

15445

1- α -D- GLÜKOPİRANÖZ -2- β FRUKTOFURANOSİD'İN
KRİSTAL YAPISININ
X-IŞINLARI DİFRAKSİYON YÖNTEMİ İLE
ARAŞTIRILMASI

SEMA ÖZTÜRK

TEZ YÖNETİCİSİ: YRD.DOÇ.DR.MEHMET AKKURT

ERCIYES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİNİ ENSTİTÜSÜ'NE
FİZİK ANABİLİM DALINDA YÜKSEK LİSANS TEZİ OLARAK
SUNULMUŞTUR.

1991

T. C.
Yükseköğretim Kurula
Dokümantasyon Merkezi

Erciyes Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürlüğü'ne,

Bu çalışma, jürimiz tarafından Fizik Anabilim Dalında
Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

27/8/1991

Başkan : Prof.Dr.Necati Yalçın

Üye : Prof.Dr. Hüseyin Soylu

Üye : Yrd.Doç.Dr.Mehmet Akkurt

Necati Yalçın

Hüseyin Soylu

Mehmet Akkurt

ONAY :

Yukarıdaki imzaların, adı geçen öğretim üyelerine
ait olduğunu onaylarım.

27/8/1991

Enstitü Müdürü V.
Doç.Dr. Mehmet Gündüz



ÖZGEÇMİŞ

Adı ve Soyadı : Sema Öztürk
Baba Adı : Ahmet
Ana Adı : Hatice
Doğum Yeri : Kayseri
Doğum tarihi : 1967

İlk, Orta, Lise öğrenimini Aydınlikevler İlkokulu, Ortaokulu, Aydınlikevler Lisesi olmak üzere Kayseri'de tamamladı. 1985 yılında Erciyes Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümüne girdi. 1989 yılında Fizik Bölümünden mezun oldu. Aynı yıl "X_ışınları Toz Difraksiyon yöntemi ile Böbrek, Üreter ve Mesane taşlarının Nitel Analizi" başlıklı bitirme lisans tezini hazırladı ve Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi'nde 19-21 Eylül 1989 yılında düzenlenen XI. Ulusal Fizik Kongresinde "sözlü" tebliğ olarak sundu.

1989 yılında Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünde Yüksek Lisans Eğitimine başladı. X_ışınları araştırma laboratuvarında yaptığı "Tetrabütil Amonyum İyodat 'ın kristal yapısının Araştırılması" üzerine deneysel olarak çalıştı. Söz konusu çalışmayı 31 Ağustos-2 Eylül 1990 tarihleri arasında Ege Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümünde düzenlenen XII. Ulusal Fizik Kongresinde "Poster Bildiri" olarak sundu.

TEŐEKKÜR

Bana Tez alıőma konumu veren, alıőmalarım sũresince yakın ilgi ve yardımlarını gũrdũğũm hocam Sayın Yrd. Do. Dr. Mehmet Akkurt'a Teőekkũrũ bir bor bilirim. Ayrıca alıőmamın her aőamasında ok deėerli yardımlarını gũrdũğũm Sayın Araő. Gũr. Zuhai Payze'ye de teőekkũr ederim.



ÖZET

Bu tez çalışmasında, sistematik adı 1- α -D Glükopiranoz-2- β -Fruktofuranosid'in X-Işınları difraksiyon tekniklerinden olan Buerger Presesyon Tekniği ile tabaka filimleri çekildi. Tabaka filimlerinden sönüm şartları, kristal sistemi, birim hücre parametreleri, birim hücredeki molekül sayısı ve uzay gurubu tayin edildi.

Kristal verileri :

$C_{12}H_{22}O_{11}$, $a = 7.762 \pm 0.023 \text{ \AA}$, $b = 10.825 \pm 0.028 \text{ \AA}$,

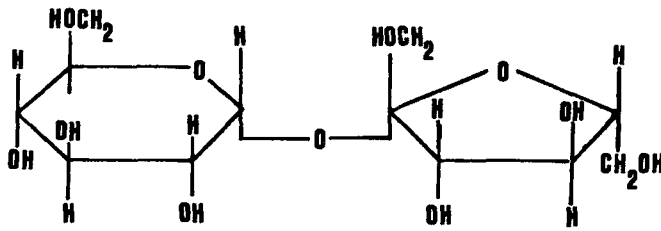
$c = 8.750 \pm 0.037 \text{ \AA}$, $\alpha = \gamma = 90^\circ$, $\beta = (103.30 \pm 0.03)^\circ$,

Monoklinik, $P2_1$ (No: 4), $d_x = 1.5805 \text{ gr/cm}^3$, $V = 717.272$

\AA^3 , $Z = 2$, $d_{\text{ölç.}} = 1.579 \text{ gr/cm}^3$, $M = 342.30254 \text{ a.k.b}$, λ

($\text{MoK}\alpha$) = 0.7107 \AA , $\mu(\text{Mo}) = 1.465 \text{ cm}^{-1}$, $T = 273^\circ \text{ K}$.

Kristalin açık formülü aşağıdaki gibidir.



Ayrıca Debye-Scherrer Kamerasında kristalin toz difraksiyon deseni çekildi ve buradaki yansımalar indislendi.

Birim hücre parametrelerinin hassaslaştırılması için "Nelson-Riley" ve "Erxreg" adlı programlar geliştirildi ve bu geliştirilen programlar kullanıldı.

Ayrıca toz difraksiyon deseninin indislenmesi için "X-Debye" adlı bir bilgisayar programı yazıldı.

Programların yazılması ve işletilmesinde Üniversitemiz merkez bilgisayarı Data General MV/4000 sistemi kullanıldı.



SUMMARY

In this study , layer photographs of 1- α - D -glucopyranosyl -2- β -fructofuranoside were taken by Buerger Precession method which is one of the techniques of X-ray diffraction, systematic **absences**. the crystal system, unit cell parameters, molecule numbers in unit cell and space group were found from layer lines .

Crystal Data :

$C_{12} H_{22} O_{11}$, $a = 7.762 \pm 0.023 \text{ \AA}$, $b = 10.825 \pm 0.028 \text{ \AA}$,

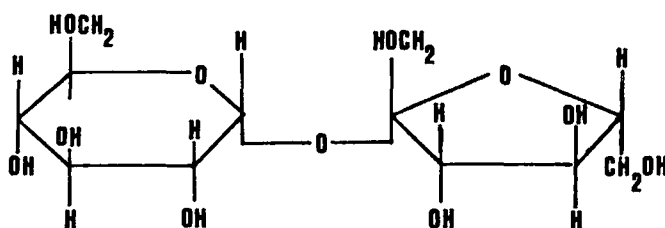
$c = 8.750 \pm 0.037 \text{ \AA}$, $\alpha = \gamma = 90^\circ$, $\beta = (103.30 \pm 0.03)^\circ$,

Monoclinic, $P2_1$ (No: 4) , $d_x = 1.5805 \text{ gr/cm}^3$, $V = 717.272$

\AA^3 , $Z = 2$, $d_{\text{mea.}} = 1.579 \text{ gr/cm}^3$, $M = 342.30254 \text{ a.m.u}$, λ

($\text{MoK}\alpha$) = 0.7107 \AA , $\mu(\text{Mo}) = 1.465 \text{ cm}^{-1}$, $T = 273^\circ \text{ K}$.

Open formula of crystal is given below.



Besides, powder diffraction pattern of crystal were photographed from Debye-Scherrer camera. Obtained reflections were indexed. In order to precisely unit cell parameters computer programs named as "Nelson-Riley" and "Erxcrg" was improved. Moreover, another one called as "X-Debye" for indexing of the powder diffraction pattern of the sample was developed.

Data General MV/4000 system in our university computer center was used for all calculations.



