of Instrumental Analysis, Saunders Golden Sonburst Series, 1980.
12. <http://www.gly.uga.edu/schreeder/geoI3010XRD.html>, 16.02.2004.
13. Analytical Powder Indexing. Cerius.
http://www.scripps.edu/rc/software/docs/msi/cerius45/analytical/bk4_Powder_I.doc.html.
14. Werner, P., Documentation for TREOR90, pp. 1-15, Structural Chemistry Arrhenius Laboratory University of Stockholm, Stockholm, 1990.
15. Visser, J., ITO, Instruction Manual, v.13, pp. 1-12, Netherlands, 1969.
16. Sodium Carbonate, Wikipedia, The Free Encyclopedia.
http://en.wikipedia.org/wiki/Sodium_carbonate.
17. Sodium Carbonate.
http://www.jackscs.com/chemdesc.htm#SOD_CARB.

18. Dusek, M., Chapuis, G., Meyer, M., and Vaclav, P., Sodium Carbonate Revisited, *Acta Cryst.*, B59, 337-352, 2003.

EK 1

Pattern : 19-1130				Radiation = 1.540598					Quality : Indexed				
Na ₂ CO ₃				<i>d</i> (Å)	<i>I</i>	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	<i>d</i> (Å)	<i>I</i>	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>
Sodium Carbonate				5.92000	4	0	0	1	1.39500	2	-3	3	2
				4.49000	2	1	1	0	1.38700	8	-3	1	4
				3.90000	4	-2	0	1					
				3.77000	6	-1	1	1					
				3.42000	16	1	1	1					
				3.23000	20	2	0	1					
				2.96200	90	0	0	2					
				2.93200	4								
				2.88500	2								
				2.71100	20	-2	0	2					
				2.70600	18								
				2.62000	60	0	2	0					
				2.59600	45	-1	1	2					
				2.58600	10								
				2.54500	100	3	1	0					
				2.51200	2								
				2.49900	2	-3	1	1					
				2.45400	4								
				2.43700	4								
				2.39600	8	0	2	1					
				2.36500	95	1	1	2					
				2.35700	20								
				2.33100	8								
				2.30900	2								
				2.25400	50	2	0	2					
				2.24600	4	2	2	0					
				2.19300	40	-4	0	1					
				2.18200	8								
				2.17400	65	-2	2	1					
				2.15000	2								
				2.13100	8								
				2.11900	4	-3	1	2					
				2.11100	2								
				2.09000	2								
				2.06100	2								
				2.03400	18	2	2	1					
				2.02400	2								
				1.99700	2								
				1.95900	10								
				1.95000	35	-4	0	2					
				1.93700	2								
				1.92900	6	4	0	1					
				1.89100	2								
				1.88400	35	-2	2	2					
				1.87900	2	-1	1	3					
				1.84800	4								
				1.79500	6								
				1.78400	2	3	1	2					
				1.74000	2								
				1.72100	2								
				1.71300	4	-1	3	0					
				1.70900	18	2	2	2					
				1.69800	2								
				1.68600	4								
				1.68200	4	-4	2	1					
				1.67800	16	-4	2	0					
				1.65700	8	5	1	0					
				1.64700	2								
				1.63300	10	-4	0	3					
				1.62600	2								
				1.61200	6	4	0	2					
				1.58200	2								
				1.57700	8	0	2	3					
				1.56400	10	-4	2	2					
				1.55300	2	4	2	1					
				1.53800	2								
				1.52900	6								
				1.52400	6	5	1	1					
				1.49800	6	3	3	0					
				1.49500	4	-2	0	4					
				1.48800	2	-3	3	1					
				1.48100	10	0	0	4					
				1.47900	2								
				1.46700	2								
				1.46400	2								
				1.45800	4	1	3	2					
				1.45600	6	6	0	0					
				1.45100	2	-1	1	4					
				1.43900	2								
				1.42800	2								
				1.41800	2								
				1.40500	2	-5	1	3					
Lattice : Base-centered monoclinic S.G. : C [*] /2 (12) a = 8.90700 b = 5.23900 c = 6.04300 a/b = 1.70013 c/b = 1.15346				Mol. weight = 105.99 Volume [CD] = 276.52 Dx = 2.546 Dm = 2.509 Beta = 101.30 Z = 4									
ADDITIONNAL DIFFRACTION LINE(S) : *Superstructure reflections (author). GENERAL COMMENTS : Brouns-Visser-de Wolff, Acta Crystallogr., 17 614 (1964). UNIT CELL DATA : Space group C2 (5), Cm (8).													
CAS: 497-19-8 *ICDD Grant-in-Aid, (1967) primary reference : Technisch Physische Dienst, Delft, Netherlands.													
Radiation : CuKα1 Lambda : 1.54056 SS/FOM : F30= 60(0.0122,41)		Filter : Monochromator crystal d-sp : Guinier											

