

**X-IŐINI KIRINIM SONUÇLARININ BİLGİSAYAR
UYGULAMALARIYLA ANALİZİ ve
GRAFİKLENDİRİLMESİ**

Özgür Fırat ÖZPOLAT

**Yüksek Lisans Tezi
Fizik Anabilim Dalı
Prof. Dr. Yakup KURUCU
2013
Her hakkı saklıdır**

**ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**X-IŞINI KIRINIM SONUÇLARININ BİLGİSAYAR
UYGULAMALARIYLA ANALİZİ ve GRAFİKLENDİRİLMESİ**

Özgür Fırat ÖZPOLAT

FİZİK ANABİLİM DALI

**ERZURUM
2013**

Her hakkı saklıdır



T.C.
ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ



TEZ ONAY FORMU

X-IŞINI KIRINIM SONUÇLARININ BİLGİSAYAR UYGULAMALARIYLA
ANALİZİ VE GRAFİKLENDİRİLMESİ

Prof. Dr. Yakup Kurucu danışmanlığında, Özgür Fırat Özpolat tarafından hazırlanan bu çalışma 10.04.2013 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Atom ve Molekül Fiziği Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans tezi olarak **oybirliği/oy çokluğu (.../...)** ile kabul edilmiştir.

Başkan : Prof. Dr. Uğur YAVUZ

İmza:

Üye : Prof. Dr. Yakup KURUCU

İmza:

Üye : Prof. Dr. Lütfü DEMİR

İmza:

Yukarıdaki sonucu onaylıyorum


Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU
Enstitü Müdürü

Not: Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaklardan yapılan bildirişlerin, çizelge, şekil ve fotoğrafların kaynak olarak kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

X-IŞINI KIRINIM SONUÇLARININ BİLGİSAYAR UYGULAMALARIYLA ANALİZİ ve GRAFİKLENDİRİLMESİ

Özgür Fırat ÖZPOLAT

Atatürk Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Yakup KURUCU

X-ışını kırınım metodu, mineral analizi için kullanılan yöntemlerden birisidir. Bu çalışmada x-ışını kırınım metodu kullanılarak alınan verilerin kolay ve efektif bir şekilde analizi için gerekli olan uygulama geliştirilmiştir. Geliştirilen uygulamanın ürettiği grafikten yola çıkılarak pik değerleri tespit edilmiştir. Uygulama içerisinde daha önceden belirlenen deneysel minimum yoğunluktaki pik değerlerinin uygulama içerisinde bulunan her bir patent verilerinin sahip olduğu pik değerleri ile kıyaslanarak analiz edilmesi amaçlanmıştır. Uygulamanın bütün işletim sistemlerinde çalışabilmesi için Javascript dili kullanılmıştır. Uygulama, Arizona Üniversitesi'nde yürütülmekte olan RRUFF (an integrated study of the chemistry, crystallography, Raman and infrared spectroscopy of minerals) Projesi'nin çalışmalarının sonucunda elde edilen 2199 patent verisini kapsamaktadır.

2013, 70 Sayfa

Anahtar Kelimeler: XRD, Mineral Analizi, RRUFF, Javascript

ABSTRACT

MS Thesis

ANALYZING AND GRAPHIC PLOTTING of X RAY DIFFRACTION RESULTS WITH THE ASSISTANCE of COMPUTER APPLICATIONS

Özgür Fırat ÖZPOLAT

Atatürk University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Physics

Supervisor: Prof. Dr. Yakup KURUCU

X-ray diffraction is a technique that used to analyze minerals within a crystalline structure. In this study, a novel application is produced to analyze data which is generated by means of X-ray diffraction method, in a very clear and effective manner.

By the help of the graphs generated by developed application, peak values are calculated. Formerly determined experimental minimum density peak values are compared with the peak values of every patent data that exists in application to analyze. Javascript programming language is preferred to enable application to run on all operating systems. 2199 patent data resulted from extensive studies of RRUFF Project which has been conducted by Arizona University are served as a main library for application.

2013, 70 pages

Keywords: XRD, Mineral Analysis, RRUFF, Javascript

TEŐEKKÜR

Deęerli hocam Sayın Prof. Dr. Yakup KURUCU'ya alıőmalarımnda verdięi destek, bilgi ve gostermiő olduęu hoőęörü iin ok teőekkür ederim.

Özgür Fırat ÖZPOLAT

Mart 2013

SİMGELER ve KISALTMALAR

\AA	Angström
\vec{B}	Manyetik alan
d	Düzlemler arası uzaklık
eV	Elektron Volt
E_{erg}	Enerji
φ	Yansıma fonksiyonu
hkl	Miller indisleri
Hz	Hertz – titreşim sayısı
I_{hkl}	Şiddet
κ	Manyetik alınganlık
λ	X-ışını dalga boyu
λ_n	Nötron dalga boyu
m_n	Nötronun kütlesi
nm	Nanometre
μ_B	Bohr magnetonu
μ_n	Nötronun magnetik momenti
ρ	Yoğunluk
θ	Saçılma açısı
v_n	Nötronun hızı
Z	Atom numarası

Kısaltmalar

HTML	Hyper Text Markup Language
XRD	X-Ray Diffraction

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
SİMGELER DİZİNİ.....	iv
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	viii
1. GİRİŞ.....	1
1.1. X-Işınlarının Tanımı ve Keşfi.....	1
1.2. X-Işınlarının Özellikleri	2
1.3. X-Işınlarının Parametreleri	2
1.4. X-Işınlarının Elde Edilmesi.....	3
1.4.1. Sürekli X-ışınlarının elde edilmesi.....	4
1.4.2. Kesikli (karakteristik) X-ışınlarının elde edilmesi	5
1.5. X-Işınlarının Madde ile Etkileşmesi.....	5
1.5.1. Fotoelektrik olay ve fotoelektron	6
1.5.2. Compton ve Rayleigh saçılmaları	7
1.6. X-Işınlarının Soğurulması	8
1.7. Bragg Yasası.....	10
2. KURAMSAL TEMELLER.....	11
2.1. X-Işınlarının Kullanım Alanları	11
2.2. X-Işınlarının Tıp Alanında Kullanılması	12
2.2.1. Röntgen	13
2.2.2. Bilgisayarlı tomografi.....	14
2.3. X-Işını Cihazları	15
2.4. X-Işınlarının Sanayide Kullanılması	17
2.5. Bilimsel Araştırmalarda X-Işınları	17
2.5.1. X-ışını astronomisi	18
2.6. X-Işınlarının Fizyolojik Etkisi.....	18
2.7. X-Işınlarından Korunma Yöntemleri	19
2.7.1. X-ışınlarının kaynaktan uzaklığı	19

2.7.2. X-ışınlarının ışınlama süresi.....	20
2.7.3. X-ışınlarının zırhlanması.....	20
2.7.4. X-ışınlarının ölçümü.....	21
2.8. X-Işını Dedektörleri	21
2.8.1. Film dozimetre	21
2.8.2. Termoluminesans dozimetre	22
2.8.3. Gazlı dedektörler	22
2.9. Kristal Yapılar	25
2.10. Kristal Yapı Analizi.....	27
2.11. Kristalden Kırınımına Uğrayan X-Işını Şiddetlerinin Ölçülmesi.....	30
2.12. Şiddet Ölçme Yöntemleri.....	32
2.13. Birim Hücre Parametrelerinin ve Yönelim Matrisinin Belirlenmesi	33
2.14. Bragg Yansıma Şiddet Verilerine Uygulanan Düzeltme Faktörleri.....	33
2.15. Geometrik Düzeltme Faktörleri.....	34
2.16. Fiziksel Düzeltme Faktörleri	36
3. MATERYAL ve METOD.....	40
3.1. Javascript Dili ve Geçmişi.....	40
3.2. Javascript'leri Çalıştırmak	41
3.3. Javascript Kodlarının Sayfa Yerleşimi.....	41
3.4. Javascript Değişkenleri ve Döngüleri.....	42
3.5. Matematiksel Hesap Yöntemleri	44
3.6. Karşılaştırma Operatörleri.....	45
3.7. Mantıksal Operatörler.....	45
3.8. Özel Karşılaştırma Operatörü.....	46
3.9. Internet Explorer ve Netscape Farkı.....	48
3.10. Fonksiyonlar ile Zamanlanmış Olaylar	49
4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA.....	50
4.1. XRD Patentleri	51
4.2. Ölçüm Sonuçlarının İşlenmesi	52
4.3. Açılara Karşılık Sayımların Elde Edilmesi	53
5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER	55
5.1. Normalize Edilen Sonuçlardan Piklerin Bulunması.....	66

KAYNAKLAR	68
ÖZGEÇMİŞ	70

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1. Bremsstrahlung ve karakteristik spektrum	4
Şekil 1.2. X-ışınlarının madde ile etkileşmesi	6
Şekil 1.3. Compton saçılması.....	7
Şekil 1.4. X-ışınlarının bir kristalin düzlemlerinden kırınımı.....	8
Şekil 2.1. Klasik radyografi düzeni.....	12
Şekil 2.2. Standart bir X-ışını tarama süreci	15
Şekil 2.3. Geiger-Müller dedektörü	23
Şekil 2.4. Wigner-Seitz ilkel hücresi.....	26
Şekil 2.5. Difraktometrenin dönme eksenleri	31
Şekil 2.6. Birbirine paralel kristal düzlemlerinden yansımalar.....	36
Şekil 2.7. K skala faktörünün bulunması	37
Şekil 4.1. XRD tekniğinin temel prensibi	47
Şekil 4.2. Yıllara göre patent sayısı artışı	49

1. GİRİŞ

X-ışınları kullanılarak maddeye ait yapı analizi birçok metotla yapılabilmektedir. X-ışını toz kırınımı tekniği bu metotlardan birisidir. X-ışını toz kırınımı tekniğini kullanmanın ana nedenlerinden birisi maddeyi oluşturan elementlerin atomik yapısının elde edilmesidir. Elde edilen bilgilerden yararlanılarak; maddeyi oluşturan atomların ve moleküllerin arasındaki mesafeyi, açıları ve diğer moleküler geometri bilgilerine ulaşılabilir.

X-ışını toz kırınımı tekniği, madde analizinde kullanılacak kaynaktan belirli açılarla çıkan ışınların, kaynağa dik açıda yerleştirilmiş gelen ışınları soğuran bir dedektör tarafından yapılan sayımlarından yararlanılarak yapılır. Atomik yapıdaki farklılıklar, yansımaların maksimum olduğu açıları farklı kılarak pik değerlerinin ortaya çıkmasına neden olur. Alınan ölçümlerden yararlanılarak maksimum pik değerleri bulunur. Bulunan pik değerlerinden yararlanılarak patentlerle yapılan karşılaştırmalar ile analiz tamamlanmış olur (Şahin 1999).

1.1. X-Işınlarının Tanımı ve Keşfi

X-ışınları ya da Röntgen ışınları 0.125 ile 125 keV enerji aralığında veya buna karşılık, dalga boyu 10 ile 0,01 nm aralığında olan elektromanyetik dalgalar veya foton demetidir. 30 ile 30.000 PHz aralığındaki titreşim sayısı aralığına eşdeğerdir. X-ışınları özellikle tıpta tanınan amaçlarla kullanılmaktadır. 1895 yılının Kasım ayında Würzburg Üniversitesi'nde çalışmalarını yürüten Profesör Wilhelm Röntgen tarafından keşfedilmiştir (Gündüz 1989).

1.2. X-Işınlarnn Özellikleri

X-ışınları çift karakterlidir. Dalga ve tanecik özelliđi gösterirler. Fotoelektrik sođrulma, Compton saçılması (inkoherent saçılma), gaz iyonizasyonu ve sintilasyon X-ışının tanecik olarak davrandığı; hız, refleksiyon, polarizasyon ve Rayleigh saçılması (koherent saçılma) ise dalga olarak davrandığı olaylardır (Skoog 1981).

1.3. X-Işınlarnn Parametreleri

Frekans (ν), saniyedeki titreşim sayısı olarak ifade edilir. Birimi, Hertz'dir. Optik spektroskopide ise dalga sayısı kullanılır.

Dalga boyu (λ), iki dalga tepesi arasındaki uzaklıktır. X-ışınlarının dalga boyu fizikte cm olarak verilir. X-ışını spektroskopistleri angström (Å) birimini kullanır. Dalga boyu ile frekans arasında ters orantılı bir bağıntı vardır. Işığın boşluktaki hızının cm birimdeki karşılığının frekansa oranı dalga boyunu vermektedir.

Bir X-ışını fotonunun enerjisi *erg* olarak verilir. Ancak elektron volt (eV)' da oldukça sık kullanılmaktadır.

Şiddet, yani bir X-ışını demetinin şiddeti, birim zamanda, birim alana düşen enerji olarak tarif edilir. Genellikle saniyede cm^2 'ye gelen enerjidir. X-ışını spektrometrik analizde şiddet, sayım/s olarak verilir. Yani birim zamanda birim alan başına gelen foton sayısı olarak verilir. Birim alan olarak, faydalı dedektör alanı alınır. Birim zaman ise saniye, dakika veya belirli bir sayım süresi alınır.

1.4. X-Işınlarının Elde Edilmesi

X-ışınları, enerji formu olarak birçok yönden görünür ışığa benzerler. Örneğin, herhangi bir soğurucu engel ile karşılaşmadıkları sürece kaynaktan tüm yönlere doğru saçılırlar. Görünür ışıkta olduğu gibi, X-ışınlarının çok küçük bir kısmı hava tarafından soğurulur. Görünür ışık arasındaki temel fark sahip oldukları dalgaboylarıdır. X-ışınlarının dalga boyu görünür ışıktan daha kısadır. Radyoloji bilimi bu farkın üzerine kurulmuştur (Aygün ve Zengin 1998).

X-ışınları iki şekilde meydana gelir:

- a. Tabii X-ışınları
- b. Suni X-ışınları

Tabii X-ışınları, atom çekirdeği tarafından, K seviyesindeki (en iç seviye) bir elektronun yakalanması, iç dönüşüm ve β bozunması olaylarıyla meydana gelir. Radyoaktif çekirdekler tabii X-ışınlarını kendiliğinden yayımlar.

Elektron yakalanma olayında Z atom numaralı element bir elektron yakalayınca $Z-1$ atom numaralı bir elemente dönüşür. Atom ağırlığı ise değişmez.

İç dönüşüm veya iç geçiş olayında atom ağırlığı ve atom numarası değişmemekle birlikte *gama* ışını yayınlanır. Yayınlanan *gama* ışını atomun yörüngelerinin birinde bulunan elektrona çarparak X-ışını yayınlanmasına sebep olur.

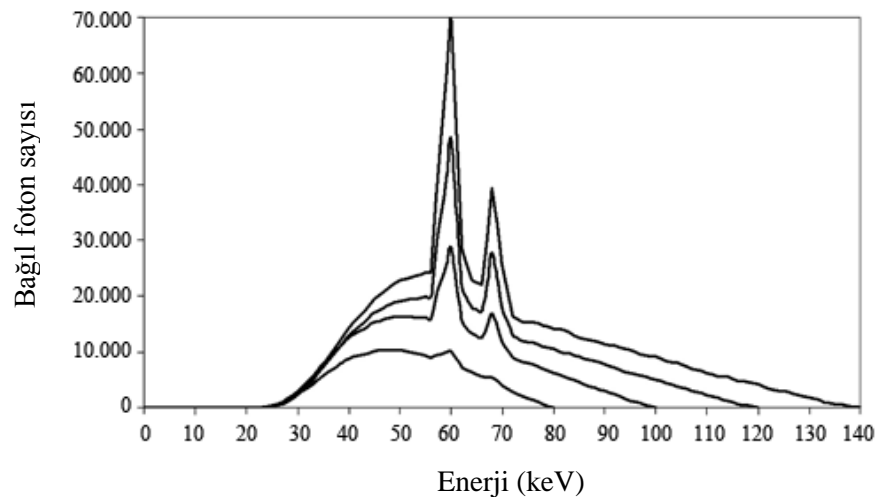
Beta bozunması olayında, Z elementinden $Z+1$ elementi meydana gelir; atom ağırlığı ise değişmez. Çekirdekten çıkan beta ışını, atomun yörüngesindeki bir elektrona çarparak X-ışını yayınlanmasına neden olur.

Suni X-ışınları, maddelerin fotonlarla veya proton, elektron, alfa gibi yüklü parçacıklarla etkileşmesinden elde edilir. Fotonlarla etkileşimden ortaya çıkan X-ışınları karakteristik spektrumu ortaya koyar. Yüklü parçacıklarla etkileşimden ortaya çıkan X-ışınları ise hem kesikli (karakteristik) hem de sürekli spektrum sergiler (Skoog 1981).

1.4.1. Sürekli X-ışınlarının elde edilmesi

Hızlı ve yüklü parçacıklar, bir elektrik alan içerisinde ivmeli hareket ederken; ani olarak yavaşlatılır veya durdurulursa ışımaya yapar. Yaptıkları ışımada ortaya çıkan foton ilk ve son hızları arasındaki enerji farkına eşit enerjide olur. Bu ışımaya frenleme ışınması manasına gelen Bremsstrahlung denir. Başka bir ifadeyle; yörüngede hareket eden elektronlardan, elektrik alanını geçecek kadar enerjiye sahip olmayıp, durdurulanlar sürekli X-ışınlarını meydana getirir.

Şekilde, 80, 100, 120 ve 140 keV X-ışınları ile bombardıman edilen bir tungsten anodun ortaya çıkardığı Bremsstrahlung ve karakteristik spektrum görülmektedir (Cullity 1996).