İÇİNDEKİLER

	<u>SAYFA NO</u>
ONAY	II
ÖZGEÇMİŞ	III
TEŞEKKÜR	IV
ÖZET	V
SUMMARY	VII
İÇİNDEKİLER	IX
BÖLÜM I. GİRİŞ	1
BÖLÜM II. Deneysel Metodlar Ve Elde Edilen Sonuçlar ...	3
II.1. Kristalin Elde Edilmesi Ve Kristal Seçimi ..	3
II.2. Ters Örgünün Kırınımında Kullanılması	4
II.3. Buerger Presesyon Metodu İle Çalışmalar ..	7
II.4. Debye-Scherrer Metodu İle Çalışmalar	23
BÖLÜM III. Sonuçların Tartışılması	35
BÖLÜM IV. Kaynaklar	43
BÖLÜM V. Ekler	47
Ek-1. Nelson-Riley Programı	47
Ek-2. Erxreg Programı	49
Ek-3. X-Debye Programı	51

BÖLÜM I

GİRİŞ

Organik bir madde olan $C_{12}H_{22}O_{11}$, Kamış şekeri yada pancar şekeri (sucrose) olarak da adlandırılır. En tanınmış disakkarit olup, kristal formda kullanılan tek besin maddesidir [1]. Sakkaroz ön planda besin maddesi olarak kullanılmakla birlikte sınaide de geniş kullanım alanı vardır. Meselâ; A.B.D'de tütün terbiyesinde % 25 lik sakkaroz çözeltisi kullanılmaktadır. Ayrıca bazı asitlerle oluşturduğu esterler, lak sanayiinde oldukça önemli bir yere sahiptir [2]. Bazı asitlerle muamelesi sonucunda elde edilen üründe sertlik artmakta, fakat elastikiyeti de azalmamaktadır. Büyük molekülü yağ asitleri ile oluşturduğu esterleride yüzey aktif maddeler olarak kullanılır [3-6].

Bu çalışmada, x ışınları tek kristal difraksiyon metodlarından döner kristal, Buerger presesyon ve Normal Demet Weissenberg teknikleri kullanılarak elde edilen tabaka filimlerinden birim hücre parametreleri, sönüm şartları ve uzay gurubu tayin edildi. Ayrıca maddenin toz difraksiyon yöntemi kullanılarak Bragg yansımalarının indislemesi yapıldı. Buradan bulunan sonuçlarla, daha önceki sonuçlar karşılaştırıldı.

Bu çalışmada Delft Enraf-Nonius, Diffractis 583 model X-Işınları jeneratorü, Philips Marka sürücü motora sahip, 45Kv ve 20 mA çalışma şartları altında Fine - Focus Molibden tüpünden elde edilen radyasyon kullanıldı. Ölçümler 1/100 mm hassasiyetindeki Enraf-Nonius, Delft Marka Mikrodensitometrede yapıldı.

Banyo işlemleri sırasında filimlerde meydana gelen kışalmanın % 0.1 olduğu bulundu, filimler üzerinde ölçülen değerlerde, buna göre gerekli düzeltmeler yapıldı [7-9].



BÖLÜM II

DENEYSEL METODLAR VE ELDE EDİLEN SONUÇLAR

II.1. Kristalin Elde Edilmesi Ve Kristal Seçimi :

Sakkaroz bütün bitkilerde bulunmakla beraber, yeter konsantrasyonda şeker kamışı ve şeker pancarında rastlanır.

Sakkarozun elde edilmesi ise şu şekildedir :Şeker pancarı yıkanıp, temizlendikten sonra doğranır. Daha sonra belli bir sıcaklıktaki suda, doğranan pancarlar haşlanır. Haşlama esnasında depolanmış halde bulunan sakkaroz suya geçer. Elde edilen şerbette birtakım arıtma işlemleri uygulanır. Daha sonra buharlaştırma yapılarak çözelti aşırı doygun hale getirilir. Bu çözeltide soğutularak kristallendirilir.

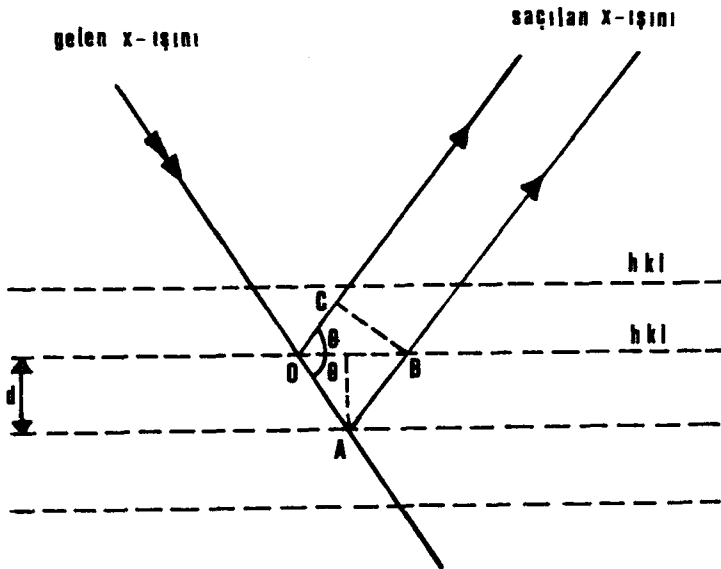
Bu çalışmadan Kayseri Şeker Fabrikası Labaratuvarından alınan rafine edilmiş örnek kullanılmıştır.

Uygun büyüklükte kristal kusurlarından arınmış bir tek (Single) kristal streo mikroskop altında seçildi. Polarizasyon mikroskopunda da incelenerek sistematik sönüm veren ve içinde safsızlık olmayan bir kristal saptandı. Bu kristal cam fibere takılıp, gonyometre başlığına monte edildi. Kristalin bir ekseninin, gonyometre başlığının ekseni ile çakışık olmasına ve yüzlerden en az birinin de gonyometre arklarından birine paralel gelmesine dikkat edildi.

Önce Buerger Presesyon kamerasında kristalin optik ayarı yapıldı. Daha sonra $M\alpha$ ($\lambda=0.7107\text{\AA}$) radyasyonu kullanılarak kristal yönlendirildi.

11.2. Ters Örgünün Kırınımında Kullanılması :

Kristal örgü içinde, her bir rasyonel düzleme bir nokta karşılık getirilerek oluşturulan noktalar cümlesine "Ters Örgü" denir [10]. X-Işınları demeti, bir kristal üzerine düşürülünce, tüm atomlar tarafından saçılmaya uğratılır. Bu saçılan ışıklardan aynı fazda olanlar kırınım yardımı ile girişim olayını meydana getirirler. Saçılan ışınların yapıcı girişim meydana getirebilmesi için uygun yansıma konumunda ve faz farklarının dalga boyunun tam katlarına eşit olması gereklidir [11-12]. Şekil-11.2.1 den de görüleceği gibi;



Şekil-11.2.1. X-Işınının Kristalde Saçılması.

$$\begin{aligned} & (\overline{OA} + \overline{OB}) - \overline{OC} = n\lambda \\ & \left(\frac{d}{\sin\theta} + \frac{d}{\sin\theta} \right) - (\overline{OB} \cos\theta) = n\lambda \\ & \frac{2d}{\sin\theta} - \frac{2d}{\tan\theta} \cdot \cos\theta = n\lambda \\ & 2d \left(\frac{1}{\sin\theta} - \frac{\cos^2\theta}{\sin\theta} \right) = n\lambda \\ & 2d \sin\theta = n\lambda \quad (11.2.1) \end{aligned}$$

(11.1) denkleminde Bragg yasası denir. Bu denkleminde

λ = Işının dalga boyu,

n = Kırımının mertebesini,

θ = Bragg açısını göstermektedir.