Pattern : 77-2082			Radiation = 1.540598					Quality : Calculated					
Na ₂ C O ₃													
Sodium Carbonate													
Lattice : Base-centered monoclinic		Mol. weight = 105.99											
S.G. : C2/m (12)		Volume [CD] = 276.34											
a = 8.90400	Beta = 101.35	Dx = 2.548											
b = 5.23900													
c = 6.04200													
a/b = 1.69956	Z = 4	I/cor = 0.57											
c/b = 1.15327													
ICSD COLLECTION CODE : 060311													
TEMPERATURE FACTOR : ATF													
REMARKS FROM ICSD : REM MOD.													
			d (Å)	I	h	k	l	d (Å)	I	h	k	l	
			5.92384	<1	0	0	1	*1.21322	<1	7	1	0	0
			4.49216	3	1	1	0	1.20664	3	-7	1	2	0
			4.36493	<1	2	0	0	1.20399	2	-4	2	4	0
			3.89957	3	-2	0	1	1.20054	6	-5	3	2	0
			3.76780	6	-1	1	1	1.19786	4	0	4	2	0
			3.41667	17	1	1	1	1.19369	7	3	1	4	0
			3.22405	22	2	0	1	1.18477	<1	0	0	5	0
			2.96192	82	0	0	2	1.18258	<1	2	2	4	0
			2.71135	18	-2	0	2	1.17936	2	-2	4	2	0
			2.61950	48	0	2	0	1.17648	2	5	3	1	0
			2.59657	51	-1	1	2	1.16634	<1	5	1	3	0
			2.54388	100	3	1	0	1.15806	3	-6	0	4	0
			2.49851	4	-3	1	1	1.15257	2	-3	1	5	0
			2.39572	6	0	2	1	1.14620	1	7	1	1	0
			2.36516	86	1	1	2	1.14218	2	-1	3	4	0
			2.25350	46	2	0	2	1.13889	2	-4	0	5	0
			2.24608	30	2	2	0	*1.13889	2	3	3	3	0
			2.19266	31	-4	0	1	1.13517	1	-7	1	3	0
			2.17445	50	-2	2	1	1.13238	3	2	4	0	0
			2.11834	3	-3	1	2	1.12675	<1	4	0	4	0
			2.03304	25	2	2	1	1.12442	1	-4	4	1	0
			1.97461	<1	0	0	3	1.11926	1	-5	3	3	0
			1.96221	1	0	2	2	1.11291	1	-8	0	1	0
			1.94979	28	-4	0	2	1.11069	5	-3	3	2	0
			*1.94979	28	-2	0	3	1.10201	<1	6	2	2	0
			1.92848	7	4	0	1	1.09936	<1	1	3	4	0
			1.88390	56	-2	2	2	1.09633	3	-8	0	2	0
			1.87914	34	-1	1	3	1.09147	<1	0	4	3	0
			1.78406	4	3	1	2	1.09043	<1	2	0	5	0
			1.71241	10	1	3	0						
			1.70834	26	-3	1	3						
			*1.70834	26	2	2	2						
			1.67676	14	4	2	0						
			1.66226	1	-1	3	1						
			1.65641	5	5	1	0						
			1.63282	13	-4	0	3						
			1.62837	8	1	3	1						
			1.61202	7	4	0	2						
			1.57652	11	0	2	3						
			*1.57652	11	-5	1	2						
			1.56407	12	-4	2	2						
			*1.56407	12	-2	2	3						
			1.55301	1	4	2	1						
			1.52317	2	5	1	1						
			1.50792	<1	-1	3	2						
			1.49739	8	3	3	0						
			1.49480	7	-2	0	4						
			1.48797	2	-3	3	1						
			1.48096	12	-6	0	1						
			*1.48096	12	0	0	4						
			1.45829	6	1	3	2						
			1.45498	5	6	0	0						
			1.45087	3	-1	1	4						
			1.44413	<1	3	1	3						
			1.42130	1	-6	0	2						
			1.41801	2	3	3	1						
			1.41371	2	2	2	3						
			1.40473	1	-5	1	3						
			1.39439	<1	-3	3	2						
			1.38790	9	-3	1	4						
			1.38566	5	-4	2	3						
			1.37289	<1	4	2	2						
			1.36597	<1	1	1	4						
			1.35567	<1	-4	0	4						
			1.35266	3	6	0	1						
			1.34283	2	5	1	2						
			1.33900	1	4	0	3						
			1.32532	<1	2	0	4						
			1.31915	1	-1	3	3						
			1.30975	8	0	4	0						
			1.28919	4	-6	2	1						
			*1.28919	4	0	2	4						
			1.27194	10	6	2	0						
			1.26967	6	1	3	3						
			1.25593	<1	-3	3	3						
			1.24926	2	-6	2	2						
			1.24381	<1	-5	3	1						
			1.24159	<1	-2	4	1						
			1.23597	<1	-7	1	1						
			1.22334	1	-5	1	4						
			1.21474	<1	6	0	2						
			1.21322	<1	2	4	1						
Radiation : CuKa1		Filter : Not specified											
Lambda : 1.54060		d-sp : Calculated spacings											