Şekil 1.1. Bremsstrahlung ve karakteristik spektrum

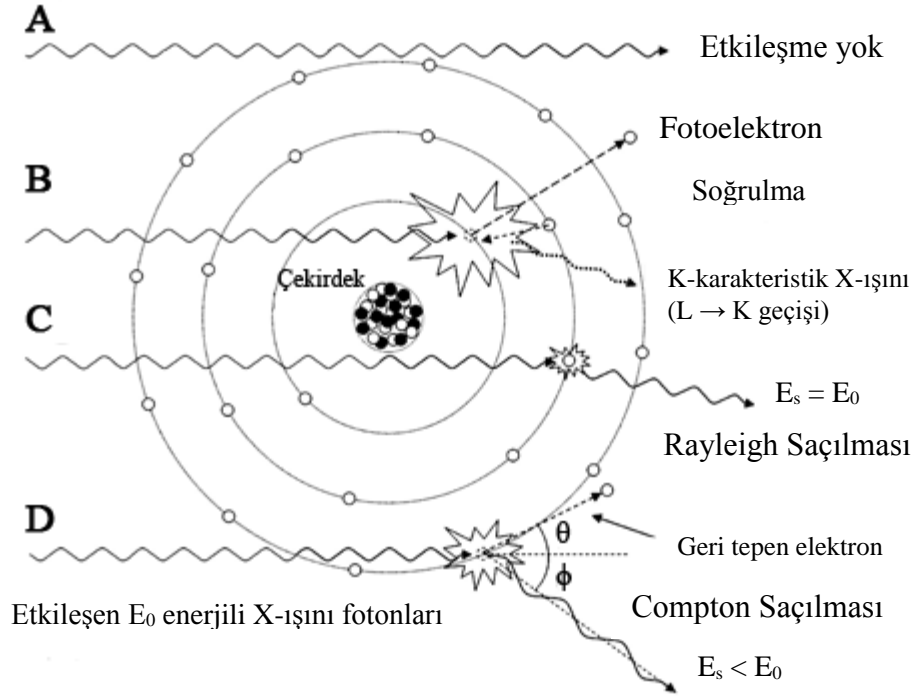
1.4.2. Kesikli (karakteristik) X-ışınlarının elde edilmesi

Kuantum mekaniğinde, X-ışınları spektral çizgilerine sebep olan elektron geçişlerini düzenleyen kriterler verilmiştir. Bu kriterler $\Delta n \neq 1$ ve $\Delta l = \pm 1$ olup, geçişlerdeki ilk ve son kuantum sayıları geçiş kuralları olarak adlandırılan bu kriterlere uyar. Enerji düzeyini belirleyen n baş kuantum sayısı 1, 2, ... yani tam sayı değerler alabilir. Bu değerlere karşılık gelen yörüngeler K, L, M, N, ... olarak isimlendirilir. Geçiş kuralları tarafından belirlenen geçişler ve oluşan X-ışınları kuantum teorisi ile bilinmektedir (Gündüz 1989).

Hedef üzerinde gelen fotonlar enerjilerine uygun olarak, numune atomlarının yörüngelerinden elektron koparır. Koparılan elektronlarla birlikte meydana gelen enerji boşlukları üst enerji seviyelerindeki elektronlarla doldurulur ve iki enerji seviyesi arasındaki farka eşit enerjide X-ışını yayınlanır. Bu X-ışınları kesikli ve her maddeye has olduğu için karakteristik X-ışını olarak adlandırılır. Eğer K tabakasına üst tabakalardan elektron geçişi sonucu karakteristik X-ışını yayınlanmışsa bu ışın serisi K serisi adını alır. Eğer L tabakasına elektron geçişi sonucu karakteristik X-ışınları yayınlanmışsa bu X-ışınları da L serisi adını alır. Bu şekilde karakteristik X-ışınları, gelen ışının elektron kopartıp fırlattığı tabakanın adını alır. Her serideki karakteristik X-ışınları, α , β , γ , ... gibi sembollerle ifade edilir.

1.5. X-Işınlarının Madde ile Etkileşmesi

Radyasyon, çıkış kaynağından itibaren her doğrultuda yayılan, dalga veya tanecik karakterli enerji olarak tarif edilir. Dalga karakterli radyasyon, belirli dalga boyu sınırları arasında değişen, çeşitli bölgeler ihtiva eden elektromanyetik spektruma sahiptir. X-ışınları bu spektrumun 10^{-5} Å - 100 Å arasındaki dalga boyu bölgesine karşılık gelir.



Şekil 1.2. X-ışınlarının madde ile etkileşmesi (Seibert and Boone 2005)

Monokromatik X-ışınları paralel bir demet halinde bir maddeden geçtiğinde, madde atomlarıyla etkileşir. Şekilde X-ışınlarının madde ile etkileşmesi görülmektedir.

X-ışınlarının bazı özellikleri ve madde ile etkileşmesi esnasında meydana gelen olaylar konunun ilerleyen kesimlerinde verilecektir.

X-ışınları madde içine girdiklerinde, maddelerin iç elektronları, değerlik elektronları ve çekirdeği ile etkileşebilir. Bu etkileşmelerin en önemli neticeleri, fotoelektrik olay, Compton saçılması, Rayleigh saçılmasıdır.

1.5.1. Fotoelektrik olay ve fotoelektron

Madde üzerine gelen X-ışını fotonunun, enerjisinin tamamını madde atomunun iç elektronlarından birisine vererek elektronu yörüngesinden koparmasına fotoelektrik olay,

kopan elektrona ise fotoelektron denir. Bir deęerlik elektronu, foton enerjisini soęuramaz ve fotoelektron haline gelezmez.

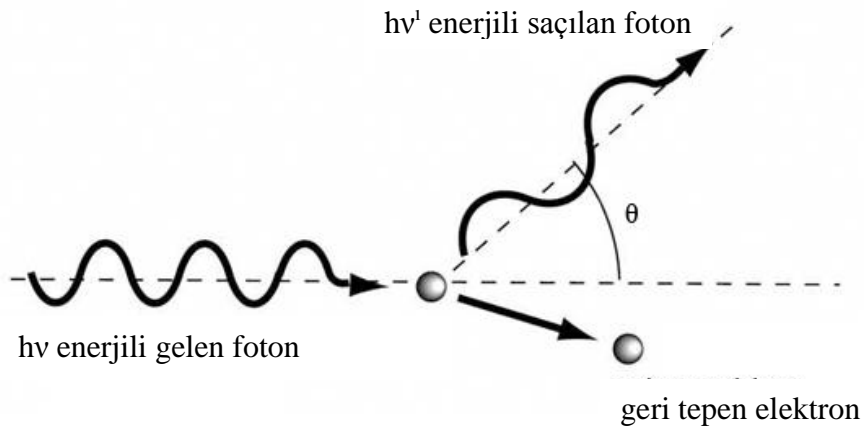
$h\nu$ enerjili bir fotonun, madde elektronu tarafından soęrulması halinde fotoelektronun enerjisi,

$$E_e = h\nu - E_b \quad (1.5)$$

ile verilir. E_b , elektronun yörüngeye bağlanma enerjisidir. Gelen fotonun enerjisi E_b 'ye ne kadar yakın ise, elektron tarafından soęrulma ihtimali o kadar büyüktür. E_b 'den uzaklaştıkça soęrulma ihtimali küçülür. Fotoelektrik Olay, gelen X-ışını fotonlarının şiddetine ve enerjisine bağlıdır.

1.5.2. Compton ve Rayleigh saçılmaları

Belli enerji ile gelen X-ışını veya gama ışını fotonu, atomun yörüngesindeki elektronlardan birisine çarptığında, enerjisinin bir kısmını bu elektrona verir ve elektron saçılır. Foton ise kalan enerjisi ile farklı bir doğrultuda ilerler.



Şekil 1.3. Compton saçılması

Şekilde görüldüğü gibi, elektronun saçılma açısı tetadır. Enerji ve momentum korunumu kanunlarına göre Compton enerjisinin denklemi şu şekildedir:

$$E' = E / \{ 1 + [(E/m_e c^2) (1 - \cos\Theta)] \} \quad (1.6)$$

E ve E', gelen ve saçılan fotonların enerjileri (keV), $m_e c^2$, elektronun durgun kütle enerjisidir.

1.6. X-Işınlınının Soğurulması

I_0 şiddetinde paralel bir monokromatik X-ışını demeti, x kalınlığında ρ (g/cm^3) yoğunluğunda homojen bir soğurucu üzerine gönderilsin. Çıkan demetin I şiddeti daima I_0 'dan küçüktür. Bu Lambert Kanunu ile verilir.

$$I = I_0 e^{-\mu x} \quad (1.7)$$

Burada μ , cm başına doğrusal soğurma katsayısıdır. Bu eşitlikten farklı soğurma katsayıları belirlenebilir. Doğrusal soğurma katsayısı, birim kalınlık başına soğurmayı verir. Denklemden μ çekilirse;

$$\mu = \{ (\ln I_0 - \ln I) / x \} \text{ cm}^{-1} \quad (1.8)$$

elde edilir. Kütle soğurma katsayısı μ_m , birim kütle başına soğurmayı verir.

$$\mu_m = \mu / \rho \quad (1.9)$$

μ_m her maddeye göre deęişen enerjinin ve atom numarasının bir fonksiyonudur. Soęurma katsayısı karakteristik olduęundan farklı maddeler için μ / ρ oranı deęerleri doęrudan karşılaştırılabilir.

Doęrusal soęurma katsayısı μ , üç soęurma katsayısının toplamıdır.

$$\mu = \mu_1 + \mu_2 + \mu_3 \quad (1.10)$$

$$\mu / \rho = \mu_1 / \rho + \mu_2 / \rho + \mu_3 / \rho \quad (1.11)$$

bu denklemde μ_1 / ρ fotoelektrik soęurma katsayısı, μ_2 / ρ saçılma katsayısı ve μ_3 / ρ çift oluşumu katsayısıdır. Fotoelektrik soęurmada fotonlar tamamen soęurulur. Soęurulan enerji, orbital elektronlarını koparmaya harcanır. Saçılma işlemlerinde, fotonlar tamamen soęrulmaz; fakat soęurucu içerisinde paralel demetleri saptırarak, çıkan demetin şiddetini azaltır. Çok uzun dalga boylarında, çok hafif elementlerde, fotoelektrik soęurmada ziyade; saçılma hakim olur. μ / ρ , Z ve λ arasındaki ilişki şu şekildedir:

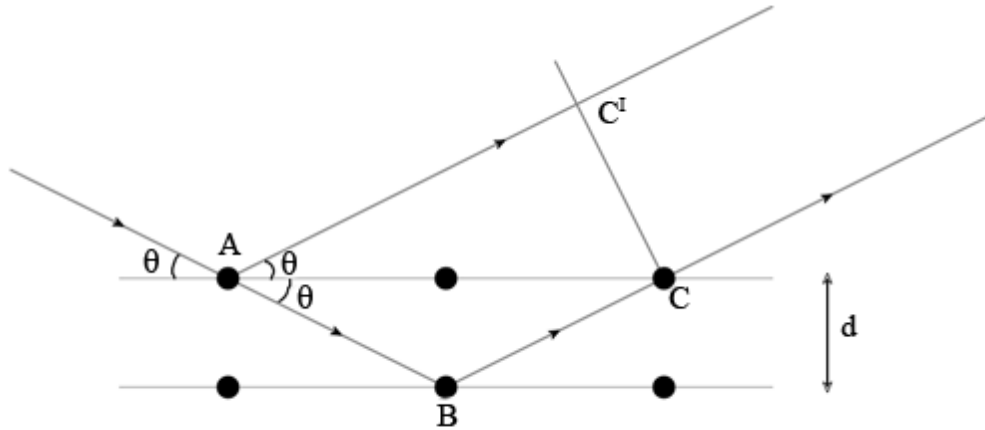
$$\mu / \rho = K.Z^4.\lambda^3 \quad (1.12)$$

Bu formül, Bragg - Pierce Kanunu olarak adlandırılır. Denklemde K , bir katsayıdır. Bir atomda bir elektron tabakasına ait en büyük X-ışını soęurma ihtimaliyeti; elektronların bağlanma enerjisine eşit enerjili X-ışınları ile bombardıman edildięi zaman söz konusudur. Bu X-ışını enerjisine o tabakanın soęurma sınırı denir.

1.7. Bragg Yasası

Bragg yasası, X-ışınları kırınımının temelidir. X-ışınları, atomların elektronları ile etkileşir. X-ışını fotonları elektronlar ile çarpıştığında bazı fotonlar geliş doğrultusundan saparlar. Eğer saçılan X-ışınlarının dalga boyları değişmemiş ise, buna esnek saçılma denir. Bu esnek saçılan X-ışınları, saçılma deneyinde ölçülen X-ışınlarıdır.

Farklı atomlardan saçılan X-ışınları birbirleriyle etkileşir ve eğer bir kristalde olduğu gibi atomlar periyodik bir düzene sahipse, saçılan X-ışınları keskin bir etkileşme maksimumu (yansıma şiddeti) verecektir. Böylece kırınım deseninin ölçümü, bize bir malzemedeki atomların dağılımını bulmamıza izin verecektir (Dinçer 2005).



Şekil 1.4. X-ışınlarının bir kristalin düzlemlerinden kırınımı

Bir X-ışını saçılma desenindeki yansıma şiddetleri, doğrudan atomlar arası uzaklıklar ile ilgilidir. Şekil 1.4'de görüldüğü gibi iki boyutlu bir periyodik atom düzeni ile bir X-ışını demetinin etkileşmesini göz önüne alalım. Düzlemler arası uzaklığı d olan düzlemler için, saçılmanın olma koşulu basitçe $2d \sin \theta = n\lambda$ şeklinde yazılabilir. Bu eşitlik Bragg Kanunu olarak bilinir. Bu eşitlikte λ , X-ışını dalga boyu; θ , saçılma açısı; n , tam sayı; d ise düzlemler arası mesafedir (Cullity 1978).

2. KURAMSAL TEMELLER

2.1. X-Işınlarnn Kullanım Alanları

X-ışınları Röntgen tarafından keşfedilmesinden bugüne, çok kısa dalga boyları ve yüksek enerjileri ile günlük hayat içinde çok önemli ve yaygın kullanım alanları bulmuştur. Bunlardan bazıları:

I. X-ışınları, tıpta teşhis ve tedavi aracı olarak büyük öneme sahiptir. Radyoskopi ve radyografi için genellikle 500-200 kV'luk hızlandırıcı gerilimlerle çalışan X-ışınları tüpünden elde edilen kısa dalgaboylu sert ışınlardan yararlanır. Günümüzde, çeşitli tanecik hızlandırıcıları yardımı ile hızlandırılan çok yüksek enerjili elektronların frenlenmeleri sonucu, giderek çok daha kısa dalgaboylu (yüksek frekanslı), dolayısıyla sert X-ışınlarının elde edilmeleri mümkün olmakta ve bunlar kanser tedavisinde ve bazı operasyonlarda kullanılmaktadır.

II. X-ışınları; maddenin yapısı, örneğin kristal düzeni, karmaşık organik maddelerin molekül yapılarının aydınlatılmasında, günümüzde sık başvurulanan bir araştırma aracıdır.

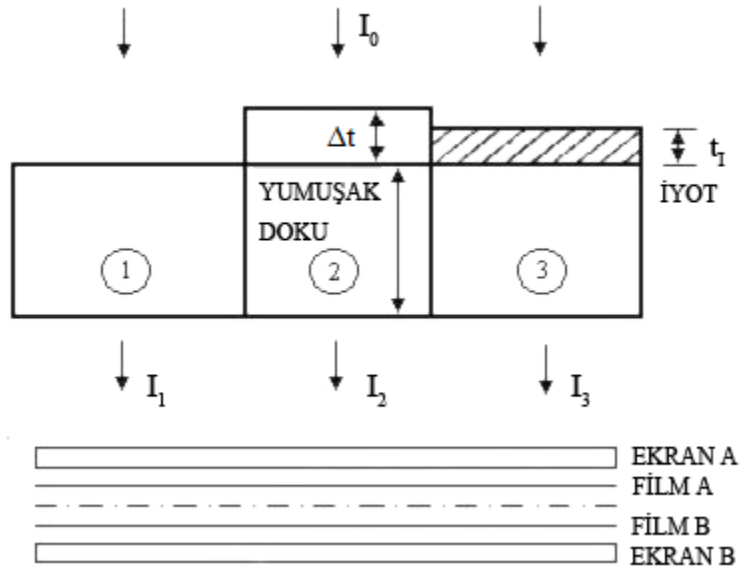
III. Teknikte malzeme kontrolünde, sözgelimi ele alınan bir örneğin içinde yabancı bir madde, hava boşluğu ya da bir yapım hatası bulunup-bulunmadığını anlamak için, X-ışınları radyografisinden yararlanır.

IV. Kimya alanında ise bir örnek içinde bulunan eser miktardaki yabancı maddenin analizi, fizikte yeni elementlerin keşfedilmesi ve özelliklerinin incelenmesinde, araştırma aracı olarak X-ışınlarının önemi büyüktür. Nadir toprak elementleri ve Uranyum ötesi elementlerin özellikleri bu yolla saptanabilmektedir.

Günümüzde nükleer görüntüleme tıpta ve endüstride çok geniş bir kullanım alanına sahiptir. Endüstrideki kullanım alanları tıp alanındaki kadar geniş ve çeşitli olmasa da özellikle reaktör çalışmalarında ve tahribatsız muayene olarak bilinen cisimlerin içsel kesit görüntülerinin oluşturulmasında kullanılmaktadır (Ataman 1971).

2.2. X-Işınlının Tıp Alanında Kullanılması

Tıp alanında 1895'te X-ışınlarının keşfi ile başlayan radyografi, gelişerek günümüze kadar gelmiş ve değişik yöntemlerle temelde bilgisayarlı tomografi (CT) adını almıştır. Klasik radyografide, X-ışınlarının değişik ortamlarda, farklı soğrulma özelliğinden yararlanır. X ışını doku içinden geçerken ortamın fiziksel yoğunlukları, atomik yapıları, X-ışını enerjisi ve kat ettiği yola bağlı olarak soğrulur ve saçılmaya uğrar.