Bu durumda;

$$d_{nh,nk,nl} = \frac{1}{n} \cdot d_{hkl} \quad (11.2.2)$$

olduğundan;

$$\sin\theta_{nhnknl} = \frac{\lambda}{2d_{nhnknl}} \quad (11.2.3)$$

Şeklinde gösterebiliriz.

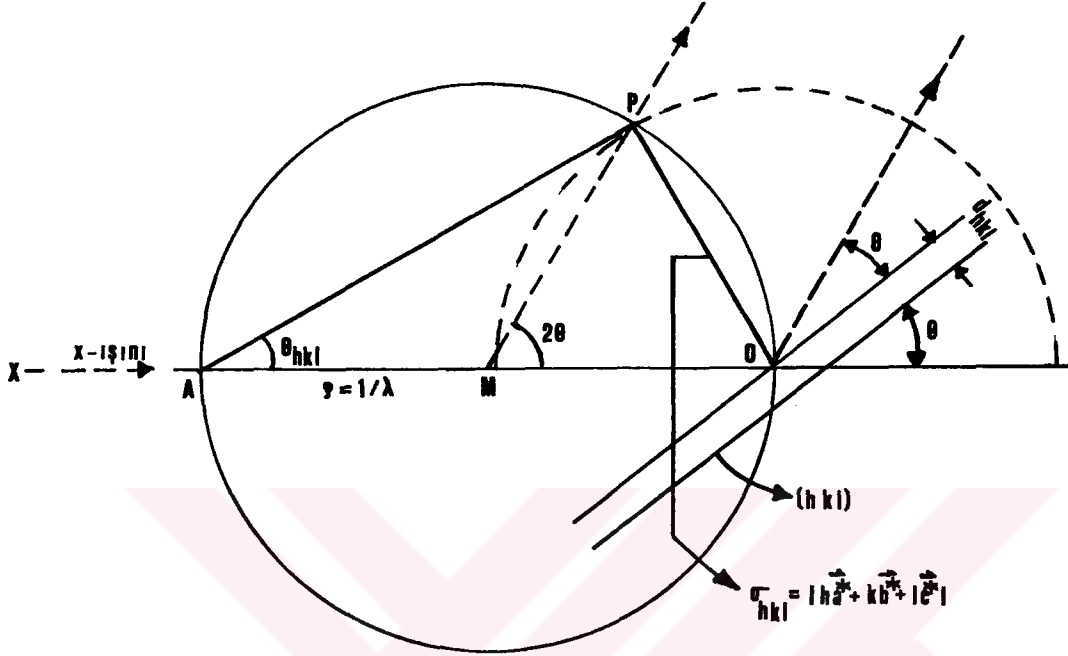
σ = ters örgüde (hkl) düzlemlerine ait noktaların başlangıç noktasına olan uzaklığını göstermek üzere;

$$\sin\theta_{hkl} = \frac{1/d_{hkl}}{2/\lambda} = \frac{\sigma}{2\zeta} \quad (11.2.4)$$

dir.

Denklem (11.2.4)'ü geometrik olarak açıklamak için yarı çapı $\zeta = 1/\lambda$ olan bir küre çizelim. O noktası kristal örgünün aynı zamanda ters örgünün başlangıcı olsun. Şekil-11.2.2 den de gö-

rüleceği gibi (hkl) düzlemine gelen \overline{XO} demetinin O merkez olmak üzere σ yarı çaplı bir çember çizeriz.



Şekil_11.2. Ewald Küresinin Çizimi

Bunu yapmamızın nedeni demetin hangi doğrultuda gittiğini bulmak içindir. Çizdiğimiz bu çember ξ yarıçaplı küreyi P noktasında kessin. \overline{MP} doğrusu, 2θ 'lık kırınım doğrultusunu verir.

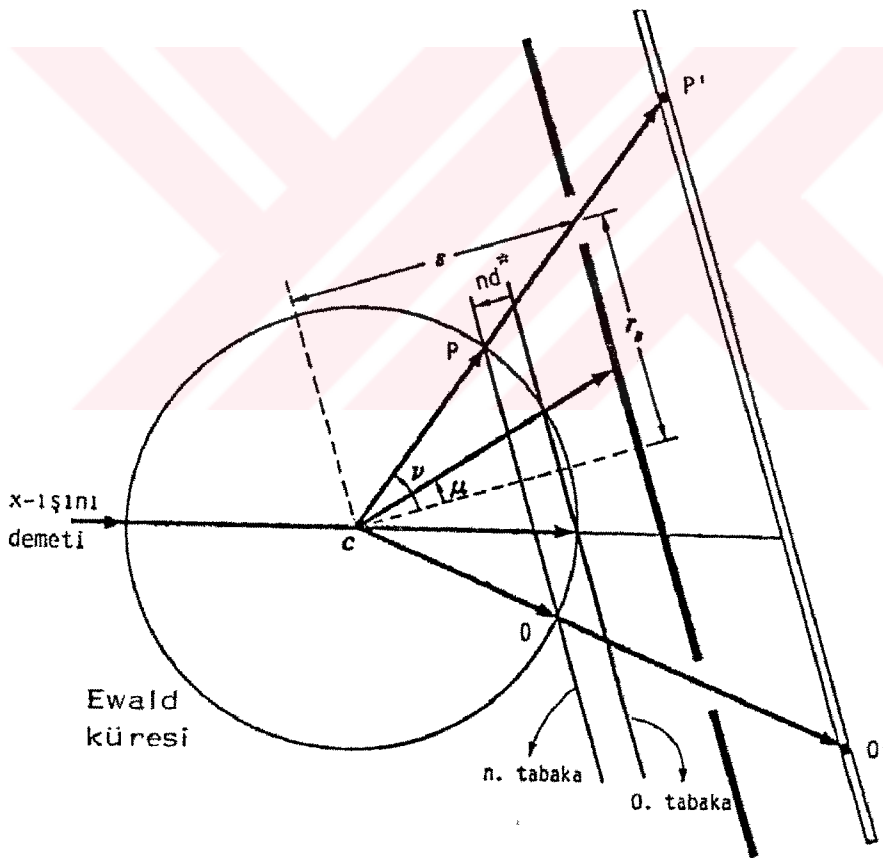
Bragg yasasının doğruluğunu göstermek için çizmiş olduğumuz bu küreye "Ewald Küresi" denir [13-18] .

Ewald Küresindeki bütün karşıt latis noktaları kristali tam manasıyla tanımlar ve bu yalnızca kristal örgünün birim hücre-sinin şeklini ve büyüklüğüne bağlıdır. Atomların bu hücre içindeki sıralanmalarına kesinlikle bağlı değildir [19].

11.3. Buerger Presesyon Metodu İle Çalışmalar

Buerger tarafından bulunup geliştirilen bu metod ile ters örgü tabakaları bir faktörle büyütülerek, filim üzerine kaydedilir. Böyle bir filim üzerindeki difraksiyon deseninde, ters örgünün geometrisi tam olarak görülür. Bu nedenle birim hücrenin seçimi ve boyutlarının ölçülmesi, uzay gurubunun tayini, yansımaların indislenmesi diğer metodlara kıyasla "Buerger Presesyon" metodunda daha kolay olur [19-29].

Kristalden yansıyan X-ışınlarının Buerger Presesyon metodu ile filim üzerine kaydedilişi Şekil-11.3.1 de görülmektedir.



Şekil-11.3.1 Buerger Presesyon Metodu İle Bragg Yansımalarının kaydedilişi.