EK 3

Pattern : 37-451			Radiation = 1.540598			Quality : Indexed		
Na ₂ C O ₃			<i>d</i> (Å)	<i>l</i>	<i>h</i>	<i>k</i>	<i>l</i>	
Natrie / Sodium Carbonate			7.16000	2				
			5.94000	2	0	0	1	
			4.49000	2	1	1	0	
			3.91000	2	2	0	-1	
			3.78000	5	1	1	-1	
			3.42000	8	1	1	1	
			3.23000	12	2	0	1	
			2.96200	100	0	0	2	
			2.71000	15	-2	0	2	
			2.62100	30	0	2	0	
			2.60200	40	1	1	-2	
			2.54500	60	3	1	0	
			2.36600	70	1	1	2	
			2.33400	7	-3	0	2	
			2.25400	35	2	0	2	
Lattice : Monoclinic S.G. : (0) a = 8.90600 b = 5.23800 c = 6.04500 a/b = 1.70027 c/b = 1.15407 Beta = 101.35 Z = 4 Mol. weight = 105.99 Volume [CD] = 276.48 Dx = 2.546 Dm = 2.540			2.19400	20	4	0	-1	
			2.17500	35	2	2	-1	
			2.13000	3				
			2.11900	2	3	1	-2	
			2.03600	8	2	2	1	
			1.95900	6	0	2	2	
			1.95200	18	4	0	-2	
			*1.95200	18	2	0	-3	
			1.93000	4	4	0	1	
			1.88400	20	2	2	-2	
			1.84900	2	0	1	3	
			1.79600	3	3	1	2	
			1.70900	10	3	1	-3	
			*1.70900	10	2	2	2	
			1.68000	8	4	2	-1	
			*1.68000	8	2	0	3	
COLOR : Grayish white SAMPLE SOURCE OR LOCALITY : Specimen from Mt. Kamasurt, Lovozero massif, Kola Peninsula, USSR. STRUCTURE : Zabuyelite is the Li analogue.			1.65700	3	5	1	0	
			1.63300	6	4	0	-3	
			1.61300	5	4	0	2	
			1.57700	5	0	2	3	
			*1.57700	5	5	1	-2	
			1.56500	6	4	2	-2	
			*1.56500	6	2	2	-3	
			1.55300	2	4	2	1	
			1.53000	5	2	3	1	
			1.52500	5	5	1	1	
			1.49600	6	2	0	-4	
			1.48100	17	0	0	4	
			1.45500	5	1	3	2	
			*1.45500	5	6	0	0	
			1.43900	2	3	0	-4	
			1.38800	5	3	1	-4	
*Zap. Vses. Mineral. O-va, volume 111, page 220, (1982) primary reference : Khomyakov, A.			1.35300	2	6	0	1	
			1.34300	2	5	1	2	
			1.31500	2	-4	1	4	
Radiation : FeK α Lambda : 1.93730 SS/FOM : F30= 6(0.0590,92)			Filter : Not specified d-sp : Not given Internal standard : Ge					

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı: Levent KARAŞAHİN

Baba Adı: Abdullah

Ana Ad: Necla

Doğum Yeri: Fransa

Doğum Tarihi: 30 / 03 / 1975

İlköğrenimine Fransa'da başladı. Daha sonra öğrenimine Kayseri Fatih İlkokulunda devam etti. Ortaokulu İbrahim Yüzbaşıoğlu Ortaokulunda, liseyi Fevzi Çakmak Lisesinde tamamladı. Daha sonra Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümünü bitirdi. 1999 yılında Erciyes Üniversitesinde Fizik Bölümünde yüksek lisansa başladı. Öğretmenlik başvurunun kabul edilmesiyle Adıyaman İlinde göreve başlaması ile yüksek lisans öğrenimine ara vermek zorunda kaldı. 2005 / 2006 eğitim öğretim yılında yüksek lisans öğrenimine tekrar başladı.

Halen Kayseri İlinde öğretmenlik görevine devam etmektedir.

Adres: Yeni Gökkent Mahallesi 418. Sokak Gül Apartmanı C Blok No:12/7 Melikgazi KAYSERİ.

Tel: 505 401 07 90

e-mail: delidumrul1453@mynet.com