Şekil 2.1. Klasik radyografi düzeni

Vücudu geçen X-ışınları ve bu ışınlara duyarlı bir film üzerine düşürülmeleri halinde bir görüntü oluşturur. Film üzerine düşen şiddet değerleri, farklı soğurma katsayısına sahip

bölgelerden geçerek geldiği için değişik tonda görüntü oluşturur. Fakat klasik radyografinin en büyük dezavantajı, birbirlerine çok yakın kütle soğurma katsayılarına sahip iki bölgenin hemen hemen aynı kontrastı vermesi veya birbirinden çok farklı kütle soğurma katsayılarına sahip iki bölgeden büyük katsayıya sahip olanın diğerini gölgelemesi sonucunda iki bölgenin birbirinden ayırt edilememesinin söz konusu olmasıdır. Bu nedenle filme dayalı radyografinin sakıncalarını gidermek amacıyla yapılan çalışmalar sonucunda 1970'li yıllarda bilgisayarlı radyografi geliştirilmiştir. Daha sonraki yıllarda yapılan çalışmalar sonucunda transmisyon radyografisinin günümüzde en yoğun kullanılan şekillerinden bir tanesi olan fluoroskopi sistemleri ortaya çıkmıştır. Bu sistemlerde film yerine CsI tipi dedektörler kullanılmaktadır. Bu dedektörler temelinde bir sintilasyon dedektörüdür. Dedektörde, gelen radyasyonun şiddetiyle orantılı oluşan parılda, bir kamera sistemiyle dijitalize edilerek görüntü oluşturulmaktadır. Günümüzdeki çalışmalar ise bu tip dedektörler yerine yarı iletken dedektörler kullanarak görüntü oluşturma amacı taşımaktadır. Bu çalışma, fluoroskopide, CsI dedektörleri yerine CdTe yarıiletken dedektörler kullanılması üzerinedir.

2.2.1. Röntgen

Röntgen, radyolojik tanı yöntemlerinin en eskisidir. X-ışınlarının diyagnostik radyolojide kullanılmalarını sağlayan temel özellik, dokuyu geçebilme yetenekleridir. Flouresans ve fotografik özellikleri ise görüntünün elde edilmesini sağlar. İnsan vücudu değişik atom ağırlığında ve değişik kalınlık ve yoğunlukta dokulardan yapıldığından, X-ışınının absorpsiyonu da farklı olacaktır. Farklı absorpsiyon ve girginlik sonucu, röntgen filmi (röntgenogram) üzerine değişik oranlarda düşen X-ışınları geçtikleri vücut parçasının bir görüntüsünü oluştururlar. Bu görüntü, siyahtan (film üzerine düşen ışın fazla) beyaza (film üzerine düşen ışın az) kadar değişen gri tonlardan oluşur.

Röntgenogramlarda görüntü oluşumu: Vücudu geçen X-ışınları, üzerine gümüş bromür (AgBr) emülsiyonu sürülmüş plastik bir yapraktan ibaret olan röntgen filmi

üzerine, ya doğrudan ya da Flouresans özellikteki bir levha aracılığıyla, ultraviyole ışığı şeklinde düşürülür. Görülebilir ışığın fotoğraf plağında yaptığı değişiklikten farksız olan etki, X-ışını veya ultraviyole ışığı alan AgBr moleküllerindeki bağların gevşemesidir. Böyle bir film bazı kimyasal solüsyonlarla karşılaştırılırsa, etkilenen moleküllerdeki gümüş ve brom birbirlerinden kolayca ayrılır. Tek kalan gümüş oksitlenerek röntgenogramlar üzerindeki siyah kesimleri oluşturur. Işın düşmemiş bölgelerdeki gümüş bromür molekülleri ise film üzerinden alınır ve beyaz olan plastik baz ortaya çıkar. Bu işleme “film processing” (film banyosu) adı verilir. Yani kısaca röntgenogramlardaki görüntü, oksitlenmiş gümüş tarafından oluşturulmaktadır. Gümüş Bromür görüntülerinin elde edildiği bu yöntem konvansiyonel röntgen, vücudu geçen X-ışınlarının dedektörlerle ölçülerek görüntünün bilgisayar aracılığı ile katot tüpünde oluşturulduğu yöntem ise dijital röntgen adı verilir.

2.2.2. Bilgisayarlı tomografi

Bu cihaz X-ışını cihazlarının en gelişmişidir. Hekimler MR cihazında olduğu gibi vücudun belli bir bölgesinin kesit görüntüsünü çıkarabilme yeteneğine sahiptir. Cihaz diğer röntgen cihazları gibi bir X-ışını tüpüne sahiptir. Ancak bu cihazın sabit bir tüp yapısı yerine, hareketli bir gantry üzerine monte edilmiş bir tüp yapısı vardır.

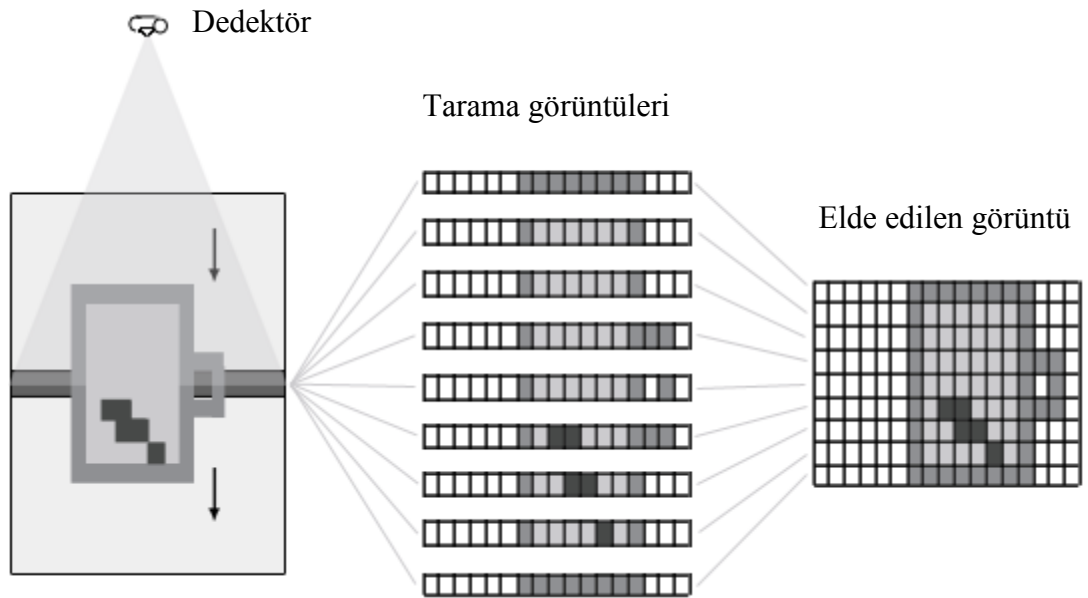
Gantry sürekli ve belirli bir hızda dönerek şüpheli vücut bölgesinin üzerini taramış olur. Bu tarama; X-ışını dedektörüne gelen veriler doğrultusunda görüntü işleme bilgisayarlarıyla CT görüntüleri oluşturur. Oluşturulan bu görüntü MR görüntülerine oldukça benzemektedir. CT cihazının etkili olduğu dokuları ve vücut bölgelerini incelediğimizde daha çok yapısı ve çalışma prensibi itibarıyla kemikli dokuların incelenmesinde, yumuşak dokularinkine oranla daha başarılıdır.

2.3. X-Işını Cihazları

X-ışını cihazları, nesnelerin sabit bir X-ışını kaynağından geçirilerek içeriği hakkında bilgi veren cihazlardır. X-ışını cihazlarında bir X-ışını kaynağı ve bu kaynağın karşısında ışınları algılayan bir dedektör grubu bulunmaktadır. Eşyalar bu ışınların yolu üzerine konulmakta ve eşyalardan geçen ışınlar dedektörler (foto-diyotlar) tarafından algılanmaktadır.

Foto diyot çıkış sinyallerinin uygun yükseltme ve filtreleme işlemlerinden sonra, sinyal işleme ve görüntü oluşturma teknikleri kullanılarak dilim görüntüleri oluşturulmakta, sonrasında bu dilimler birleştirilmekte, sonuç olarak oluşturulan görüntü monitöre bir siluet olarak yansıtılmaktadır.

Aşağıda verilen resimde standart bir X-ışını cihazının bagaj tarama süreci adım adım izlenmektedir.



Şekil 2.2. Standart bir X-ışını tarama süreci

X-ışını cihazının tüneline girerken maruz kaldıkları X-ışınları bagajı bir uçtan diğerine kadar tarar. Taranan her kesit, içerdiği maddenin atom ağırlığıyla ilgili olarak dedektör grubunda bir sinyal oluşturur. Tarama sonunda bu sinyallerin toplamı taranan maddenin içerdiği nesnelere görüntüsüdür.

X-ışınılı çanta paket kontrol sistemleri ilk kullanılmaya başladığında siyah beyaz görüntü verebilen basit cihazları ve buradan sadece malzemenin, çantanın içindekilerin fiziksel şekli hakkında bilgi alınabilmekteydi. 90'lı yılların başlarında sadece fiziksel şeklin ne olduğunun bilinmesi yeterli olmamaya başladı. Üreticiler bir adım daha ileriye giderek çanta paket içerisindeki nesnelere kimyasal yapısı hakkında da bilgi verebilecek yani onların organik ya da inorganik maddeler olup olmadıklarını belirleyebilecek teknikler üzerinde çalışıp kullanıcılara bu bilgileri verebilecek çoklu enerji seçenekli sistemler geliştirdiler.

Bu sistem, oluşturulan görüntü üzerinde operatörlerin madde tanımlamasını kolaylaştırıcı bazı uygulamaları içermektedir. Tanımlamada malzemelere renk kodlaması uygulanmakta, örneğin titanyum, krom, demir, çelik, kalay, kurşun, bakır, gümüş, altın gibi atom numarası 18'den büyük olan ağır elementler (inorganik maddeler) mavi renklendirme ile alüminyum gibi atom numarası 10 ile 18 arasında olan orta ağırlıktaki elementler (karışık grup) yeşil renklendirme ile atom numaraları 10'un altında olan hidrojen, karbon, nitrojen, oksijen, nitrogliserin, akril, kağıt, tekstil ürünleri, tahta ve su gibi organik maddeler turuncu ile görünmektedir.

90'lı yılların ikinci çeyreğinden sonra ise bu cihazlarda daha büyük gelişmeler yaşanmaya başlandı ve 3. çeyrekte artık operatörlere çantaların şüpheli olup olmadığı hakkında karar vermesinde yardımcı olmaya çalışan ve görüntüler üzerine şüpheli olabilecek bölgelere işaretler atan sistemler geliştirilmeye başlandı.

2.4. X-Işınlarının Sanayide Kullanılması

Sanayide X-ışınları metal parçaların, özellikle de dökümlerin ve kaynaklanmış parçaların sağlamlığının denetlenmesinde kullanılır. Çok sayıda parçadan oluşan malzemelerin, örneğin elektrikli aletlerin montajının doğru yapılıp yapılmadığı da X-ışınlarıyla incelenebilir. Polis ve gümrük memurları yolcu valizlerinde yasadışı bir maddenin bulunup bulunmadığını anlamak için X-ışınlarından yararlanılır. X-ışınları bugün kullanılmakta olan pigmentlere (renk verici maddelere), eski ressamların kullanmış oldukları pigmentlere oranla daha kolay nüfuz eder. X-ışınlarının bu özelliğinden yararlanan sanat uzmanları, eski bir ressama ait olduğu iddia edilen bir yapıtın sahte olup olmadığını, üzerinde herhangi bir değişikliğin yapılıp yapılmadığını saptayabilirler. Tabloların alt katmanlarının X-ışınlarıyla incelenmesiyle, ünlü ressamların yapıtlarını nasıl ortaya çıkardıklarına ilişkin pek çok şey öğrenilmiştir. X-ışınlarının farklı maddelerde farklı renklerde flüorışıma (fluorescence) oluşturma özelliğinden, gerçek değerli taşları yapaylarından ayırt etmekte de yararlanılır (Arslan 2010).

2.5. Bilimsel Araştırmalarda X-Işınları

X-ışınları canlı hücrelerdeki genetik maddelerin değişim hızını artırmak için kullanılabilir. Böylece bilim adamları yeni canlı türleri üretmeyi denemek ve belirli genlerin kalıtım modelini incelemek için X-ışınlarından yararlanabilirler. ABD'li genetikçi Hermann Joseph Muller, X-ışınlarının mutajenik özellikleri üzerindeki çalışmalarıyla 1946 Nobel Tıp (Fizyoloji) Ödülü'nü almıştır. X-ışını kristalografisi, maddelerin kristal ve molekül yapısını incelemekte kullanılan bir yöntemdir.

Görünür ışıktan farklı olarak X-ışınları, içinden geçtikleri mercek, prizma ve aynalarda önemli bir doğrultu değişikliğine uğramaz. Öte yandan kristallerdeki atomlar düzenli bir yerleşim içindedir ve X-ışınlarını kırınıma uğratabilecek kadar birbirlerine yakındır, bu yüzden de belirli bir kırınım deseni oluşturur. Çözümlenecek kristal örneğin üzerine X-

ışını demeti düşürülür ve ortaya çıkan kırınım deseninin filmi çekilir. Bu desendeki beneklerin konumları çözümlenerek kristalin atom yapısı konusunda bilgi edinilir.

X-ışını kırınımına dayalı inceleme yöntemleri, biyoloji açısından önemli moleküllere ilişkin bilgilerimizin artmasında yaşamsal bir rol oynamıştır. Örneğin, DNA olarak anılan deoksiribonükleik asidin X-ışını kırınımıyla incelenmesi, DNA moleküllerinin ikili sarmal yapısının belirlenebilmesine yardımcı olmuş ve böylece bilim adamları genetik şifreyi ve bunun kalıtım sürecindeki rolünü öğrenebilmiştir.

X-ışını kırınımı yöntemi metallerin, kayaçların, minerallerin incelenmesinde, cevher çökellerinin yerlerinin saptanmasında ve tarayıcı elektron mikroskoplarında da kullanılır.

2.5.1. X-ışını astronomisi

X-ışını astronomisi, dış uzaydaki X-ışını kaynaklarının incelenmesini konu alan bir bilim dalıdır. X-ışınları Dünya atmosferinde soğurulduğundan yerdeki aletlerle kolayca toplanıp gözlemlenemez. Bu nedenle X-ışını teleskopları ve algılayıcıları genelde bir mekik ile Dünya yörüngesine oturtulur. X-ışını astronomisiyle, aralarında yıldızların, süpernova kalıntılarının ve kuvazarların da bulunduğu binlerce X-ışını kaynağı ortaya çıkartılmıştır.

2.6. X-Işınlarnn Fizyolojik Etkisi

Yüksek enerjili her ışın gibi X-ışınları da dokular için zararlıdır. Çok yüksek frekansa sahip olan X-ışınları kimyasal bağları kırabilecek enerjiye sahiptir. Bu bağların kırılması sonucu iyonlaşma meydana gelir. DNA'nın zarar görmesi ise hücreleri öldürmektedir. Bunun sonucunda doku zarar görür. DNA'da çok az bir zedelenme, kansere yol açabilecek kalıcı değişikliklere sebep olabilir.

Radyo kristalografide kullanılan ışınlar ve bu ışınların neden olduğu X-ışınları dokular için çok zararlı olabilirler. Radyolojide kullanılan ışınlar, sertlikleri dolayısıyla çok daha az soğrulurlar ve bu nedenle de çok daha az zararlıdırlar (Arslan 2010).

Eller ve vücudun diğer kısımları X-ışınlarına hedef olduğundaki tehlikeli duruma yanık denir. Yanıklara, X-ışınlarından çıkan ısı neden olmayıp, ısının doğurduğu yanıklardan da farklıdırlar. X-ışınlarına hedef olunduğunda ani bir acı hissi de duyulmaz. İyileşmesi diğer yanıklardan çok daha yavaş olur. X-ışınları tüpünden doğrudan doğruya gelen demetin yanı sıra, saçılmış, flüoresans, uyumlu ve uyumlu olmayan ışınlar da tehlikelidirler. Modern X-ışınları cihazı, bütün bu tehlikelere karşı korunmak üzere dikkatlice tasarlanmış ve güvenlik düzenekleri ile donatılmıştır.

2.7. X-ışınlarından Korunma Yöntemleri

X-ışınlarından korunmanın temel üç prensibi vardır. Bu korunma şekli, maruz kalınacak X-ışınlarından tamamıyla arındırılma durumu değildir. Ancak bu yöntemlerle gelen X-ışınlarının etkisi azaltılabilir (Elerman *et al.* 2001).

2.7.1. X-ışınlarının kaynaktan uzaklığı

X-ışınlarının şiddeti, kaynaktan olan uzaklığın karesi ile ters orantılı olarak değişim gösterir.

$$K_1 = K_2 \frac{d_1^2}{d_2^2}$$

Denklemden K_1 kaynaktan d_1 uzaklığındaki, K_2 ise d_2 uzaklığındaki ışınlama miktarını temsil etmektedir.

Günümüzde X-ışınlarından korunmak için genellikle sistemler kullanıcılardan farklı ortamlarda veya özel olarak zırhlanmış sistemler içerisinde kullanılmaktadır. Ayrıca, uzaktan kumandalı sistemlerden de faydalanılmaktadır (Yuan *et al.* 2003).