Şekil-11.3.1 den görüleceği gibi;

$$s = r_s \cdot \cotg. \nu \quad (11.3.1.)$$

$$nd^* = \cos M - \cos \nu \quad (11.3.2.)$$

olmaktadır. Burada;

s ≡ Perdenin kristale olan uzaklığı,

r_s ≡ Perdenin ortasındaki açıklığın yarıçapı,

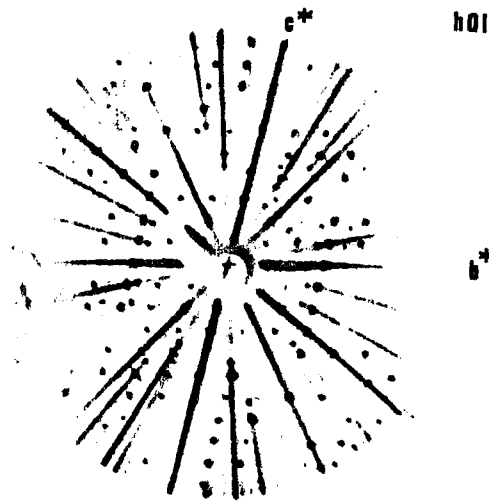
M ≡ Presesyon açısı,

ν ≡ Yansıma konisinin tepe yarım açısı,

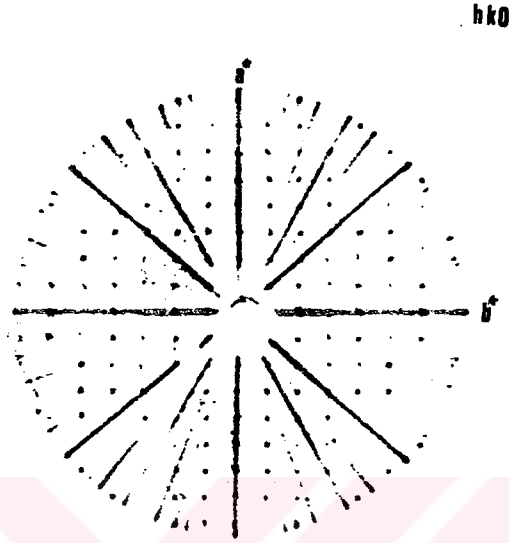
d^* ≡ λ/d Ters örgü birimi

Sıfırncı tabaka fotoğrafında kristalin filime olan uzaklığına "Büyütme Faktörü" denir. Bu çalışmada büyütme faktörü $F=60$ mm olan bir kamera kullanıldı [30]. Presesyon açısı bütün tabakalar için ($M=20^\circ$) alındı ve (MoK_α) = 0.7107 Å dalga boylu X-Işınları kullanıldı.

Buerger Presesyon tekniği ile alınmış (h0l) ve (hk0) tabaka X-Işınları filimleri Şekil-11.3.2 ve Şekil-11.3.3 de gösterilmiştir.



Şekil-11.3.2 (h0l) Buerger Presesyon Fotoğrafı.
45 kV, 20 mA, MoK_α , filitresiz, (ölçek: 3/4).



Şekil-11.3.3 (hk0) Buenger Presesyon Fotoğrafı.
45 kV, 20 mA, MoK α , filitresiz, (ölçek : 3/4).

Mikrodensitometre ile ölçülen (h0l) filiminde a^* ters örgü ek-
seni doğrultusunda ve buna paralel doğrultularda değişik
aralıklar için ölçülen uzaklıklardan bu parametreye ait aşağıdaki değerler bulundu, eşitliğin solundaki değerler filim
üzerinden ölçülen iki ters örgü noktasının mikrodensitometrede
okunan değerini ve aralarındaki örgü aralığı sayısını göster-
mektedir.

a^* değerleri (mm) :

$$1) a^*_1 = (156.30 - 43.16) / 20 = 5.657$$

$$2) a^*_2 = (156.80 - 56.78) / 20 = 5.001$$

$$3) a^*_3 = (148.74 - 61.9) / 16 = 4.990$$

$$4) a_4^* = (144.62 - 65.54) / 14 = 5.648$$

$$5) a_5^* = (142.05 - 72.106) / 14 = 4.996$$

$$6) a_6^* = (139.71 - 94.43) / 8 = 5.659$$

$$7) a_7^* = (125.04 - 102.42) / 4 = 5.653$$

$$8) a_8^* = (124.0 - 104.01) / 4 = 5.0$$

Buradan ortalama deęeri hesaplırsak;

$$\bar{a}^* = (5.657 \times 20 + 5.001 \times 20 + 4.990 \times 16 + \dots) / (20 + 16 + 14 + \dots)$$

$$\bar{a}^* = 5.325 \text{ mm}$$

$$\text{Standart sapma deęeri} = (((a^* - a_1^*)^2 + (a^* - a_2^*)^2 + \dots) / n (n-1))^{1/2}$$

$$\Delta \bar{a}^* = 0.039 \text{ mm}$$

Yine aynı filimde c^* eksenini doęrultusunda ölçülen deęerlerde şöyledir ;

c^* deęerleri (mm) :

$$1) c_1^* = (128.43 - 88.23) / 8 = 5.024$$

$$2) c_2^* = (127.23 - 91.46) / 8 = 4.4701$$

$$3) c_3^* = (121.09 - 90.95) / 6 = 5.023$$

$$4) c_4^* = (120.36 - 93.48) / 6 = 4.480$$

$$5) c_5^* = (113.21 - 93.11) / 4 = 5.023$$

$$6) c_6^* = (112.26 - 94.36) / 4 = 4.4730$$

$$7) c_7^* = (100.31 - 90.26) / 2 = 5.025$$

$$8) c_8^* = (98.91 - 89.94) / 2 = 4.482$$

Buradan ortalama deęeri hesaplırsak;

$$\bar{c}^* = 4.750 \text{ mm}$$

standart sapma deęerleri ise;

$$\Delta \bar{c}^* = 0.008 \text{ mm}$$

(0kl) filiminde b^* eksenini doęrultusunda ölçülen deęerlerde b^* eksenini doęrultusundaki yansımaların sistematik olarak sö-nümlü olduęu görüldü. Bu nedenle hesaplanan deęerler ikiye bölünerek alınmıřtır.

b^* deęerleri (mm) :

$$1) b_1^* = (157.02 - 78.46) / 2.10 = 3.928$$

$$2) b_2^* = (155.24 - 85.38) / 2.10 = 3.493$$

$$3) b_3^* = (145.45 - 82.69) / 2.8 = 3.922$$

$$4) b_4^* = (135.71 - 79.87) / 2.8 = 3.490$$

$$5) b_5^* = (126.80 - 95.39) / 2.4 = 3.926$$

$$6) b_6^* = (124.66 - 96.724) / 2.4 = 3.492$$

Buradan $\bar{b}^* = 3.708 \text{ mm}$

standart sapma deęeri ise;

$$\Delta \bar{b}^* = 0.041 \text{ mm dir.}$$

Ayrıca örgü eksenleri arasındaki açılar ölçülüp řu deęerler elde edildi. $\alpha^* = \gamma^* = 90^\circ$, $\beta^* = 103.30^\circ$ Bu parametreler, kristalin Monoklinik yapıda olduęunu göstermektedir. Monoklinik sistemde Buerger Presesyon yöntemi ile örgü parametreleri ařa-đıdaki gibi hesaplanır.

$$\bar{a} = \frac{\lambda_F}{\bar{a}^* \sin(180-\beta^*)}$$

$$\bar{b} = \frac{\lambda_F}{\bar{b}^*}$$

$$\bar{c} = \frac{\lambda_F}{\bar{c}^* \sin(180-\beta^*)}$$

ve açılarda;

$$\alpha = \alpha^*$$

$$\beta = 180-\beta^*$$

$$\gamma = \gamma^*$$

Buna göre;

$$a = 7.762 \pm 0.056 \text{ A}^\circ$$

$$b = 10.825 \pm 0.036 \text{ A}^\circ$$

$$c = 8.750 \pm 0.018 \text{ A}^\circ$$

açılar ise;

$$\alpha = 90^\circ$$

$$\beta = (103.30 \pm 0.03)^\circ$$

$$\gamma = 90^\circ$$

dir.

Hata hesabı ise;

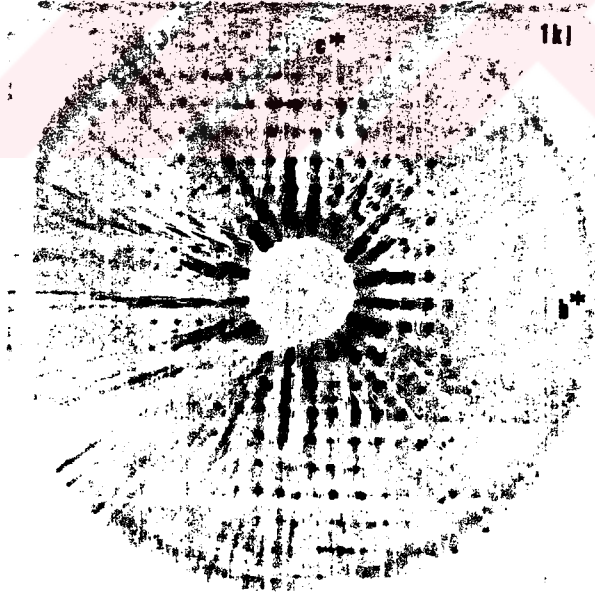
$$\Delta \bar{a} = \frac{\lambda_F}{(\bar{a}^*)^2 \sin \beta} \Delta \bar{a}^* + \frac{\lambda_F \cos \beta}{(\bar{a}^*)^2 \sin^2 \beta} \Delta \beta$$

$$\Delta \bar{b} = \frac{\lambda_F}{(\bar{b}^*)^2} \Delta \bar{b}^*$$

$$\Delta \bar{c} = \frac{\lambda_F}{(\bar{c}^*)^2 \sin \beta} \Delta \bar{c}^* + \frac{\lambda_F \cos \beta}{(\bar{c}^*)^2 \sin^2 \beta} \Delta \beta$$

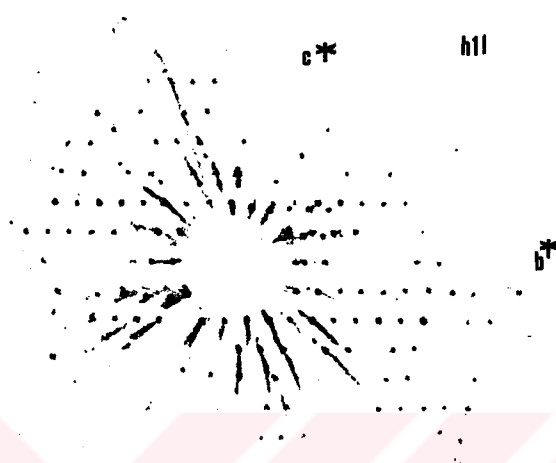
şeklinde yapıldı.

Sönüm şartlarını belirlemek için, (hkl) genel durumunda incelenmesi gerekir. Bu sebeple (1kl) tabakasının X-ışınları filme alındı, Şekil-11.3.4

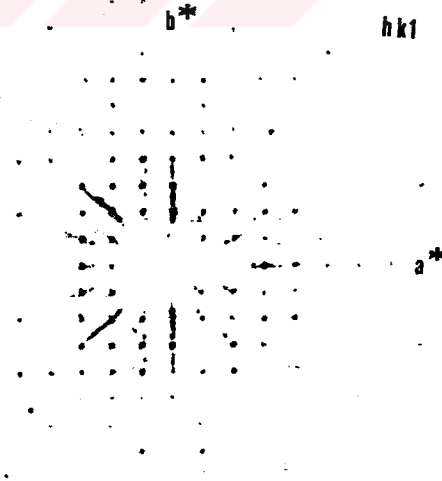


Şekil-11.3.4 (1kl) Buerger Presesyon Fotoğrafı. 45 kV, 20 mA, MoK α , 8 saat, (ölçek: 3/4).

Buerger Presesyon metodu ile alınan (h0l) ve (0kl), (1kl), (h1l) tabakalarına ait filimleri çekildi, Şekil-11.3.5, Şekil-11.3.6.



Şekil-11.3.5 (h1l) Buerger Presesyon fotoğrafı, 45 kV, 20 mA, MoK α , 8 saat, (ölçek : 3/4).



Şekil-11.3.6 (hk1) Buerger Presesyon fotoğrafı, 45 kV, 20 mA, MoK α , 8 saat, (ölçek : 3/4).

Tabaka filimlerinin incelenmesi sonucunda Monoklinik sistemde, yalnızca (0k0) ters örgü eksenini boyunca, sistemik olarak k'nın çift değerleri için yansımaların olduğu tesbit edildi.

Buerger Presesyon kamerası ile elde edilen sıfırıncı tabaka filimlerinden ölçülen ters örgü parametreleri ile gerçek örgüyü $\theta \gg 5^\circ$ için birim hücre parametresi ile lineer olarak değişen ve θ nin bir fonksiyonu olan Nelson - Riley bağıntısı $(1/2 (\cos^2 \theta / \sin \theta + \cos^2 \theta / \theta))$ 'nin değeri "Nelson - Riley" adlı program ile hesaplandı [Ek - 1] . Daha sonra bu programın çıktısı kütüğünü veri kütüğü olarak alan "Erreg" adlı [Ek-2], en küçük kareler metoduna göre çalışan ve bir doğru bulan, bu doğrunun $\theta = 90^\circ$ 'ye karşı gelen birim hücre parametresinin en iyi değerini ve bu noktadaki standart sapmasını bulan program Üniversitemiz merkezi bilgisayarı Data General MV/4000 sisteminde çalıştırıldı. Elde edilen Nelson-Riley sonuçları Tablo-II.3.1,2,3' dendir.

θ (derece)	$\frac{1}{2} (\frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta} + \frac{\cos^2 \theta}{\theta})$	a (A°)
56.700	1.679	7.718
39.541	2.768	7.747
22.642	5.240	7.731
11.310	10.789	7.738
50.010	2.026	7.785
34.972	3.215	7.793

Tablo-II.3.1 a Eksenine İçin Yansıma Açısı Ve Nelson-Riley Fonksiyonunun Değerleri