2.7.2. X-ışınlarının ışınlama süresi

Alınacak doz, ışınlama süresi ile orantılı olarak artmaktadır. Bu nedenle X-ışınları ile çalışanlar mümkün olan en kısa zaman aralığında işlerini tamamlamaları ile korunabilirler. Bunun başarılabilmesi için çalışmaya başlamadan önce, maksimum çalışma süresini öngören iyi bir çalışma programının yapılması ve programa da tam uyulması gerekmektedir. Tehlikeli alanlarda yapılacak çalışmaların süresi, önceden hazırlanan ve ışınlama alanı dışında yapılacak provalarla kısıtlanabilir (Yuan *et al.* 2003).

2.7.3. X-ışınlarının zırhlanması

X-ışınlarının zararlarının önlenmesindeki en önemli yöntemlerden bir tanesi zırhlamadır. Zırhlama, X-ışınlarının kaynakları çevresine bu X-ışınlarının şiddetlerini uygun seviyelere indirecek kalınlıklarda soğurucu engeller yerleştirilmesi ile sağlanmış olur. Böylece X-ışınları ile çalışacak olan insanların daha uzun süre çalışabilmeleri sağlanmış olur. Zırhlama hesaplamaları, işgal edilen pozisyonda, X ışınlarının doz hızının müsaade edilen doz sınırına düşürmek için yapılır. Bunun için X ışınları kaynakları ve çalışan insanlar arasına kurşun, beton, dolu tuğla gibi engeller yerleştirilebilir (Elerman *et al.* 2001).

2.7.4. X-ışınlarının ölçümü

X-ışınları ile çalışılan herhangi bir yerin içerisinde ve çevresinde devamlı X-ışınları ölçümü, geniş güvenlik önlemlerinden biridir. Bu kontrollerde genel olarak iyonizasyon odaları kullanılır. Tercihen bunlar pille çalışan taşınabilir cihazlar olmalıdır

2.8. X-Işını Dedektörleri

Radyasyon ölçmek için geliştirilmiş sistemlere dozimetre adı verilir. Bu amaç için kullanılan film dozimetreler, termolüminesans dozimetreler, gazlı dedektörler ve sintilasyon dedektörler gibi değişik tipte sistemler vardır (Kahn 1993).

2.8.1. Film dozimetre

Bu tip dozimetrelerde plastik kılıf içine yerleştirilmiş fotoğraf emülsiyonlu bir film vardır. Film üzeri değişik absorpsiyon özelliği olan ve belirli kalınlıklarda alüminyum, kalay gibi maddelerle çevrelenmiştir.

X-ışınları, bu maddelerden geçerek film üzerine düşer ve film üzerinde kararmalar meydana gelir. Bu kararmaların derecesi çalışanın aldığı dozu belirtir. Bu tip dozimetreler radyasyonla çalışan insanların kontrolü amacıyla 1940'tan bu yana yaygın olarak kullanılmaktadır. Okuma işleminden sonra dozimetre içindeki film değiştirilir.

Ülkemizde dozimetrelerin dağıtımı ve okunması yalnızca Atom Enerji Kurumu'nun tekelindedir. Bu dozimetreler 20mili-rem değerinin altındaki dozları ölçemez. Isı ve nemden etkilendikleri için oda sıcaklığında ve nemsiz ortamda saklanırlar (Kahn 1993).

2.8.2. Termolüminesans dozimetre

Bazı maddelerin ısıtılmaları sonucu görülebilir ışık salması olayına termolüminesans adı verilir. Radyasyonla ortaya çıkan termolüminesans olayı 1960'lı yıllarda bulunmuştur.

Termolüminesans fosfor, radyasyon verildikten sonra yaklaşık 2000°C'ye kadar ısıtıldığında alınan dozla orantılı olarak görülebilir ışık salar. Salınan görülebilir ışık miktarı foto çoğaltıcı tüpleri ile ölçülür.

Termolüminesans madde olarak en sık lityum florid kullanılır. Bu maddenin atom numarası insan vücudunu oluşturan yumuşak dokuya çok yakın değerde olduğundan doku eşdeğer dozimetre olarak bilinir. Lityum florid, X-ışınlarına maruz kaldığında, absorbe ettiği enerjiyi ısı uygulanana kadar depo eder. Isı verilip doz ölçümü bittikten sonra tekrar kullanılabilir (Elerman *et al.* 2001).

2.8.3. Gazlı dedektörler

X-ışınlarının havadan yada gazlardan geçerken oluşturduğu iyonizasyonun ölçülmesine dayanır (Elerman *et al.* 2001).

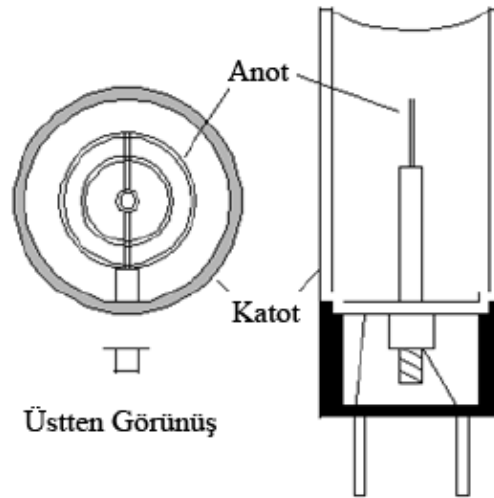
İyonizasyon odası: Gaz atomlarından serbest hale geçen elektronların elektrik sinyaline dönüştürülerek ölçülmesi yöntemidir. Serbest hale geçen elektronların, sistemin elektrotuyla teması sonucu bir elektrik sinyali oluşur.

Silindir şeklindeki havanın ortasında bulunan elektrotta ölçülen voltaj farkı yükseltilerek göstergeye aktarılır. Gazın hacmi ya da basıncı fazla ise atomların sayısı daha fazla olacağından ölçüm daha hassas olacaktır. Bu çalışma ilkesine dayalı çeşitli tipte sistemler mevcuttur. Kalem dozimetreler ile Geiger-Müller dedektörleri bunlardan bazılarıdır (Kahn 1993).

Kalem dozimetre: Küçük bir boşluğa hapsedilmiş havanın içine yerleştirilmiş biri hareketli iki elektrot vardır. X-ışınları etkisiyle hava iyonize olur. İyonizasyona bağlı elektrotlar arasındaki gerilim farkından dolayı elektrotlar yer değiştirir. Aldığı radyasyonla orantılı olarak yer değiştiren elektrot bir skala üzerinde hareket eder. Dozimetrenin bir ucunda bulunan led ile ışık vererek diğer taraftan bakıldığında elektrotun skala üzerindeki seviyesi görülür. Burada okunan değer, alınan toplam dozu vermektedir.

Kalem dozimetrenin içindeki havanın iyonizasyonu üst sınıra ulaştığında, dozimetre şarj aletiyle şarj edilerek sıfırlanabilir. Tanısal radyolojideki kullanımları pahalı olduğundan, günlük okuma gerektirdiğinden ve çok hassas yapıda olup kolay hasar görebileceğinden kullanımı sınırlıdır (Elerman *et al.* 2001).

Geiger-Müller dedektörü: Bu dedektörler daha çok nükleer tıp bölümlerinde radyoaktif sızıntının tespitinde kullanılır. Sızıntı varlığında sesli uyarı verebilmektedir. Bu dedektörler 1928 yılından bu yana kullanılmasına rağmen ucuz oluşu ve kolay kullanımı nedeniyle vazgeçilmez bir dedektördür. Geiger-Müller dedektörü puls esasına göre çalışan bir dedektördür. Elektrotlardan biri olan metal bir silindir içerisinde diğer tel elektrotun yerleştirilmesinden oluşturulmuştur.



Şekil 2.3. Geiger-Müller dedektörü

Geiger-Müller dedektöründe silindir katot olarak, tel ise anot olarak kullanılır. Tüm sistem bir cam tüp ile kapatılmıştır. Bu tüp 0,13 atm basıncında ve ağırlıkça %90 argon ve %10 etil alkol gibi herhangi bir organik gaz karışımıyla doludur.

Tüp içerisinde anot ile katot arasında uygulanan gerilim ile aralarında oluşan şiddetli bir elektrik alan içerisine giren X-ışınlarının tüp içindeki gaz karışımını iyonlaştırması sonucunda oluşan iyonların bu alan etkisiyle hareket ederek devreyi tamamlamasına ve neticede puls oluşumuna neden olacaktır. Oluşan her iyon yeni iyonlaştırmalara neden olacağından puls şiddetleri artarak sayılabilecek seviyeye gelecektir.

Tüp içerisindeki bu zincirleme reaksiyonu sonucunda oluşan pulsların genlikleri başlangıçta oluşan iyon sayısına bağlı olmaksızın hep aynıdır.

Sintilasyon dedektörü: Sodyum iyodür, sezyum iyodür gibi bazı maddelerin X-ışınlarına maruz kalması sonucunda bir ışın demeti meydana gelir. Bu tür maddelere sintilatör adı verilir. Bu ışık parıltısı elektrik pulsuna dönüştürülerek yükseltildiklerinde sayılabilmektedirler. Sintilasyon dedektörleri üç bölümden oluşur. Birinci bölümde; NaI başlığı üzerine düşen X-ışınları, kristal içerisinde serbest elektronlar meydana getirir. Bu elektronlar tekrar kristalin atom veya moleküllerine bağlanması ile görünür bölgede ışın salar.

Sintilatörden salınan bu ışınlar foto çoğaltıcı tüpünün fotokatodu üzerine düşer. Fotokatodun yüzeyine düşen ışınlar buradan elektron yayınlanmasına neden olur. İkinci bölümde; foto çoğaltıcıların bulunduğu bu bölgede voltaj artırımı söz konusudur. Bu değer 200-1600V arasındadır. Bunun sonucunda elektronların fotokatodtan foto çoğaltıcılar üzerinden ilerlerken sayılarının artmasına neden olur. Burada elde edilen pulsun yüksekliği, gelen X-ışınlarının enerjisi ile orantılıdır. Üçüncü bölümde; sintilatörün herhangi bir manyetik alandan etkilenmemesi için sistem bir manyetik perdeleyici ile çevrelenmiştir (Elerman *et al.* 2001).

2.9. Kristal Yapılar

Kristal, belirli bir yerleşim düzeni içerisinde bir araya gelen atomların, ortaya koydukları yerleşim düzeninin üç boyutta tekrarı ile oluşur. Kristal yapıda hemen dikkati çeken özellik simetridir. Bir kristali ele aldığımızda gerek dış görünüşünde, gerekse atomların iç yerleşiminde çok açık bir simetri özelliği vardır. Bu yüzden mesela, gazlarda kesinlikle kristal özellik bulunmaz. Çünkü bulunduğu dış kabın şekline göre şekil alan gazın içerisindeki atom ve moleküller gelişi güzel dağılım gösterirler. Benzer şekilde, sıvılar ve amorf yapılar da kristal özelliğe sahip olamazlar. Bu tür maddelerde atomlar birbirlerinden oldukça kısa uzaklıklarda bulunsalar bile boyutlarına göre büyük sayılabilecek bir uzunlukta periyodik tekrar göstermezler.

Kristallerde gözlenen simetrik özellik sonucu bu tür yapılar amorf yapılardan fiziksel olarak büyük farklılıklar gösterir. Mesela, bir amorf yapı hangi doğrultuda bir dış zorun etkisi altında kalırsa kalsın, aşağı yukarı aynı dirence sahiptir, buna karşılık kristal yapıların dış zorlara göre gösterecekleri direnç zorun kristale uygulandığı doğrultuya göre değişir. Belirli bir doğrultuya göre fiziksel özelliklerin farklılık göstermesi (anizotropi) kristallerin elektriksel dirençlerinde de, ısı iletimlerinde de, optik sabitlerinde de gözlenebilir. Doğrultuya bağımlılık veya yönlenme diyebileceğimiz bu önemli özellik kristalin ilk kez oluşumu sırasında ortaya çıkar ve kristal bu sırada bir dış fiziksel zora uğramıyorsa veya içerisinde bulunduğu kabın şeklini almaya zorlanmıyorsa, iç atomik yapısına bağımlı olacak şekilde bir dış görünümle oluşur. Bu dış şekil, kristalin pek çok özelliğinin belirlenmesinde bir tür kimliğini oluşturur (Durlu 1992).

Üç boyutlu bir kristalde bir örgü, $\vec{a}_1, \vec{a}_2, \vec{a}_3$ gibi üç temel öteleme vektörü ile tanımlanabilir. Buna göre, atomların dizilişi bir \vec{r} konumlu yerde nasıl ise,

$$\vec{r}^l = \vec{r} + n_1\vec{a}_1 + n_2\vec{a}_2 + n_3\vec{a}_3$$

olan \vec{r}^l konumlu bir yerde de aynı olur. Buradaki n_1 , n_2 ve n_3 her değeri alabilen üç tamsayıdır. Denklemde tanımlanan \vec{r}^l noktaları kümesine örgü denir. Kristali iki ayrı parçadan meydana gelmiş gibi düşünebiliriz, örgü ve baz. Tüm kristallerin yapısı bir örgü ile tanımlanabilir. Örgünün her düğüm noktasında bulunan atomlar grubuna baz denir. Bu bazın uzayda tekrarlanması ile kristal oluşur. Sembolik olarak:

$$\text{Kristal yapı} = \text{örgü} + \text{baz}$$

şeklinde ifade edilir. Herhangi iki \vec{r} ve \vec{r}^l noktalarından bakıldığında, atomların dizilişi aynı olacak şekilde $\{n_1, n_2, n_3\}$ tamsayı üçlüsü bulunabiliyorsa; \vec{a}_1 , \vec{a}_2 , \vec{a}_3 vektörlerine, ilkel öteleme vektörleri denir. Bu tanıma göre, kristalin yapıtaş olabilecek en küçük hücre bu ilkel öteleme vektörleriyle oluşturulur.

Öteleme, kristallerin önemli bir özelliğidir. Tüm öteleme seti uzayda bir örgü oluşturur ve bu uzaydaki bir örgü öteleme operasyonu,

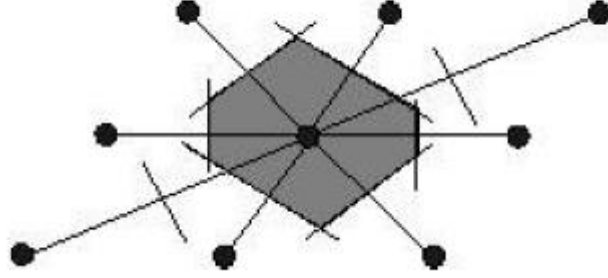
$$\vec{T} = n_1\vec{a}_1 + n_2\vec{a}_2 + n_3\vec{a}_3$$

ile gösterilen bir kristal öteleme vektörü ile tanımlanır. Örgü üzerindeki herhangi iki nokta bu tür vektörle ötelenebilir. \vec{a}_1 , \vec{a}_2 , \vec{a}_3 ilkel eksenleri ile tanımlanan paralelkenar prizmaya ilkel hücre adı verilir. İlkel hücre kristal öteleme işlemini tekrarlamak suretiyle tüm uzayı doldurur. İlkel hücre aynı zamanda en küçük hacimli hücredir. Eksenleri \vec{a}_1 , \vec{a}_2 , \vec{a}_3 olan bir paralelkenar prizmanın hacmi, vektör analizinden bilindiği üzere,

$$V = |\vec{a}_1 \cdot (\vec{a}_2 \times \vec{a}_3)|$$

şeklinde olur. İlkel hücre seçiminde başka bir hücre türü de Wigner-Seitz hücresidir. Bu hücre orijine göre simetriktir ve mümkün olan en küçük alanlı hücredir. Düzlemde böyle bir ilkel hücreyi kurmak için, merkez olarak bir örgü noktası seçilir ve bu noktadan öteki

en yakın diğer örgü noktalarına bir doğru çizilir. Bu doğruların orta dikmeleri olan doğrular çizilir. Böylece oluşan en küçük hacimli bölge Wigner-Seitz ilkel hücresi olur (Kittel 1986).



Şekil 2.4. Wigner-Seitz ilkel hücresi (Kittel 1986)

2.10. Kristal Yapı Analizi

Kristalden Bragg yasasına uygun bir şekilde kırınıma uğrayan X-ışınlarının kırınım verilerinin değerlendirilmesi ile kristalin içyapısı hakkında atomik düzeyde bilgiler (atomların konumları, atomlar arası bağ uzunlukları, bağ açıları, ısısız titreşim hareketleri) elde edilebilmektedir.

Kristalden kırınıma uğrayan X-ışınları demetinin şiddeti, atomların elektron sayısına ve atomların birim hücre içindeki konumlarına bağlıdır. Şiddet verilerini kullanarak, gerekli fiziksel ve geometrik düzeltmeler yapıldıktan sonra yapı faktörleri elde edilmektedir. Yapı faktörü birim hücre içerisindeki bütün atomlardan yansıyan ışınların genliklerinin bir elektrondan yansıyan ışının genliğine oranı olarak tanımlanır. Yansıma konumundaki bir hkl düzlem seti için yapı faktörü,

$$F_{hkl} = \sum_{j=1}^N f_j e^{2\pi i(hx_j + ky_j + lz_j)}$$

ile ifade edilir. Bu denklemde, f_j atomun saçılma faktörü, hkl miller indisleri, x_j , y_j ve z_j , j . Atomun koordinatları, N ise birim hücredeki toplam atom sayısı olarak tanımlanmıştır (Çelik 2010).

Yapı faktörü, f_j atomik saçılma faktörüne ve yansıma konumundaki atomların yansıma merkezine göre faz farkına bağlı olarak değişim gösterir. Faz farkı,

$$\phi_j = 2\pi (hx_j + ky_j + lz_j)$$

eşitliği ile verilir. Faz farkı yansıma konumundaki atomların konumlarıyla ve yansıma düzleminin indisleriyle belirlenmektedir.