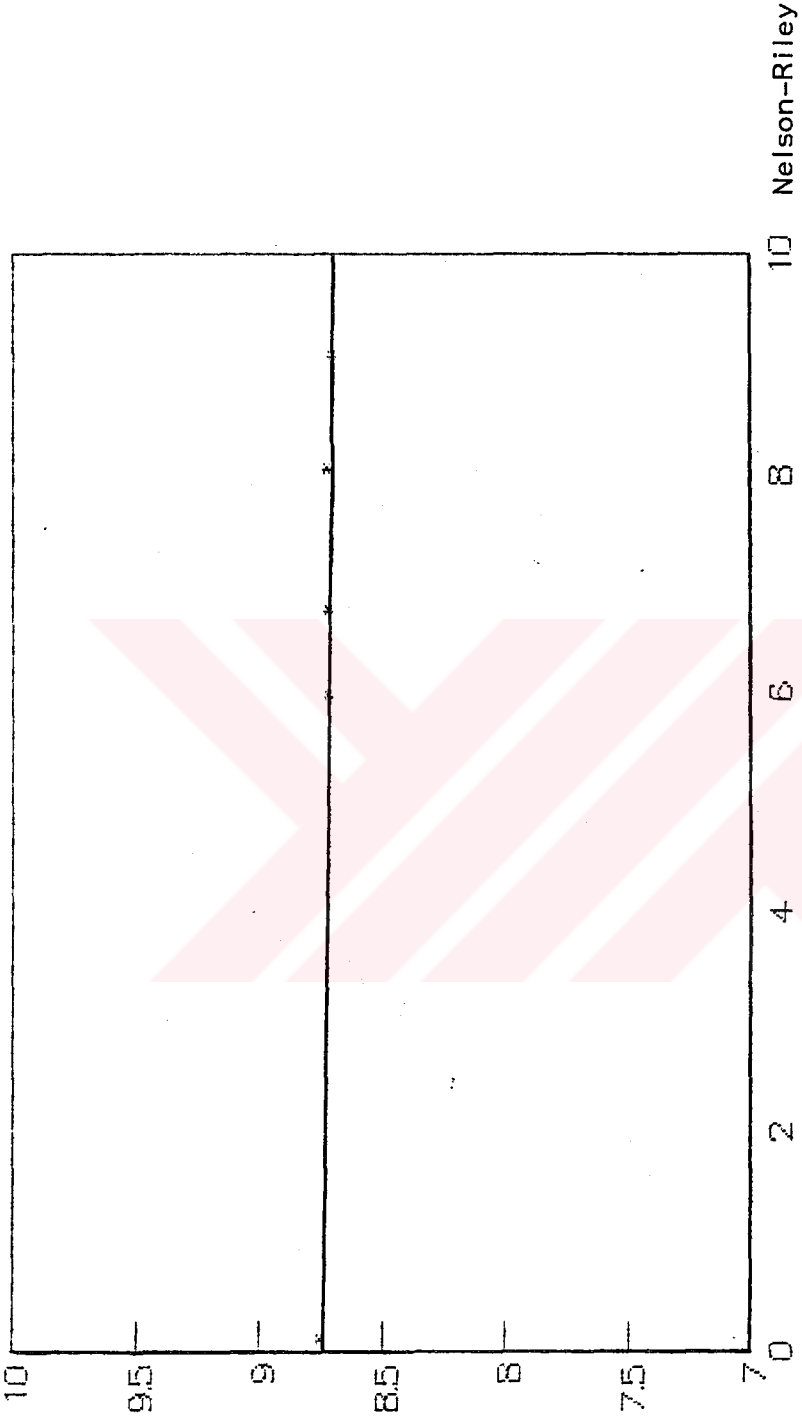
θ (derece)	$\frac{1}{2} \left(\frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta} + \frac{\cos^2 \theta}{\theta} \right)$	b (A°)
39.280	2.702	10.855
31.381	3.541	10.870
15.705	3.121	10.861
34.930	4.046	10.870

Tablo-II.3.2 b Eksenine İin Yansımaya Aısı Ve Nelson-Riley Fonksiyonunun Deęerleri

θ (derece)	$\frac{1}{2} \left(\frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta} + \frac{\cos^2 \theta}{\theta} \right)$	c (A°)
20.100	5.958	8.719
15.070	8.050	8.722
10.050	6.737	8.718
17.885	9.056	8.701

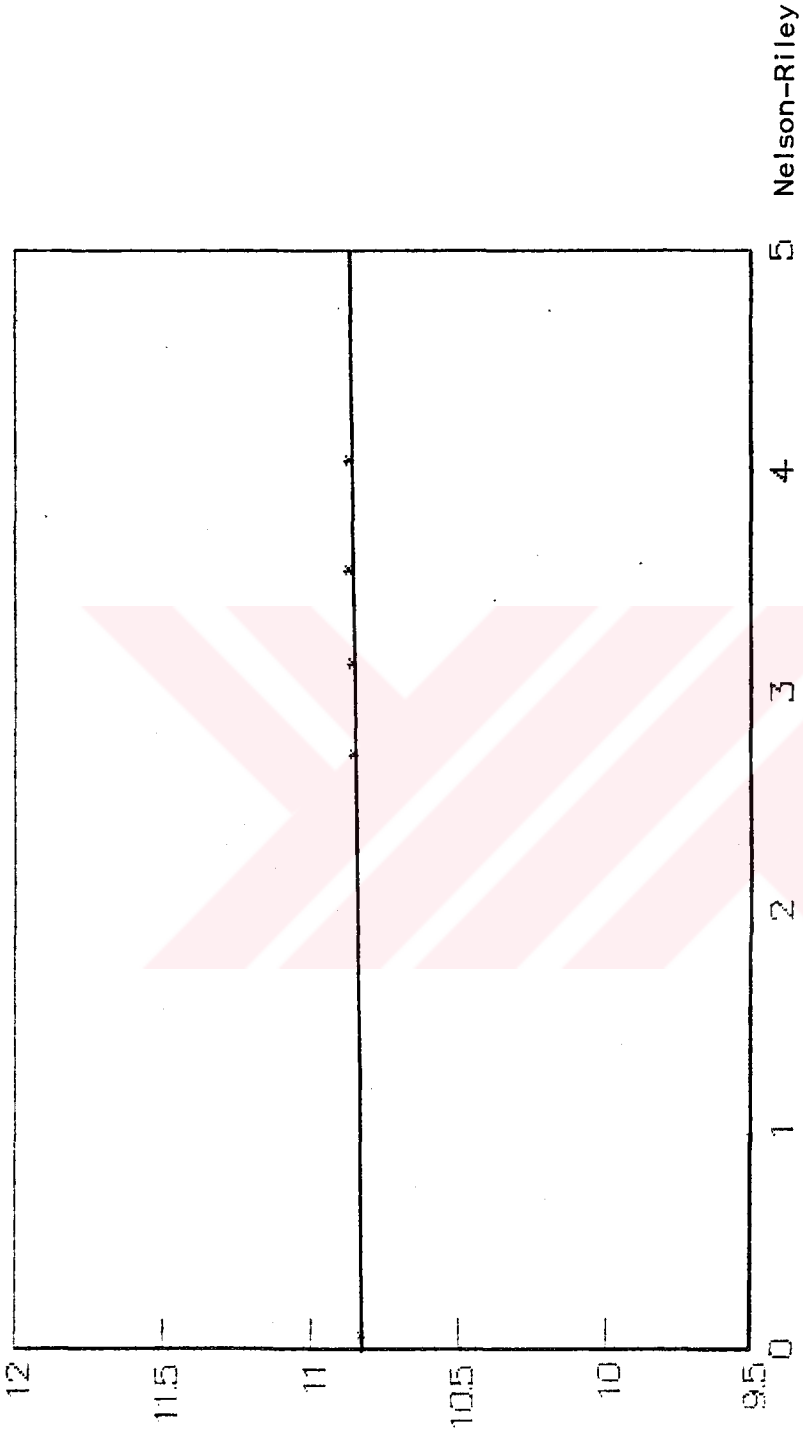
Tablo-II.3.3 c Eksenine İin Yansımaya Aısı Ve Nelson-Riley Fonksiyonunun deęerleri

Tablo-II.3.1,2,3 deki Nelson-Riley ve birim hcre parametrelerinin karřılıklı deęiřimleri Lotus123 programı ile IBM PC-40 tipi bilgisayarda izdirildi. Ařaęıdaki Őekil-II.3.7,8,9 elde edildi.



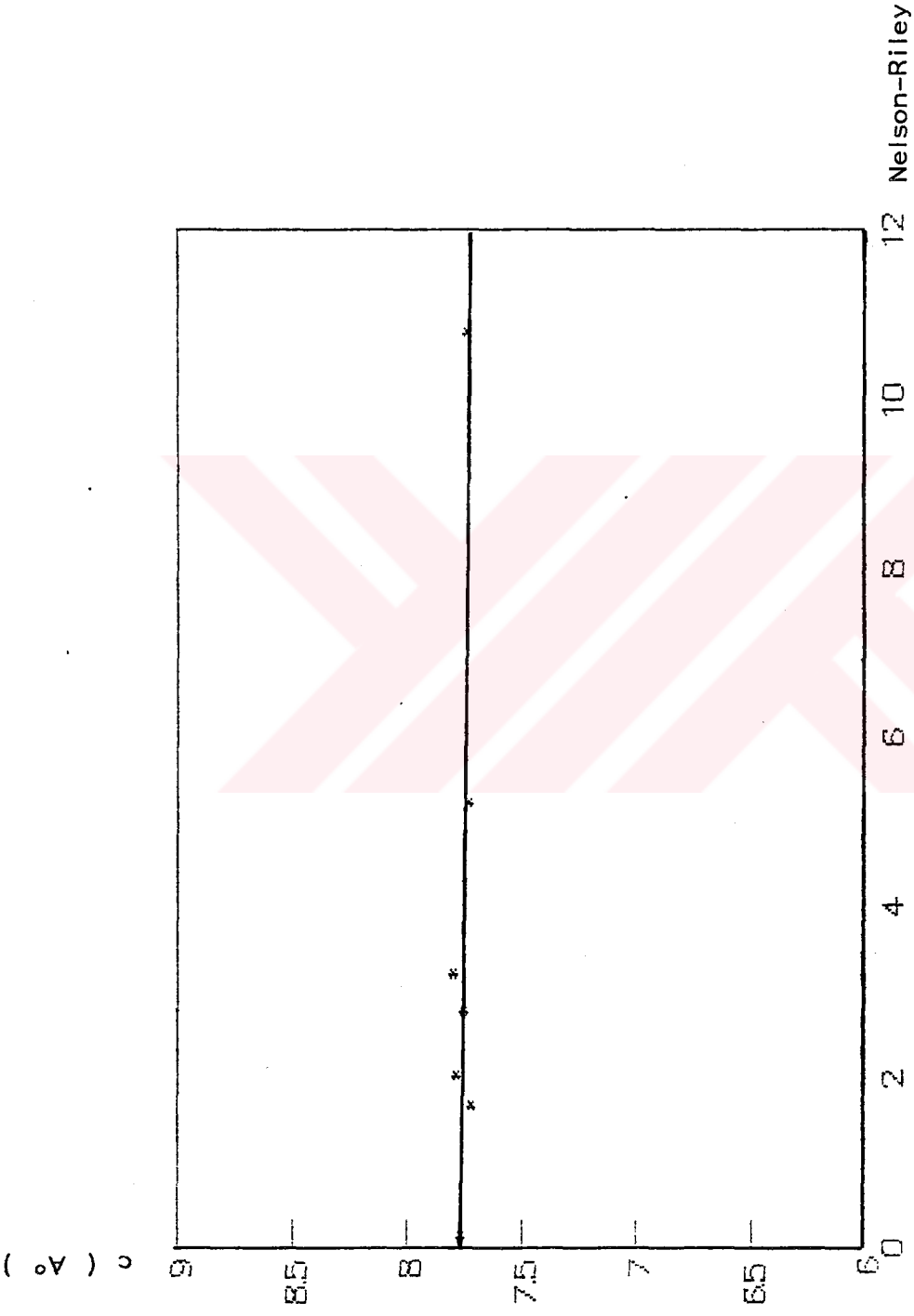
ŞEKİL-11.3.7 a Ekseninin Nelson-Riley Bağintısına Karşılık

Gelen En İyi Değeri



ŞEKİL-11.3.8 b Ekseninin Nelson-Riley Bağintısına karşılık

Gelen En İyi Değeri



ŞEKİL-11.3.9 c Ekseninin Nelson-Riley Bağıntısına karşılık
Gelen En İyi Değeri

Bu verilere göre birim hücre parametrelerinin en iyi değerleri ve nokta standart sapma değerleri aşağıdaki gibidir.

$$a = 7.762 \pm 0.023 \text{ \AA}$$

$$b = 10.825 \pm 0.028 \text{ \AA}$$

$$c = 8.750 \pm 0.037 \text{ \AA}$$



Birim Hücredeki Molekül Sayısının Bulunması

Birim hücredeki molekül sayısı, (Z) aşağıdaki gibi hesaplandı.
Sakkaroz kristalinin yoğunluğu $d = 1.5805 \text{ gr/cm}^3$ dür [31].

$$Z = d.V/M$$

M = Molekülün Formül Kütlesi

$$= 12 \times 12.011 + 22 \times 1.0080 + 11 \times 15.9994$$

$$= 342.3014 \text{ a.k.b.}$$

$$= 568.2222 \times 10^{-24} \text{ gr/mol}$$

V = Birim Hücresinin Hacmi

$$= a \times b \times c \times \sin (180-\beta)$$

$$= 717.272 \text{ \AA}^3$$

$$Z \approx 2.10$$

$$Z = 2$$

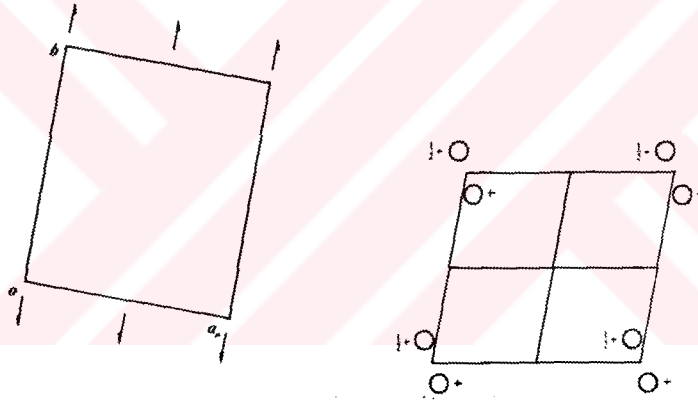
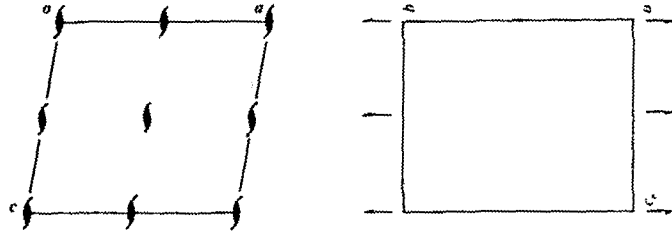
Bu verilerin ve elde edilen sönüm şartlarına göre incelenen kristalin uzay gurubunun $P2_1$ (No:4) olduğu tesbit edildi. Adı geçen uzay gurubunun simetri elemanları Şekil-11.3.10' da gösterilmiştir [32-33].