Atomlar, elektron yoğunluğunun maksimum olduğu konumlarda bulunurlar. O halde, yapı çözümünün esas amacı, birim hücre içindeki elektron yoğunluğu dağılımını bulmaktır.

Bu eşitlikler elektronların atomların merkezlerinde bulunduğu düşünülerek geliştirilmiştir. Aslında yapı faktörünü bulmak için birim hücre içerisindeki elektron yoğunluğu dağılım fonksiyonu yazılarak hacim üzerinden toplam alınır (Karaoğlu 2010).

$$F_{hkl} = \int_V \rho(x, y, z) e^{2\pi i(hx + ky + lz)} dV$$

Denklemde $\rho(x,y,z)$, x,y,z noktasında elektronun bulunma olasılığıdır.

Kristaller birbirlerini tekrar eden periyodik bir yapıda oldukları için elektron yoğunluk fonksiyonu Fourier serileri türünden yazılabilir (Koç 2010). Elektron yoğunluğu,

$$\rho(x, y, z) = \sum_{h'} \sum_{k'} \sum_{l'} e_{hkl} e^{2\pi i(h'x+k'y+l'z)}$$

Fourier serisi şeklinde tanımlanabilir. Elektron yoğunluğu için bu eşitlik bir önceki denklemden yerine konularak bir periyot üzerinden integral alınırsa $h'=-h$, $k'=-k$, $l'=-l$ dışındaki bütün durumlarda integral sonucu sıfırdır. Bunun sonucu olarak elektron yoğunluğu fonksiyonu,

$$\rho(x, y, z) = \frac{1}{V} \sum_h \sum_k \sum_l F_{hkl} e^{2\pi i(hx+ky+lz)}$$

ile verilir. Eşitlikte x, y ve z , atomlara ait küresel koordinatlar; V ise birim hücre hacmidir.

Elde edilen yapı faktörlerinden, kristalin elektron yoğunluğu dağılım fonksiyonu elde edilmektedir. Eşitliklerden görüldüğü gibi yapı faktörü ile elektron yoğunluğunu birbirinin Fourier dönüşümleridir (Stout *et al.* 1989).

Kırınımına uğrayan X-ışınları şiddetleri, tek kristal difraktometrelerinde oldukça duyarlı bir şekilde elde edilmektedir. Dört aşamadan oluşan kristal yapı analizi, toplanan şiddet verilerinden faydalanılarak yapılmaktadır.

- I. Kristalden saçılan X-ışınları şiddet verilerinin toplanması ve birim hücre parametrelerinin belirlenmesi.
- II. Toplanan şiddet verilerine çeşitli geometrik ve fiziksel düzeltme faktörlerinin uygulanması.
- III. Çeşitli yöntemler kullanılarak kristal içindeki atomların yaklaşık konumlarının

belirlenmesi.

IV. Atomik parametrelerin en küçük kareler yöntemine göre arıtılması.

2.11. Kristalden Kırınımına Uğrayan X-Işını Şiddetlerinin Ölçülmesi

Son yıllarda kullanılan X-ışını kırınımı şiddet ölçeri olan difraktometreler, bilgisayar ile kontrol edilen son derece duyarlı aletlerdir. Tüm difraktometrelerde temel ilke olarak gelen ve yansıyan X-ışınları yatay düzlemedir. X-ışını kırınım kaynağı sabit ve bir doğrultuda ışın verir. Sayaç ise sadece yatay düzlemde, bu düzleme dik bir θ ekseninde etrafında dönebilir. Böylece bir (hkl) düzlemi Bragg yansıma konumuna gelirse X-ışını kırınımına uğrar. Bu şart sağlanır ve sayaç 2θ konumuna hareket ederse, kırınımına uğrayan X-ışını şiddeti ölçülebilir.

Kapa geometrisinde, doğrultuları difraktometre merkezinde kesişen üç dönme ekseninde vardır. Tek kristalin yerleştirildiği gonyometre başlığı, kapa bloğu ile desteklenen ϕ ekseninde üzerindedir. Kapa bloğu, omega bloğunun taşıdığı kapa ekseninde etrafında döndürülebilmektedir. Omega ekseninde ile kapa ekseninde arasındaki α açısı yaklaşık 50° 'dir. Kapa ve ϕ eksenleri arasındaki açı da yaklaşık 50° 'dir.

Bundan dolayı, gonyometre 0° den başlayarak 100° 'lik bölge içerisindeki tüm yönlerde hareket edebilmektedir.

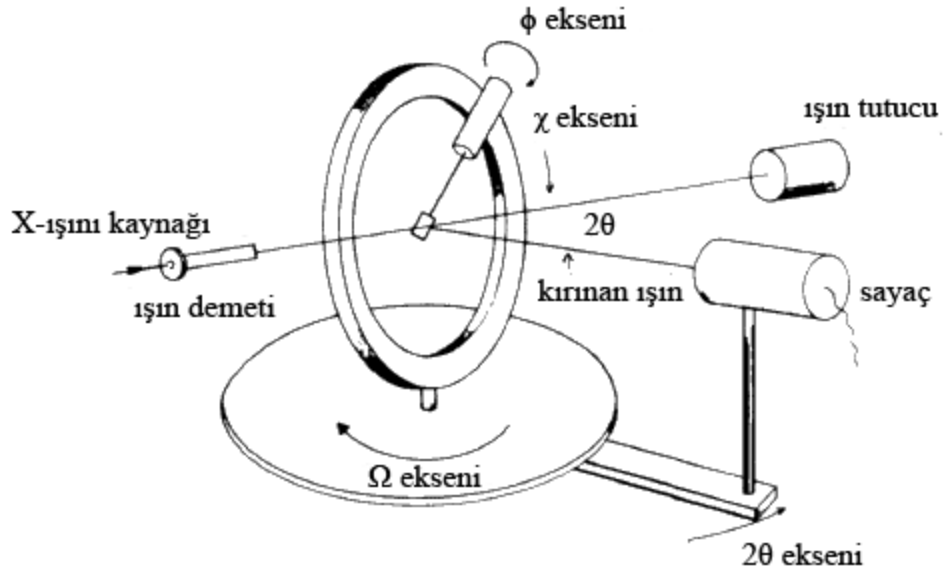
Gonyometre başlığının merkezinden X-ışını kaynağına doğru yönelmiş olan vektör x ekseninde olarak tanımlanmıştır. Z ekseninde, ω ekseninde boyunca yukarı doğru yönelmiştir. Y ekseninde ise sağ el kuralına uyan eksenler takımını tanımlar. Difraktometre, gonyometre başlığına ek olarak sayacın yatay düzlemde hareket etmesini sağlayan 2θ ekseninde de içermekte olup, 2θ ekseninde ω ekseninde ile çakışmaktadır.

Bir tek kristal X-ışını difraktometresi dört temel parçadan oluşmaktadır. Bunlar, gonyometre, monokromatör, X-ışını kaynağı ve dedektördür. Gonyometre kristalin değişik açılarda dönebilmesi için difraktometrelerde bulunan bir sistemdir.

X-ışını kırınım deneyi mümkün olduğu kadar tek dalga boylu ışınlar ile yapılmalıdır. Belirli bir voltajın üzerinde çalıştırılan X-ışınları tüpü, tek dalga boylu ışınlar içermez. Bu istenmeyen bir durumdur. Bir kırınım deneyinde kullanılacak en saf ışımaya, kendisi kırınımına uğramış ışımadır. Çünkü tamamen tek dalga boyludur. Eğer bir monokristal, bir X-ışını tüpünün verdiği genel ışımayı tek dalga boylu hale getirecek şekilde yansıtır ve bu yansıyan demet difraktometrede kristal üzerine gönderilirse tek dalga boylu X-ışınları kullanılmış olur. Bu düzeneğin bulunduğu bölüm monokromatördür. Monokromatörden çıkan X-ışınları kolimatör olarak tanımlanan toplayıcılar aracılığı ile belirli çaplarda inceltilerek toplanır. Kolimatörün görevi monokromatörden çıkan X-ışınlarını paralel bir demet haline getirmektir. Kristalin fiziksel yapısına uygun olarak kolimatör seçimi yapılır. Gelen X-ışını demetinin noktasal olarak kristalin her yüzeyine eşit olarak düşmesi gerekmektedir. Bu nedenle örnek kristalin boyutları ile orantılı kolimatör kullanılır.

X-ışını tüpü havası boşaltılmış ve bir ucundaki anodu, diğer ucundaki katotdan izole eden cam ampul şeklindedir. Soğutma işlemi kapalı devre su sistemi ile yapılmaktadır.

Uygun Bragg koşulunu sağlayan X-ışınlarının şiddetleri dedektör yardımıyla ölçülür. Bragg koşulunu sağlamak için dönen kristal dönen sayaç yöntemi kullanılır. Ayrıca bu yöntem kristalin tüm yüzeylerinden yansıyan ışınların şiddetlerini elde etmek için de kullanılır. Böylece kristalin tüm yüzeyleri taranmış olur. Dedektörün kristalden uzaklığı önemlidir. Bilindiği gibi yansıyan X-ışınları hava içerisinden geçerek dedektöre ulaşmaktadır. Bu süreçte X-ışınları hava tarafından soğurulur. Bu da ölçülen X-ışını şiddetlerini etkiler. Bu durumu önlemek için dedektör, kristalin hareketini engellemeyecek minimum uzaklıkta seçilmelidir.



Şekil 2.5. Difraktometrenin dönme eksenleri (Clark and Dutrow 2007)

2.12. Şiddet Ölçme Yöntemleri

Tek kristal difraktometresinde üç farklı şiddet ölçme yöntemi kullanılır. Bu yöntemler aşağıda belirtildiği gibidir.

I. Duran kristal duran sayaç yöntemi: (hkl) yansıma konumu ayarlanarak yansıyan X-ışını şiddeti 2θ konumundaki sayaç ile belirli bir süre sayılır. Böylece ilk yansımalarından birim hücre parametreleri elde edilir.

II. Dönen kristal duran sayaç yöntemi (ω taraması): Kristal difraktometrenin ω ekseninde etrafında yansıma konumundan geçerken yansıyan demetler, 2θ konumundaki sabit sayaçlarla sayılır.

III. Dönen kristal dönen sayaç yöntemi (ω - 2θ taraması): Kristal ω eksenini etrafında belirli miktarda dönerek yansıma konumundan geçerken kristalin bu hareketini 2:1 oranında dönen sayaç 2θ konumundaki yansımaları sayar.

2.13. Birim Hücre Parametrelerinin ve Yönelim Matrisinin Belirlenmesi

Yansıma konumundaki düzlemlerin (hkl) Miller indislerinden ve yönelim matrisi elemanlarından, kristalin konumunu difraktometreye tam olarak tanımlayan $\theta - \varphi - \omega - \kappa$ açıları belirlenebilmektedir. a, b, c, α , β , γ örgü parametrelerinin belirlenmesi için yeterli sayıda yansımanın açılarının duyarlı olarak ölçülmesi gerekir. Ganyometredeki kristalin yönelimini gösteren yönelim matrisinin 9 elemanının bulunması için aşağıdaki yol izlenir.

- i. θ , φ ve κ ' nin değişik değerleri için yeterli sayıda şiddetli yansıma ölçülür.
- ii. Bulunan yansımalar merkezlendirilir.
- iii. Bu yansımaların miller indisleri belirlenerek, birim hücre parametreleri bulunur.
- iv. Yönelim matrisi belirlendikten sonra, (hkl) indisleri verilerek, başka yansımalar elde edilir.

Tüm bu yansımalar kullanılarak yönelim matrisi yeniden belirlenir.

2.14. Bragg Yansıma Şiddet Verilerine Uygulanan Düzeltme Faktörleri

Kristalde kırınımına uğrayan X-ışınlarının şiddetini etkileyen fiziksel ve geometrik faktörler vardır. Kristalin herhangi bir (hkl) indisli düzleminden kırınımına uğrayan X-ışınlarının şiddeti,

$$I(hkl) = K.L.P.T.A |F_{(hkl)}|^2$$

ile verilir. Eşitlikte:

K: Ölçülen ve hesaplanan yapı faktörleri arasındaki orantı katsayısı

L: Lorentz faktörü

P: Kutuplanma faktörü

T: Debye – Waller Sıcaklık faktörü

A: Soğurma katsayısı

$|F_{(hkl)}|$: *Yapı faktörünün genliği*

olarak verilir.

Şiddeti etkileyen bu faktörlerden her biri için şiddet üzerinde uygun düzeltmelerin yapılması gerekir. Denklemden görüldüğü gibi, ölçülen şiddet verilerinin kristal yapı analizinde kullanılabilmesi için, ölçülen şiddet verilerine düzeltmeler yapılması gerekir. Bu düzeltmeler, geometrik ve fiziksel düzeltme faktörleri olarak iki gruba ayrılır.

2.15. Geometrik Düzeltme Faktörleri

Lorentz faktörü düzeltmesi: Kırınım deneyleri sırasında kristal bir eksen etrafında dönerken, düzlemler yansıma konumuna gelir ve düzlemlerden saçılan X-ışınlarının şiddetleri ölçülür. Her bir düzlemin yansıma konumunda kalma süresi, yansıma açısına bağlı olarak değişmektedir.

Her düzlemin yansıma konumunda farklı sürelerde kalması, X-ışını kırınım şiddetlerinin gerçek değerlerinden farklı şekilde ölçülmesine neden olmaktadır. Bu durumda, ölçülen X-ışını kırınım şiddetlerine ölçüm tekniğine bağlı olarak Lorentz düzeltmesi uygulanır. Difraktometre tekniği ile yapılan X-ışını kırınım deneylerinde Lorentz faktörü,

$$\frac{1}{L} = \sin 2\theta_{hkl}$$

denklemiyle ifade edilir (Azarof 1968).

Kutuplanma faktörü düzeltmesi: Kristalden yansıyan X-ışınları 2θ saçılma açısına bağlı olarak kutuplanmıştır. Bu kutuplanma, şiddette bir azalmaya neden olur. J. J. Thomson'a göre bir elektrondan saçılan X-ışını şiddetinin elektrondan r uzaklığındaki bir noktadaki değeri,

$$I = I_0 \frac{e^4}{r^2 m^2 c^4} \left(\frac{1 + \cos^2 2\theta}{2} \right)$$

eşitliğinden bulunur. Eşitlikte şiddet, saçılma açısına bağlı olarak değişmektedir. Denklemden:

I_0 : Gelen X – ışını şiddeti

I : Kristalden yansıyan X – ışını şiddeti

e : Elektron yükü

m : Elektron kütlesi

olarak ifade edilmiştir.

$$P = \left(\frac{1 + \cos^2 2\theta}{2} \right)$$

kutuplanma faktörüdür.

Kutuplanma faktörü, sadece θ saçılma açısına bağlı olup, şiddet ölçüm tekniğinden bağımsızdır. Şiddet üzerinde Lorentz ve kutuplanma faktörü düzeltmeleri, hesaplama tekniklerinde $(LP)^{-1}$ düzeltmesi adı altında birlikte uygulanır.

2.16. Fiziksel Düzeltme Faktörleri

Soğurma faktörü düzeltmesi: I_0 şiddetindeki bir X-ışını demeti, x kalınlığındaki bir kristali geçtiğinde şiddetinde bir azalma olur. Şiddetin azalmasının nedeni, kristale gelen X-ışınlarının, kristal içindeki atomlarla etkileşerek enerjilerinin bir kısmını kaybetmeleri ve sonuçta kristal tarafından soğrulmalarıdır. Soğurma durumunda elektromanyetik enerji termal enerjiye dönüşür. Kristalden geçen X-ışınları şiddeti, X-ışının kristali geçtikten sonraki şiddeti $I = I_0 e^{-\mu x}$ şeklinde ifade edilir.

Çizgisel soğurma katsayısı, tek kristalin en uygun kalınlığı ve soğurma düzeltmesinin uygulanıp uygulanmayacağı hakkında bilgi verir. Çizgisel soğurma katsayısı, kristalin yoğunluğundan ve kristaldeki molekülleri oluşturan atomların kütle soğurma katsayılarından hesaplanır. Çizgisel soğurma katsayısının hesaplanmasında X-ışınlarının dalga boyu da önemlidir. Kristalin çizgisel soğurma katsayısı,

$$\mu = \rho_k \sum_i P_i(\mu/\rho)_i$$

ile verilir. Burada:

ρ_k : Kristalin yoğunluğu

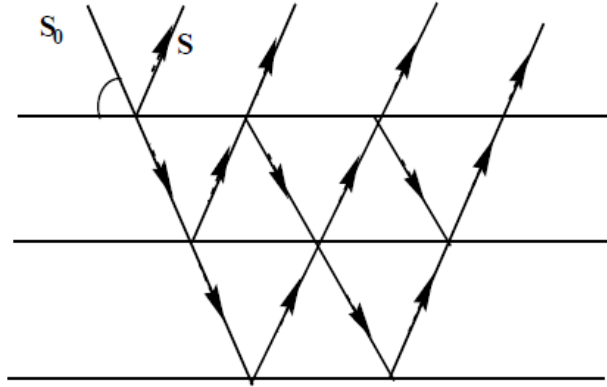
P : Her bir atomun kristaldeki ağırlık yüzdesi

$(\mu/\rho)_k$: Kristaldeki atomların kütle soğurma katsayısı

olarak ifade edilmiştir.

X-ışınının kristal içinde aldığı yol, yansıdığı düzleme göre farklı olduğu için, her düzlemden saçılan X-ışını farklı miktarda soğurulur. Bu nedenle, ölçülen şiddetlere soğurma düzeltmesi uygulanır.

Sönüm faktörü düzeltmesi: Çok düzgün ve pürüzsüz yüzeylere sahip bir kristalin yapısının çözümlenmesinde sönüm faktörü de göz önüne alınmalıdır. Çünkü bu tip kristallerde X-ışını demeti kristalin birbirine paralel birkaç düzleminden yansımaya uğrayabilir. İç düzlemlerde yansıyan X-ışınları ile birinci düzlemden yansıyan X-ışınlarının şiddetinde bir değişime neden olur. Ayrıca daha iç düzlemlerden gelen X-ışınlarının şiddeti yapıdaki atomların X-ışınlarını soğurmalarından dolayı da değişmektedir. Bunun sonucunda ölçülen şiddetlerin yanında ihmal edilecek kadar küçük olduğundan dolayı sadece çok duyarlılık gerektiren araştırmalarda göz önüne alınmaktadır. Kristal yapıda sönüm etkisini azaltabilmek için, kristaldeki bu mükemmel yapı, ısısız şok gibi yöntemlerle ortadan kaldırılmaya çalışılmaktadır.



Şekil 2.6. Birbirine paralel kristal düzlemlerinden yansımalar

Sıcaklık faktörü düzeltmesi: Sıcaklığa bağlı olarak ısısız titreşim hareketi yapan, kristal yapıdaki her bir atomun genel olarak, üç boyutlu bir elipsoit içinde anizotropik ısısız

titreşim hareketi yaptığı kabul edilir. Aynı zamanda atomların yaptıkları bağ türü ve sayısına bağlı olarak ısısal titreşim hareketleri, atomların konumlarını değiştirdikleri için, düzlemlerden saçılan X-ışını şiddetlerini etkiler. Debye-Waller, tek bir atom içeren kübik bir kristal için T sıcaklığındaki atomik saçılma faktörünü izotropik olarak,

$$f = f_0 e^{-B \frac{\sin^2 \theta}{\lambda^2}}$$

şeklinde bulmuştur.

Ayrıca deneysel olarak ölçülen bağıl şiddetlerle, hesaplanan mutlak şiddetlerin aynı skalaya getirilmesi gereklidir. Ölçülen ve hesaplanan yapı faktörleri birbirleri ile orantılıdır. Skala faktörünü K ile gösterirsek, hesaplanan yapı faktörü ile ölçülen yapı faktörü arasında,

$$|F_0|^2 = K |F_c|^2$$

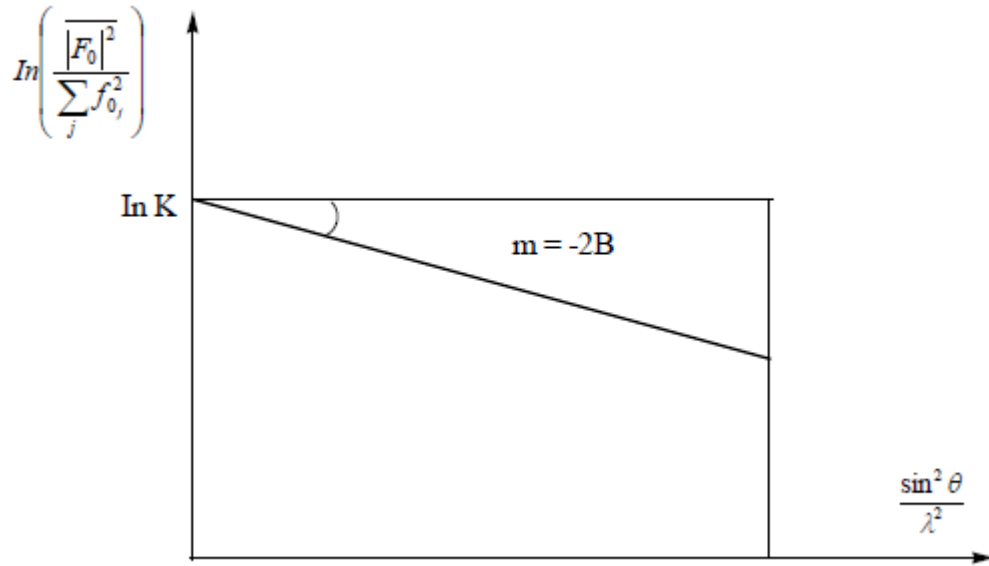
bağıntısı vardır. Burada F_0 ve F_c sırasıyla ölçülen ve hesaplanan yapı faktörleridir. K 'nin değeri,

$$K = \frac{|F_0|^2}{\sum_j f_{0j}^2 e^{-2B \frac{\sin^2 \theta}{\lambda^2}}}$$

olup,

$$\ln \left(\frac{|F_0|^2}{\sum_j f_{0j}^2} \right) = \ln K - 2B \frac{\sin^2 \theta}{\lambda^2}$$

şeklinde yazılabilir. Bu denklemin sağ tarafı $\frac{\sin^2 \theta}{\lambda^2}$ ye göre ifade edilirse, Şekil 2.6'daki gibi bir doğru elde edilir. Bu doğrunun eğiminden sıcaklık faktörü B, doğrunun y eksenini kestiği noktadan ise, K skala faktörü bulunarak sıcaklık düzeltmeleri yapılır.



Şekil 2.7. K skala faktörünün bulunması

3. MATERYAL ve METOD

3.1. Javascript Dili ve Gemiři

Javascript, Netscape Navigator 2.0 ile birlikte Brendan Eich tarafından geliřtirilen ve önceleri Mocha daha sonra LiveScript olarak adlandırılan ve en sonunda řu anki adını alan Javascript dili bařlangıta sadece istemci taraflı (client-side) yorumlanan bir betik dilidir.

Aralık 1995 tarihinde, C dilinin tarayıcılara uyarlanmış hâli diyebileceğimiz Javascript piyasaya sürüldü. Web sayfalarında dinamik içerik sağlamak ya da kullanıcıyla iletişim kurmak için kullanılmaktadır. Ad benzerliğine karşın Java ile ilişkili değildir. Yaygın yanlışlardan biri Javascript'in basitleřtirilmiş Java olarak tanımlanmasıdır. Bařlangıta yalnız Netscape tarayıcıları üstünde çalışan Javascript artık tüm yaygın ađ tarayıcıları tarafından desteklenmektedir. Microsoft, Javascript'e benzer bir dil olan JScript'i geliřtirdi. Internet Explorer her iki dili de desteklerken standart olmayan JScript eklentileri diđer tarayıcılar üstünde çalışmamaktadır.

Javascript, Netscape firması tarafından C dilinden esinlenilerek yazılmıştır. Yazılma amacı HTML'in sahip olmadığı bazı özelliklerin web sayfalarında kullanılmak istenmesidir.

Ziyaretçi ile etkileřim gibi önemli unsurlarda HTML'in eksiklerini tamamlayıcı unsurlara ihtiyaç duyulması sonucunda Netscape firması bu konuya ađırlık vererek Javascript script dilini internet ortamına kazandırmıştır.

Netscape ve Internet Explorer tarayıcılarının Javascript kodundaki anlayışları farklıdır. Nedeni ise, Netscape Javascript dilini hazırladığında Microsoft'un bu dilin özelliklerini veya yazılım tarzını tam anlamıyla Internet Explorer'a eklemeyip kendi yazım kurallarını

belirlemesidir. Bu yüzden Javascript kodu yazarken bu iki tarayıcı özelliklerini de göz önünde bulundurmalıyız. Javascript kodlarının genel özellikleri şu şekilde sıralanabilir:

I. Javascript kodlarını yazmak için Windows kullanıcıları için NotePad, Mac. kullanıcıları için Simple Text yeterlidir.

II. Javascript kodları `<script>` etiketi ile başlar, `</script>` etiketi ile biter.

III. `<script>` etiketi, Javascript'i anlamayan eski sürüm tarayıcıların bu kısmı geçmeleri içindir (Özbalcı 2003).

3.2. Javascript'leri Çalıştırmak

Javascript'i destekleyen ilk tarayıcı Netscape Navigator 2.0 idi. Günümüzde ise bütün tarayıcılar Javascript'i desteklemektedir. Örneğin yakında çıkacak olan Microsoft Internet Explorer 11.0, Javascript desteğiyle piyasaya sürülecektir. Yani Javascript gelecekte ve günümüzde en yaygın arayüz dilidir. Herhangi bir ek uygulama sunucusu yüklemeye ihtiyaç duymadan yalnızca bilgisayarda yüklü olan tarayıcı ile çalışabilmektedir.

3.3. Javascript Kodlarının Sayfa Yerleşimi

Javascript ile uygulama yazabilmek için herhangi bir metin editörü kullanmak yeterlidir. Örneğin; Microsoft Windows üzerinde yüklü olan Not Defteri uygulaması ile Javascript uygulamaları yazabiliriz. Basit bir örnek kod parçacığı aşağıda verilmiştir:

Javascript kodları HTML kodların arasında yer alır; veya uzantısı js olan dosyalarda saklanarak yine HTML içerisinden çağırılır. Java appletleri gibi HTML'den ayrı bir unsur değildir. Javascript, HTML'in bir parçasıdır. Kullanılacak yere göre HTML'in içerisinde

kullanılır. Fakat genelde <head> </head> etiketleri arasında kullanılır. Javascript kodları bittiğinde elinizde asla kendi başına çalışan uzantısı exe veya com olan bir dosya olmaz. Her zaman için tarayıcı tarafından yorumlanması gerekir. Yorumlanması demek Javascript kodunun çalışması anlamındadır.

Nesne ve buna uygulanan olaylar ile ilgili bir takım görevleri vardır. Javascript kullandığı her unsuru nesne olarak algılar. Siz bu nesnelere tıklamak, üzerine gelmek, üzerinde çıkmak gibi olaylar ile çalıştırırsınız ki bu da Javascript'in ziyaretçi ile etkileşmesi demektir (Özbalcı 2003).

```
<script>
```

```
    document.write("İşte Javascript!");
```

```
</script>
```

Yazdığımız bu kod parçacığını kaydederken uzantı olarak “.HTML” yazmamız çalışması için yeterli olacaktır. (Örneğin; dosya.html). Uygulamamız çalıştırıldığı anda ekrana “İşte Javascript!” yazdıracaktır.

Javascript kodlarının sayfanın hangi kısmına yazıldığı önemli değildir. Ancak uygulamanın çalışmasının sıhhatli olması için sayfanın ilk kısmında yer alan HEAD taglarının arasına yazılması daha uygun olacaktır.

3.4. Javascript Değişkenleri ve Döngüleri

Javascript dili de değişkenler, döngüler ve fonksiyonlar gibi temel uygulama yöntemlerini kullanarak çalışır. Döngüler ve fonksiyonlar değişkenleri barındırmaktadır. Değişkenleri

temel olarak sayı, yazı ve diziler olarak ele alabiliriz. Javascript dili bütün değişkenleri aynı şekilde tanımlamayı mümkün kılmaktadır. Değişkenlerin tamamı **var** ile tanımlanır. Örneğin:

Sayı tanımlaması için, `var i = 1;`

Yazı tanımlaması için, `var s = "script";`

Dizi tanımlaması için, `var d = new Array(1, "a");`

Örneklere görüldüğü üzere değişken tanımlamalarının tamamı **var** ile başlanır, sonraki değer değişkenin adını belirtmektedir. Değişken adları Latince karakterlerden oluşmalıdır, sayı ile başlayamaz ve boşluk içeremez.

Javascript dilinde değişken kullanımı çok esnek bir yapıya sahiptir. Değişken tanımlamalarında **var** ile başlamak zorunlu değildir. Bu şekilde oluşturulan değişkenlere global değişkenler adı verilmektedir. Global değişkenler, oluşturulduktan sonra uygulamanın herhangi bir yerinde kullanılabilirler. Normal, yani var ile tanımlanan, değişkenlerin kullanımları ise oluşturuldukları alanlarda sınırlıdır. Örneğin, bir değişken fonksiyon içerisinde **var** ile tanımlanırsa fonksiyon dışında kullanılamaz.

Döngüler, belirli sayıda veya belli bir koşul gerçekleşinceye kadar kendilerine verilen komut dizisini uygulayan yapılara verilen genel bir addır. Javascript ile bir döngü hazırlamak için **for** kullanılabilir. Döngülere örnek verecek olursak;

Belirli bir değere (10) ulaşıncaya kadar devam eden döngü için:

```
for (var i=0; i<10; i++)
```

```
{ var a=i; }
```

kod parçası kullanılabilir.

3.5. Matematiksel Hesap Yöntemleri

Javascript ile matematiksel hesaplamalar yapmak mümkündür. Bu hesaplamalar logaritmik gibi bilimsel yöntemler veya basit dört işlem hesaplamaları olabilir. Matematiksel hesaplamalara katılacak değişkenlerin sayı biçiminde tanımlanmış olmaları şarttır. Yazı biçiminde tanımlanan değişkenler bazı fonksiyonlar kullanılarak sayısal hale dönüştürülebilmektedir.

Javascript dilinde yazılmış matematiksel dört işlem örnekleri şu şekilde verilebilir:

```
var toplam= 1 + 1;
```

```
var fark= 4 - 2;
```

```
var carpim= 4 * 1;
```

```
var oran= 4 / 2;
```

Tam sayı ile yapılan işlemlerde bütün sonuçlar doğru olmasına rağmen; rasyonel sayılarla yapılan işlemlerde yanlış sonuçlar alınabilir. Bu nedenle rasyonel ifadeler işleme alınmadan önce 10 veya katı ile çarpılarak tam sayı haline getirilmeli; işlem bittikten sonra sonuç yine 10 veya katına bölünmelidir.

Bilimsel hesaplamaları yapabilmek için Javascript dilinde Math nesnesi kullanılır. Bu nesneyi oluşturduktan sonra nesnenin barındığı fonksiyonlar ile hesaplamalar yapılabilmektedir. Math nesnesinin içerdiği matematiksel fonksiyonların bazıları şu şekilde verilebilir:

`Math.abs(x)`: x sayısının gerçek değerini verir.

`Math.acos(x)`: x sayısının ark kosinüs değerini verir.

`Math.asin(x)`: x sayısının ark sinüs değerini verir.

`Math.ceil(x)`: rasyonel x sayısı en yakın üst tam sayıya yuvarlanır.

`Math.floor(x)`: rasyonel x sayısı en yakın alt tam sayıya yuvarlanır.

`Math.sqrt(x)`: x sayısının karekökünü verir.

`Math.random()`: 0 ile 1 arasında rastgele rasyonel bir sayı verir.

3.6. Karşılaştırma Operatörleri

Değişkenlerin birbirleri ile karşılaştırılmak istendiğinde kullanılan operatörlerdir. Bu operatörler ise;

`==` operatörü iki değişkenin birbirine eşitliğini kontrol eder.

`!=` operatörü iki değişkenin birbirine eşit olmadığı durumlarda kullanılır.

`<` operatörü bilindiği üzere küçüktür operatörüdür. Soldaki değişkenin sağdakinde küçüklüğünü kontrol eder.

`<=` soldaki değişkenin sağdaki değişkene küçük eşitliğini kontrol eder.

`>` soldaki değişkenin sağdaki değişkene göre büyük olup olmadığını kontrol eder.

`>=` soldaki değişkenin sağdaki değişkene büyük eşitliğini kontrol eder.

3.7. Mantıksal Operatörler

İki değişkene bağlı karşılaştırmaların yapılmak istendiği durumlarda kullanılır. Operatörler `&&` , `||` , `!` operatörleridir. `&&` And operatörü iki değişkenin de değeri doğru olması istendiğinde kullanılır. `||` Or operatörü iki değişkenden en az birinin doğru olması

durumu istediğinde kullanılır. ! Not operatörü değişkenin değeri doğru ise yanlış, yanlış ise doğru olması istendiği durumlarda kullanılır.

3.8. Özel Karşılaştırma Operatörü

Bu operatör iki değişken arasında karşılaştırma yapmanın en sade ve kısa yoludur. Operatörün kullanım biçimi: değişken_1 [karşılaştırma operatörü] değişken_2 ?
değişken_3 : değişken_4

Değişkenleri var ile tanımladığımızı farz edelim. Buna göre ;

$a < b ? c : d$

Yukarıdaki satırda yapılması istenen işlem; a değişkeninin b değişkeninden küçük olup olmadığı karşılaştırılıyor. Buna göre cevap doğruysa işlemin sonucu c değişkeninin değeri değilse d değişkeni olur. Bu operatör kullanımı için Javascript kodu yazacak olursak:

```
<script>
```

```
var i=1; var j=2;
```

```
var k=3; var m=4;
```

```
var n=5;
```

```
var p=6;
```

```
var q=7;
```

```
i+=j;
```

```
j++;
```

```

k--;
m=m+k;
n=*j;
i < j ? 3 : 1 ;
k >= n ? 0 : 1 ;
k=2 && j=5 ? p : q ;
i=2 || j=3 ? m : n ;
p!=2 ? k : 10 ;
</script>

```

İlk yedi satırda değişkenlerimizi hem tanımladık hem de değer atadık. Böyle bir yazımı yapabileceğimizi değişkenleri anlatmaya başlarken söylemiştik. İşlem satırlarına geçtiğimizde ise;

```
i+=j;
```

Bu işlem daha da önce gördüğümüz gibi bize $i=i+j$ işlemini yapmamızı söyler. Buna göre i değişkeninin değeri 3 olacaktır. Hemen altındaki satırda bulunan $j++$ işlemi dolayısıyla da j değişkeni 3 değerini alacaktır. Diğer işlem satırında $k--$ işlemi ile de k değişkeni 2 değerini alır. Bir diğer satırdaki $m=m+k$ işlemi ile $m(m=4)$ değişkeni $k(k=2)$ değişkeni toplanarak 6 değerini alır. $n=*j$ işlemi ile de $n(n=5)$ değişkeni $3*5=15$ değerini alacaktır.

Şimdi diğer karşılaştırma işlemlerine geçmeden önce değişkenlerimizin işlem sonrası aldığı değerlere bakacak olursak:

```
i=3 , j=3 , k=2 , m=6 , n=15 , p=6 , q=7 ; i < j ? 3 : 1 ;
```

Bu satırın $3 < 3$ işleminin cevabı doğru ise 3 değilse 1 değeri alacağını görebiliyoruz. Tabi ki üç üçten küçük olmadığı için cevabımız 1 olacaktır.

$$k \geq n ? 0 : 1 ;$$

Bu satırda ise $2 \geq 15$ işlemi gerçekleşir ki bunun cevabı da yanlıştır ve ikinci değer işlem satırının cevabıdır yani 1'dir. Mantıksal operatörlerle karşılaştırmalar da yapabiliriz. Buna göre; $k=2 \ \&\& \ j=5 ? p : q ;$ işlemi bize K değişkeni ve j değişkeninin kesin olarak bir değere eşit olup olmadığını karşılaştırmamızı anlatmaktadır. Bu iki değer de doğruysa çünkü $\&\&$ (and) mantıksal operatörünün anlamı bu işlem doğrudur değilse yanlıştır. Buna göre $k=2$ 'dir. Fakat buna karşılık j'nin değeri 5 değildir. Bu yüzden karşılaştırmanın cevabı yanlıştır. Dolayısıyla işlem q yani 7 değerini alır.

$$p \neq 2 ? k : 10 ;$$

İşlemden istenilen p değişkeninin değerinin ikiden farklı olması durumdur. Yani $6 \neq 2$ bunun anlamı doğrudur. Matematiksel olarak da $6 \neq 2$ değildir ve cevap doğrudur. Böylelikle işlem k yani 2 değerini alır. Yapılan bu işlemlerde sadece Javascript'te bir şeyler hesap etmesi ve karşılaştırması kodlanmıştır. Tarayıcı da bu işlemleri yapar ve hafızasında tutar. Daha sonra öğreneceğimiz komutlarla bunları istersek tarayıcıya yazdırabiliriz. Başka bir yerde kullanılmasını programlayabiliriz (Özbalcı 2003).

3.9. Internet Explorer ve Netscape Farkı

Giriş kısmında belirttiğimiz gibi Javascript kodlarında MSIE (Microsoft Internet Explorer) ve NN (Netscape Navigator) yönünden farklılık vardır. Bu tarayıcının HTML dokümanı nasıl modellediğine bağlıdır. Tarayıcının nesne doküman modeli, bir HTML sayfasındaki çeşitli elemanların tarayıcı tarafından nasıl algılanıp yorumlandığı ile ilgilidir. Javascript gerçekte W3C (Web tekniklerinin standartlarını belirleyen kurum

www.w3c.org) konsorsiyumu tarafından belirlenen kodlardan oluşmamıştır. Tarayıcı üreten firmalar bu konuları kendilerince yorumlayıp tarayıcılarına yerleştirmişlerdir. Yani kendi nesne doküman modellerini oluşturmuşlardır.

3.10. Fonksiyonlar ile Zamanlanmış Olaylar

Javascript kodları ilk okunduğu anda çalışmaktadır. Ancak bu her zaman için istenen bir durum değildir. Bazen Javascript kodlarının önceden belirlenmiş bir olayın ardından çalışmasını isteyebiliriz. Örneğin, uygulamayı kullanıcının bir tıklamasından sonra çalıştırmak istediğimizde bir fonksiyon oluşturabilir ve kullanabiliriz.

Basit bir fonksiyon örneğini şu şekilde yazabiliriz:

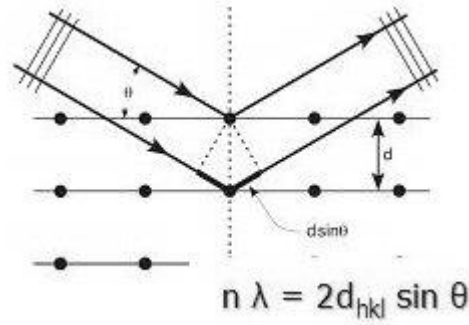
```
function ornek ()  
{ alert("uygulama örneği"); }
```

Yazdığımız örnek daha sonra çalıştırıldığında ekrana bir uyarı verecektir.

4. ARAŞTIRMA BULGULARI ve TARTIŞMA

Toz kırınım metodu ile kantitatif analizi yapılan malzemenin kristal yapıda olması zorunludur. Malzemenin kristal yapısı ve birim hücre parametrelerinin bulunabilmesi için ise tek fazlı olması gerekir. Çoğunlukla ağır elementlerden oluşan, katı anorganik malzemelerin araştırılmasında uygun bir yöntemdir.

Aşağıdaki şekilde XRD tekniğinin temel prensibi anlatılmaktadır:



Şekil 4.1. XRD tekniğinin temel prensibi

XRD yöntemi, süper iletkenler, seramikler, metaller, alaşımlar, katı çözeltiler, heterojen katı karışımlar, korozif maddeler, çelik, kaplama malzemeleri, maden analizleri, toprak analizleri, safsızlık dope edilmiş yarı iletkenler, böbrek ve mesane taşları, kısmen 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 birçok konuda yaygın kullanım alanına sahiptir. Yaygın olmamakla birlikte bazı katı organik bileşiklerin, katı organik polimerlerin, plastiklerin, organik boyar maddelerin vb. analizlerinde de kullanılmaktadır.

4.1. XRD Patentleri

XRD patentleri genel olarak, 1,541838Å dalga boyuna sahip X-ışınlarının 25 derece sıcaklığında 5 ila 90 derecelik bir açı aralığı ölçümlerinin; birim yoğunluğun üzerine çıkmış sayımlarını almaktadır. Bunun nedeni her bir patentin kaynağını oluşturan deney sonuçları 5000 satır veriye kadar içerik barındırabilmektedir.

Patent dosyası örneği verecek olursak:

silver

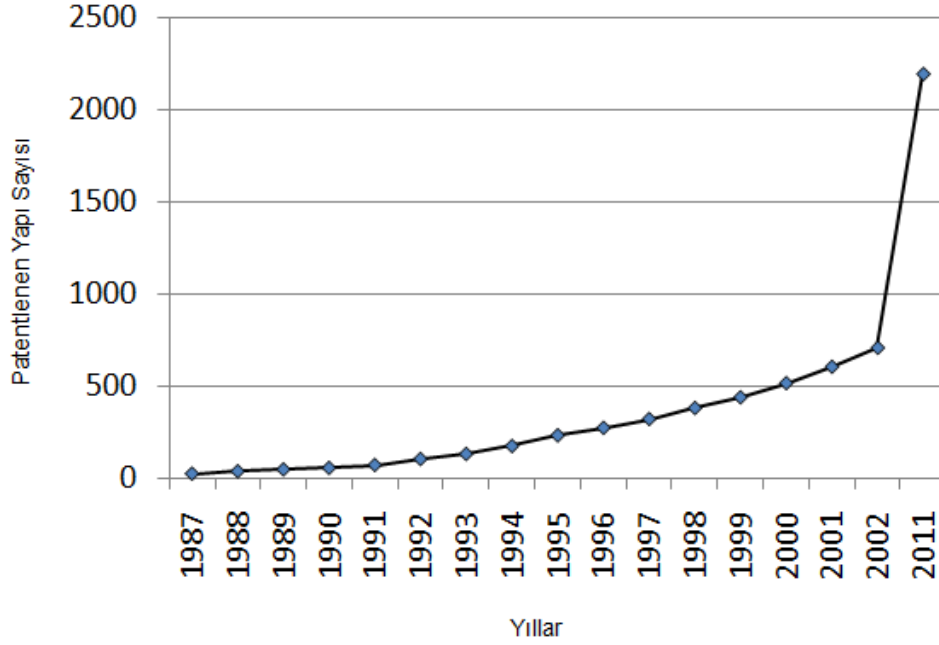
Diffraction data computed using the structure from the paper listed below,
along with the cell parameters refined from the powder pattern for R070416
Wyckoff R W G
Crystal Structures 1 (1963) 7-83
Second edition. Interscience Publishers, New York, New York
Cubic closest packed, ccp, structure

CELL PARAMETERS:	4.087520	4.087520	4.087520	90.00000	90.00000
SPACE GROUP:	Fm3m				
X-RAY WAVELENGTH:	1.541838				
	2-THETA	INTENSITY	D-SPACING	H	K L
	38.17	100.00	2.3599	1	1 1
	44.35	46.77	2.0438	2	0 0
	64.48	25.61	1.4452	2	2 0
	77.43	27.18	1.2324	3	1 1
	81.57	7.69	1.1800	2	2 2
	81.57	7.69	1.1800	2	2 2

XPOW Copyright 1993 Bob Downs, Ranjini Swaminathan and Kurt Bartelmehs
For reference, see Downs et al. (1993) American Mineralogist 78, 1104-1107.

şeklinde olacaktır. Örnek olarak verdiğimiz patent gümüş elementine ait pik değerlerini, düzlem bilgisini ve atomlar arası mesafeyi ihtiva etmektedir. Uygulamamızda yoğunlukların kıyaslanması ile eşleşme sağlayacak olursak diğer bilgileri patent dosyasının ilgili satırlarından alacağız.

Şekilde patentlenen yapı sayısının yıllara göre değişimini görebilirsiniz.



Şekil 4.2. Yıllara göre patent sayısı artışı

4.2. Ölçüm Sonuçlarının İşlenmesi

Analizin toz kırınımı tekniği ile yapılmasının önemli nedenlerinden birisi malzemeden yeterli büyüklükte kristal elde edilememesidir. Toz kırınım tekniği patentlenmiş yapıların elde edilen sonuçlarla kıyaslanması temeline dayanmaktadır. Gün geçtikçe patentlenen yapı sayısı artmaktadır (Kellegöz 2000).

Toz kırınımı metodu ile malzeme analizi temel olarak şu adımlarla gerçekleşir.

1. Açılara karşılık sayıların XRD ile elde edilmesi
2. Sayıların normalize edilerek yoğunlukların elde edilmesi
3. Normalize edilen sonuçlardan piklerin bulunması
4. Piklerin patentlerle eşleştirilmesi

4.3. Açılara Karşılık Sayımların Elde Edilmesi

Analiz edilecek malzemenin toz haline getirilerek XRD cihazında numune haznesine yerleştirilecek ölçüme başlanması için başlangıç açısı, bitiş açısı, her bir adımda artırılacak açı değeri araştırmacı tarafından cihaz yönetim uygulamasına girilir. Bu değerlerden yola çıkan XRD dedektörü her bir adımdaki açı değerinde malzemenin kristallerinden yansıyan fotonları sayar.

Örnek sonuçları gösterecek olursak:

```
sample 0134
Comments
Filename C:\DOCUME~1\ARGE\Desktop\ebru\OMER-FIZIK\OMER=PART3\0134.raw
Goniometer RINT2000 wide angle goniometer
Attachment standard sample holder
ScanningMode 2Theta/Theta
ScanningType Continuous Scanning
X-Ray 40kV/20mA
Divslit 1deg.
Sctslit 1deg.
Recslit 0.3mm
Start 20
Stop 80
Step 0.02
Speed 4
Offset 0
20 380
20.02 343.333
20.04 350
20.06 410
20.08 370
20.1 406.667
20.12 370
...
79.92 113.333
79.94 153.333
79.96 166.667
79.98 110
80 176.667
```

şeklinde olacaktır. Uygulamamızda açılardan başladığı satıra kadar olan detay bilgileri eleyeceğiz. Elememizin nedeni her cihazın sonuçlarının çıktığı şeklinin birbirinden farklı olabilme ihtimalinden kaynaklanmaktadır.

Sonuçlardan yararlanarak; ilk açığı başlangıç açısı, son açığı bitiş açısı ve herhangi iki açı arasındaki farkı ise adım açısı olarak kabul edeceğiz.

Uygulamamızın patenler ile kıyaslaması, açığa karşılık gelecek olan yoğunluk değerleri olduğundan; temel olarak başlangıç açısının veya sonlanış açısının bizim için herhangi bir kıymeti bulunmamaktadır. Bu değerler yalnızca kullanıcının daha doğru bir patent eşleşmesi sağlayabilmesi için gereklidir.

5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER

XRD sonuçlarının açılara karşılık sayım değerlerini ihtiva ettiğini belirtmiştik. Ancak uygulamamızın patentler ile kıyaslama yapabilmesi için sonuç sayılarının normalize edilerek yoğunluk değerlerine dönüştürülmesi gerekmektedir.

Sonuç sayımlarının ölçüm değerlerine göre değişmesi nedeniyle yoğunluk kıyaslaması uygulamamızın da daha doğru eşleşmeler yapabilmesini sağlayacaktır. Ancak unutmamak gerekir ki kristal yapıyı deforme edebilecek etkenler her zaman için mevcuttur. Bu nedenle eşleşmeler tam açı değerlerine yakın açı değerleri ile yapılmalıdır. Bu yakınlığın açı olarak karşılığını araştırmacıdan istenmesi en doğru sonuca ulaşabilmeyi kolaylaştıracaktır.

Normalizasyon için izleyeceğimiz yöntem; en yüksek sayım değerini alıp; diğer sayım değerlerini en yüksek değere oranladıktan sonra; yüzde değerini elde etmek için 100 ile çarpmak olacaktır. Bu bağıntının matematiksel ifadesi:

$$\text{Yoğunluk} = 100(\text{sayım}/\text{maksimum sayım}) \quad (4.1)$$

şeklinde olacaktır. Patent değerlerinde en düşük yoğunluk 1 olduğundan dolayı; daha küçük yoğunluk değerlerini sonraki sürece katmamıza gerek yoktur.

Normalize yapacak olan Javascript fonksiyonumuz şu şekilde olacaktır:

```

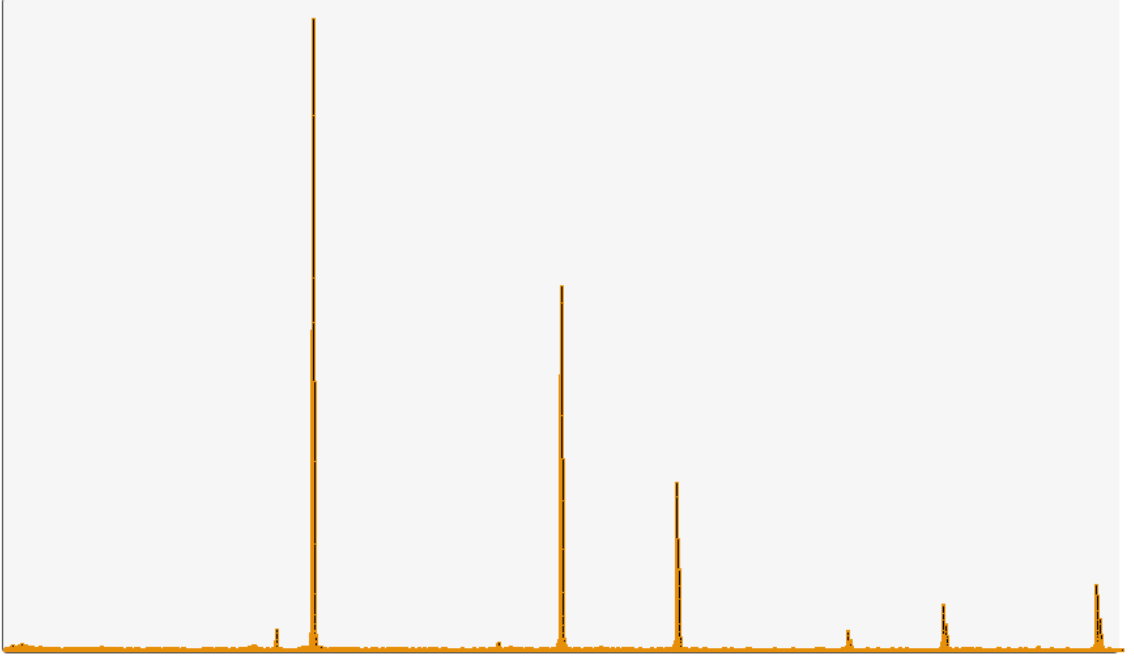
normalizasyon = function ()
{
    xrd.normalize = true;
    for (var y=0; y<xrd.sonuclarSayisi; y++)
    {
        xrd.sonuclarYogunluklar[y] = xrd.sonuclarSayimlar[y] /
            xrd.maksimumSayim;

        xrd.sonuclarYogunluklar[y] *= 100;
    }
    xrd.grafikCizdir();
};

```

yazdığımız bu fonksiyon ile bütün sonuçları maksimum değere oranladıktan sonra 100 ile çarpıyoruz. Bu şekilde sonuçlarımızın tamamı 0 ile 100 aralığında bir değere sahip oluyor.

Normalize edilmemiş bir grafik örneği verecek olursak:



biçiminde olacaktır. Grafiğin normalize edilmiş değerler ile çizdirilmesi sonucunda ortaya çıkacak çizim ise:



şeklinde olacaktır. Gözle görünür herhangi bir fark olmasa da; pik değerleri artık hesaplanabilir hale gelmiş olacaktır.

Sonuç uygulama aşağıdaki gibi olacaktır:

```
<!DOCTYPE HTML PUBLIC "-//W3C//DTD XHTML 1.0 Transitional//EN"
"http://www.w3.org/TR/xhtml1/DTD/xhtml1-transitional.dtd">
<HTML dir="ltr" lang="tr" xmlns="http://www.w3.org/1999/xhtml">
  <head>
    <title>Atatürk Üniversitesi</title>
    <meta content="text/html; charset=utf-8" http-equiv="Content-Type" />
    <meta content="IE=edge" http-equiv="X-UA-Compatible" />
    <link rel="stylesheet" type="text/css" href="js.css-lib/reset.css" />
    <link rel="stylesheet" href="js.css-lib/css/ui-lightness/jquery-ui-
1.8.16.custom.css" />
    <script src="js.css-lib/jquery.min.js"></script>
    <script src="js.css-lib/jquery-ui-1.8.16.custom.min.js"></script>
  <script type="text/javascript">
```

```

var xrd =
{
    sonuclarSalt      : "",
    sonuclarSayisi    : 0,
    sonuclarAcilar    : new Array(),
    sonuclarParcala   : new Array(),
    sonuclarSayimlar  : new Array(),
    sonuclarYogunluklar : new Array(),
    baslangicAcisi    : 0,
    sonlanisAcisi     : 0,
    maksimumSayim     : 0,
    ortalamaSayim     : 0,
    adimAciDegeri     : 0.01,
    adimAralik        : 0,
    sayimAralik       : 0,
    pikAraligi        : 0.06,
    pikMinYogunluk    : 1,
    pikAcilari        : new Array(),
    pikYogunluklari   : new Array(),
    pikMaksimum       : 0,
    patentler         : new Array(),
    patentsay         : 0,
    normalize         : false,
    normalizasyon : function () {
        xrd.normalize = true;
        for (var y=0; y<xrd.sonuclarSayisi; y++){
            xrd.sonuclarYogunluklar[y] = xrd.sonuclarSayimlar[y] /
            xrd.maksimumSayim;
            xrd.sonuclarYogunluklar[y] *= 100;
        }
        xrd.grafikCizdir();
    },

```

```

pikDegerleriniBul : function ()
{
    var minAsimi = 0;
    var pikAcisi = 0;
    var pikYogunlugu = 0;

    for (var p=0; p<xrd.sonuclarSayisi; p++)
    {
        if (xrd.sonuclarYogunluklar[p] > xrd.pikMinYogunluk)
        {
            minAsimi += 1;
            if (xrd.sonuclarYogunluklar[p] > pikYogunlugu)
            {
                pikAcisi = xrd.sonuclarAcilar[p];
                pikYogunlugu = xrd.sonuclarYogunluklar[p];
            }
        }
        else if (minAsimi > 0)
        {
            var degisim = false;
            for (var i=0; i<xrd.pikAcilari.length; i++)
            {
                if (parseInt(xrd.pikAcilari[i], 10) == parseInt(pikAcisi, 10))
                {
                    degisim = true;
                    if (xrd.pikYogunluklari[i] < pikYogunlugu)
                    {
                        xrd.pikAcilari[i] = pikAcisi;
                        xrd.pikYogunluklari[i] = pikYogunlugu;
                        break;
                    }
                }
            }
        }
    }
}

```

```

    }

    if (degisim == false)
    {
        xrd.pikAcilari[xrd.pikAcilari.length] = pikAcisi;
        xrd.pikYogunluklari[xrd.pikYogunluklari.length] =
        parseFloat(pikYogunlugu);
    }

    minAsimi = 0;
    pikAcisi = 0;
    pikYogunlugu = 0;
}

xrd.pikMaksimum = xrd.pikAcilari[$.inArray(100, xrd.pikYogunluklari)];
for (var pi=0; pi<xrd.pikAcilari.length; pi++)
{
    $('#pikler-1').append
    (
        xrd.pikAcilari[pi] + " %" + xrd.pikYogunluklari[pi] + "<br />"
    );
}
},

grafikCizdir : function (geriBildirim)
{
    var div = "";
    var y_degerleri = xrd.normalize ? (xrd.sonuclarYogunluklar) : xrd.sonuclarSayimlar;
    var y_yukseklik = xrd.normalize ? 100 : (xrd.maksimumSayim +
    xrd.ortalamaSayim*10);

    var alan1 = document.getElementById('alan-1');

```

```

xrd.baslangicAcisi = xrd.sonuclarAcilar[0];
xrd.sonlanisAcisi = xrd.sonuclarAcilar[xrd.sonuclarAcilar.length-1];
xrd.adimAciDegeri = xrd.sonuclarAcilar[2] - xrd.sonuclarAcilar[1];
xrd.adimAralik = alan1.offsetWidth / (xrd.sonlanisAcisi - xrd.baslangicAcisi);
xrd.sayimAralik = alan1.offsetHeight / y_yukseklk;

for (var i=1; i<xrd.sonuclarSayisi-1; i++)
{
var acifarki = (xrd.sonuclarAcilar[i] - xrd.baslangicAcisi) * xrd.adimAralik;
if (acifarki > 0 && (y_degerleri[i]) * xrd.sayimAralik > 0)
{
var left= (xrd.sonuclarAcilar[i] - xrd.baslangicAcisi) * xrd.adimAralik;
var height= (y_degerleri[i]) * xrd.sayimAralik;

div += '<div style="left:' +left+'px; height:490px;"> ';
div += '<div class="ui-widget-header" style="height:' +height +'px;">';
div += '<span>' + y_degerleri[i] + " (" + xrd.sonuclarAcilar[i] +
"/span>";
div += '</div></div>';
}
}

$('#alan-1').HTML(div);

if (typeof geriBildirim == "function")
{
geriBildirim.call(this);
}
},

patentArastir : function (patent_no)
{

```



```

$('#aranan').HTML("Aranan_Patent["+(parseInt(patent_no,10)+1)+"/"+xrd.patentler.length+"] : " + xrd.patentler[patent_no].split('-')[0].replace('__', ' (') +
)").show();
$('iframe').attr(
    'src','scanner.HTML?patent='+xrd.patentler[patent_no]+'&patent_no='+patent_no+'&pikAcilari='+xrd.pikAcilari.join(':')+'&pikDegerleri='+xrd.pikYogunluklari.join(':')+'&pikAraligi='+xrd.pikAraligi
);
},

patentSonucuEkle : function (sonuc)
{
    $('#pikler-2').prepend(sonuc + '<br />');
}
};

$(document).ready
(
    function ()
    {
        $('#grafik-cizdir').button({ icons: { primary : 'ui-icon-clipboard' } });
        $('#normalize-et').button({ icons: { primary : 'ui-icon-wrench' } });
        $('#pikleri-bul').button({ icons: { primary : 'ui-icon-star' } });
        $('#taramaya-basla').button({ icons: { primary : 'ui-icon-zoomin' } });
        $.get
        (
            "dir.dif.txt",
            function (dirList)
            {
                xrd.patentler = dirList.split('\n');
                xrd.patentsay= xrd.patentler.length;
            }
        )
    }
)

```

```

);
$.get
(
    "sample.txt",
    function (sonuclarSalt)
    {
        xrd.sonuclarParcala = sonuclarSalt.split('\n');
        xrd.sonuclarSayisi = xrd.sonuclarParcala.length;
        xrd.sonuclarAcilar = new Array();
        xrd.sonuclarSayimlar = new Array();
        xrd.sonuclarYogunluk= new Array();

xrd.baslangicAcisi = 0;
xrd.sonlanisAcisi = 0;
xrd.maksimumSayim= 0;
xrd.ortalamaSayim = 0;
xrd.adimAciDegeri = 0;

for (var s=0; s<xrd.sonuclarSayisi; s++)
{
    var sonucParcala= xrd.sonuclarParcala[s].split('\t');
    var sonucAci = parseFloat(sonucParcala[0]);
    var sonucSayim = parseFloat(sonucParcala[1]);

    if (sonucAci > 0 && sonucSayim > 0)
    {
        xrd.sonuclarAcilar[xrd.sonuclarAcilar.length] = sonucAci;
        xrd.sonuclarSayimlar[xrd.sonuclarAcilar.length]= sonucSayim;

        xrd.ortalamaSayim += sonucSayim;

        if (xrd.maksimumSayim > sonucSayim)

```

```

        {
        xrd.maksimumSayim = xrd.maksimumSayim;
        } else
        {
        xrd.maksimumSayim = sonucSayim;
        }
    }
}

```

```

xrd.ortalamaSayim /= s+1;
});});
</script>

```

```
<style type="text/css">
```

```

    body { font-family: Arial; font-size: 11px; cursor: default; }
    center { margin-top: 40px; font-weight: bold; }
    span.baslik { padding: 3px 5px; }
    #alan-1 { position: relative; display: block; width: 90%; height: 500px; border-
left: 1px solid #555; border-bottom: 1px solid #555; background: #f6f6f6; margin:
10px auto; }
    #alan-1 div { position: absolute; bottom: 0; width: 1px; z-index:998; }
    #alan-1 div:hover { background: red; z-index: 999; }
    #alan-1 div div { position: absolute; bottom: 0; width: 1px; background: #000; }
    #alan-1 div div span { position: absolute; font-size: .85em; color: #000; z-index:
1000; bottom: 505px; display: none; }
    #alan-1 div:hover span { display: inline-block; background: #fff; padding: 2px
5px; }
    #pikler-1 { width: 400px; float: left; overflow: hidden; margin: 10px 0 0 100px; }
    #pikler-2 { width: 400px; float: left; overflow: hidden; margin: 10px 0 0 50px; }
    #aranan { position: fixed; z-index: 1001; background: #cd1821; color: #fff; left:
0; top: 0; padding: 5px; display: none;}

```

```
</style></head><center>
<span class="baslik ui-widjet-header ui-corner-all">XRD SONUÇLARI</span>
<br /><div id="alan-1" class="ui-corner-all"></div><br />
<button id="grafik-cizdir" onclick="xrd.grafikCizdir();">Grafik Çizdir</button>
<button id="normalize-et" onclick="xrd.normalizasyon();">Normalize Et</button>
<button id="pikleri-bul" onclick="xrd.pikDegerleriniBul();">Pik Değerlerini
Bul</button>
<button id="taramaya-basla" onclick="xrd.patentArastir(0);">Taramaya Başla</button>
</center>
<div id="pikler-1"></div><div id="pikler-2"></div><div id="aranan"></div>
<iframe style="display: none;"></iframe>
</HTML>
```

5.1. Normalize Edilen Sonuçlardan Piklerin Bulunması

Pik değerleri hesaplanırken; patentlerde yer alan bilgiler doğrultusunda yüzde birlik bir yoğunluğun üzerindeki her bir veri birer pik olarak kabul edilmelidir.

Bu adımda düzeltmemiz gereken bazı durumlar oraya çıkacaktır. Bunların en önemlilerinden, 0.5 derece gibi, çok yakın açı değerlerinde birden fazla pik değerlerinin gözlenebilme ihtimalinin düzeltilmesidir. Ortaya çıkan bu sahte pik değerleri teknik aksaklıklardan veya malzeme üzerinde meydana gelmiş deformasyonlardan kaynaklanabilir.

Pik değerlerini hesaplayabilmesi için uygulamamızda; ölçüm sonuçlarını baştan sona kadar tarayan bir döngü oluşturmamız gerekmektedir. Bu döngü, açı değerleri içerisinde ilerlerken; yoğunluk değerlerinde bir artış olduğu açı değerinden, yoğunluğun ilk azalma tepkisi gösterdiği açı değerine kadar olan kısımları pik olarak saklamalıdır.

Elde edilen pik değerleri aynı açı içerisinde birden fazla ise; açı değerlerinden yoğunluğu en fazla olan açığı pik olarak saklayıp; diğerlerini eşleştirme işlemine katmamalıdır. Yoğunluk değerlerinin eleme işlemine tabi tutulan ve tutulmayan sonuçları şu şekilde örneklendirilebilir:

25.65 %3.2931764436406565	25.65 %3.2931764436406565
28.26 %1.405093754994834	28.45 %100
28.45 %100	42.54 %1.1762639839611564
28.7 %1.1907120320273454	47.31 %57.66671574975678
42.54 %1.1762639839611564	56.14 %26.628111270106764
47.06 %1.1354186724660225	69.14 %3.040390978276328
47.09 %1.0714819695156255	76.38 %7.248902237811347
47.31 %57.66671574975678	76.47 %1.2706727907260649
56 %1.048251509305021	76.6 %4.133699191135845
56.14 %26.628111270106764	88.05 %10.439570535546853
69.14 %3.040390978276328	88.34 %4.995853108155218
69.19 %1.3811465558143954	88.4 %1.2224653303480746
69.33 %1.5731004529488237	
76.38 %7.248902237811347	
76.47 %1.2706727907260649	
76.6 %4.133699191135845	
88.05 %10.439570535546853	
88.34 %4.995853108155218	
88.4 %1.2224653303480746	

Örneklerde sol tarafta yer alan sonuçlar elenmemiş sonuçlardır. Ancak sağ taraftaki sonuçlarda dikkat edilecek olunursa 28.45 derecede %100 yoğunluk ile pik veren malzememiz; 28.26 ve 28.70 derecelerinde ~%1.5 yoğunluğunda pik vermiştir ve bizler bu sonuçları elemişiz.

Silikon için patent dosyasını kontrol ettiğimizde gerçekten de 28.26 ve 28.70 derecelerinde ortaya çıkan bu piklerin dikkate alınmadığını görmekteyiz.

KAYNAKLAR

- Arslan, T. 2010. “X-ışınları ve Kullanım Alanları”, Gazi Üniversitesi, Fizik Eğitim Anabilim Dalı, Ankara.
- Ataman, G. 1971. “X-ışınlarının Kristallerdeki Kırınımına Giriş. Ders Notları”, Hacettepe Üniversitesi, Jeoloji Mühendisliği Bölümü, Ankara.
- Aygün, E. , Zengin, M. 1998. “Atom ve Molekül Fiziği”, Ankara Üniversitesi, Ankara.
- Azarof, L. 1968. “Elements of X-ray Crystallography”, McGraw-Hill Book Company Inc., Newyork.
- Clark C.M., Dutrow B.L. 2007. “Single-crystal X-ray Diffraction”, Eastern Michigan University.
- Cullity B.D. 1996. “X ışınlarının Difraksiyonu”, (Çev. A. Sümer), İstanbul Teknik Üniversitesi Yayınları, İstanbul.
- Çelik, G. 2010. “SrTiO₃ ve SrZrO₃ Kristallerinin Elektronik Band Yapısı ve Optik Özelliklerinin İncelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, Çukurova Üniv. Fen Bil. Ens., Adana.
- Dinçer, İ. 2005. “RMn_{2-x}T_xX₂ (R: Hafif Nadir Yer Elementi, T: Fe, Co, X: Si, Ge) Alaşımlarının Kristal ve Manyetik Yapılarının X-ışını ve Nötron Toz Kırınımı İle İncelenmesi”, Doktora Tezi, Ankara Üniv. Fen Bil. Ens., Ankara.
- Durlu, T. N. 1992. “Katılmal Fiziğine Giriş”. Candan Yayınları, Ankara, 311.
- Elerman, Y., Kara, H., Elmali, A. 2001. “Importance of orbital complementarity in spin coupling through two different bridging groups. Synthesis, crystal structure, manyetic properties and manyeto-Structural correlations in Dicopper(II) Complex of Endogenous Alkoxo Bridging Ligand with Exogenous Pyrazolate”, Z. Naturforsch., 1129-1137.
- Gündüz, E. 1989. “Modern Fiziğe Giriş”. Ege Üniversitesi Fen Fakültesi, İzmir.
- Kahn, O. 1993. “Molecular Mantetism”, VCH, Weinheim, Germany.
- Karaoğlu A. 2010. “Dört Dişli Schiff Bazı Ligandları Kullanılarak Elde Edilen Cn Köprülü Çok Çekirdekli Metal Komplekslerinin Sentezlenmesi Kristal Yapı ve Manyetik Özelliklerinin İncelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, Balıkesir Üniv. Fen Bil. Ens., Balıkesir.
- Kellegöz, M. 2000. “Mikroislemci Kontrollü X-ışınları Ölçüm Sistemi”, Yüksek Lisans Tezi, Osmangazi Üniv. Fen Bil. Ens., Eskişehir.
- Kittel, C. 1986. “Introduction to solid state physics”. John Wiley & Sons Inc., 704, New York, London, Sydney.
- Koç, H. 2010. “Sb₂S₃ ve SbI₃ Kristallerin Enerji Band Yapısı ve Optik Özellikleri: Ab-İnitio (Temel Prensi) Hesaplamaları”, Doktora Tezi, Çukurova Üniv. Fen Bil. Ens., Adana.
- Özbalcı, S. 2003. “Javascript Ders Notu”, Celal Bayar Üniversitesi Turgutlu Meslek Yüksek Okulu, Manisa.
- Seibert J.A., Boone J.M. 2005. “X-Ray Imaging Physics for Nuclear Medicine Technologists. Part 2: X-Ray Interactions and Image Formation”. Journal Nuclear Medicine Technology, 33, 3-18
- Skoog, D.A. 1981. “Principles of Instrumental Analysis”, California University, USA.

- Stout, H. G., Jensen, L. H., 1989. "X-ray Structure Determination", John Willey and Sons, New York.
- Şahin, Y. 1999. "Çekirdek Fiziğinin Esasları". Çeviri, Atatürk Üniversitesi Yayınları, Erzurum
- Yuan, A., Lu, L., Shen, X., Chen, L., Yu, K. 2003 "Synthesis, crystal structure and magnetic properties of a two-dimensional mixed-valence assembly $[\text{Fe}(\text{salen})]_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}]$ ", Transition Metal Chemistry 28, 163-167.

ÖZGEÇMİŞ

Erzurum'da 1986 doğdum. İlk ve orta öğrenimimi Erzurum'da tamamladım. 2003 yılında başladığım Atatürk Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik bölümünden 2007 yılında mezun oldum. Aynı yıl Eylül ayında Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Atom ve Molekül Fiziği Anabilim Dalı'nda yüksek lisans programına kabul edildim.