P2₁

MONOKLİNİK

No:4

Prensip Ekseni : b



Asimetrik Birim : $0 \leq x \leq 1$; $0 \leq y \leq 1$; $0 \leq z \leq 1/2$

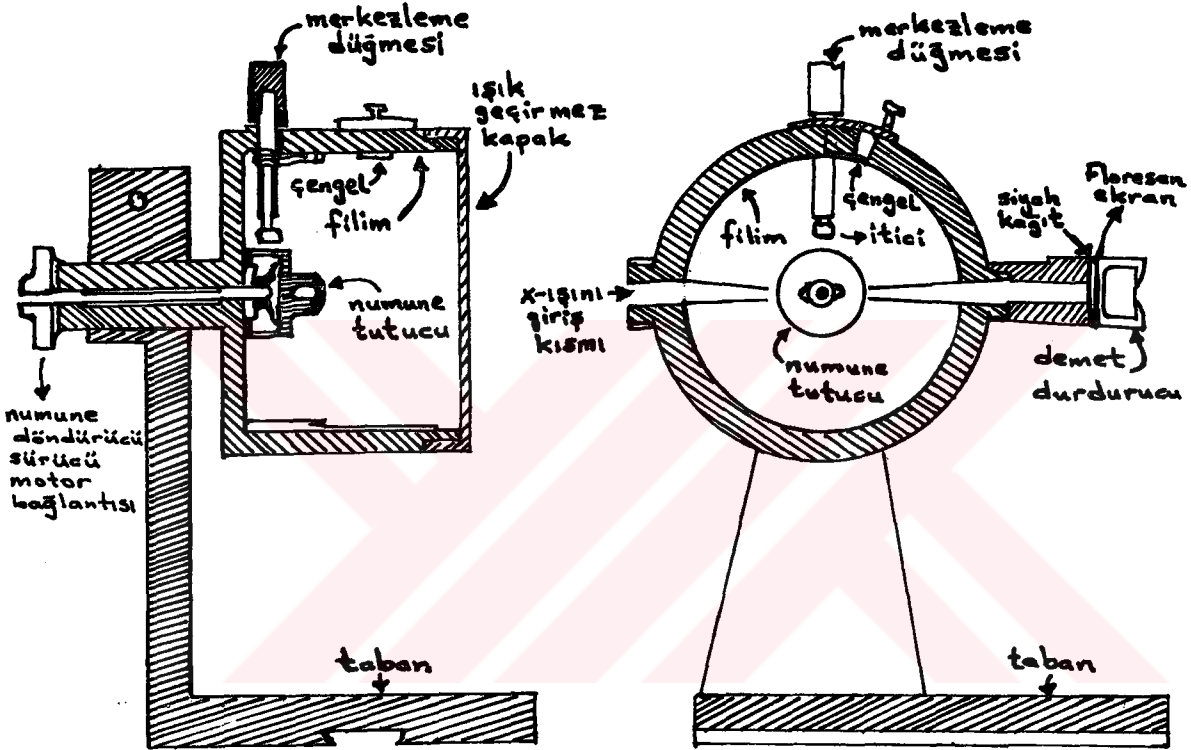
Genel konumlar : (1) x, y, z (2) $\bar{x}, y + 1/2, \bar{z}$

Yansımada şartı : $0 \leq k \leq 1$, $k = 2n$

Şekil-11.3.10 Uzay Gurubunun Simetri Elemanları

11.4. Debye-Scherrer Metodu İle Çalışmalar

Bir miktar madde agat havanda toz haline getirilip $CuK\alpha$ radyasyonu kullanılarak 114.6 mm çaplı Debye-Scherrer kamera-sında ışınlandı. Şekil_11.4.1' de böyle bir kamera görülmekte-dir.

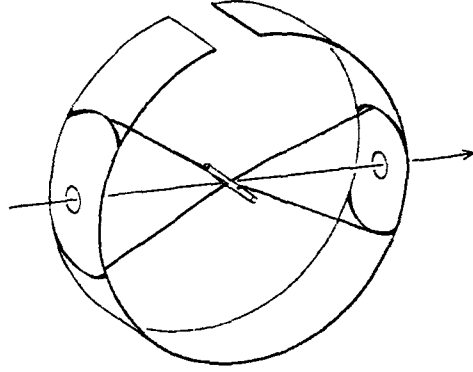


Şekil_11.4.1. Debye-Scherrer Kamerası

Bu kamera; gelen demeti kameranın içine almaya yarayan bir kolimatör, geçirilen demeti durdurmak için bir demet durdurucu bulundurur. Ayrıca kameranın iç çevresine filmi sıkıca bastır-mak için bir düzenek ve bir numune tutucudan ibarettir. Kame-ranın en önemli özelliklerinden biri de ışık sızdırmaz silindirik bir odaya sahip olmasıdır.

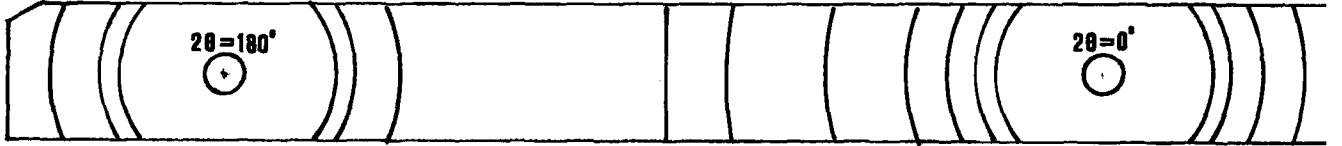
Kameranın iç çeperini tam olarak saracak film, şeridi film şeklinde bükülür. Hazırlanan silindirik numune silindir eksenini

üzerine yerleştirilir ve gelen X -ışını demeti saçılmaları gözle-
nir.



Şekil_11.4.2. Debye-Scheherer Kamerasında Yansıma Konileri

Şekil_11.4.2.' de de görüleceği gibi düzlemlerin meydana ge-
tirdiği saçılmalar, tepe yarım açısı 2θ olan bir koni meydana
getirir. Difraksiyon oluşturan bu radyasyon konileri silindirik
filim şeridini çizgiler boyunca keserek şekil_11.4.3' de de gö-
rüleceği gibi film üzerinde simetrik yerler oluştururlar
[34] .



Şekil-11.4.3. Debye-Scherrer Kamerasıyla Elde Edilen Bir Film

Bu yayları birbirinden ayırma kabiliyeti spektroskopi de, bir-
birine çok yakın dalga boylu iki radyasyon bileşenini ayırma
bilme gücüdür [9] .

Verilen difraksiyon çizgilerini film üzerinde konularından θ
açısı bulunabilir. λ dalga boyu bilindiğine göre çizgiyi oluş-
turan kristal düzlemlerinin d mesafesi bulunabilir ki burada en
küçük 2θ değeri latis mesafeleri en büyük olan düzlemlerden
yansıyarak meydana gelir.

$$4\theta_{\text{rad.}} = S/R \quad (11.4.1)$$

olduğu görülmektedir. Buradan derece olarak;

$$\theta_{\text{der.}} = (57.295.S/4.R) \quad (11.4.2)$$

şeklinde elde edilir. Çapı 114.6 mm olan kamerada

$$2\theta_{\text{der.}} = S/2 \quad (11.4.3)$$

olması gerekir.

Bragg yansıma şartından herbir θ değerine karşılık gelen d_{hkl} düzlemler arası mesafeler bulunur. Diğer yöntemlerle hesaplanan birim hücre parametreleri kullanılarak (11.4.4.) bağıntısından, (hkl) ye tam sayı değerler verilerek bragg yansıma şartından bulunan d_{hkl} değerlerinin karşılaştırılması sonucunda yansımalar indislenir. Burada monoklinik sistemde d_{hkl} denklemi (11.4.4) şeklinde verilir.

$$d_{hkl} = (1/(h^2/a^2 + l^2/c^2 - 2hl\cos\beta/ac + k^2/b^2))^{1/2} \quad (11.4.4)$$

Numune agat havanda dövülerek toz haline getirildi. Tozun mümkün olduğu kadar ince (10^{-4} - 10^{-5} mm civarında) öğütülmüş olmasına dikkat edildi [9]. Toz haline gelen madde bir miktar yapıştırıcı ile karıştırılıp çapı 0.5 mm. ve boyu da 1 cm olan ince bir silindirik çubuk şekline getirildi. Bir süre kurutulduktan sonra, numune tutucuya yerleştirildi. Numune tutucu döndürüldüğü zaman, numune tam olarak kamera eksenine çakışık şekilde dönebilecek biçimde monte edildi. Bu şekilde osilasyon ayarının yapılmasının sebebi, yansıtıcı durumdaki toz taneciklerinin sayısını arttırarak difraksiyon çizgilerini sürekli olarak elde etmek içindir. Numune bu şekilde hazırlandı ve kameraya yerleştirildi. Elde edilen film Şekil 11.4.4 'de gösterilmiştir.'



Şekil-11.4.4. Debye-Scherrer Filmi, 40 kV, 20 mA, filitresiz,
CuK α (ölçek : 4/10)

Debye-Scherrer kamerasında ışınlanan numuneye ait Şekil-11.4.4 de verilen film üzerindeki yansımaların konumları Enraf-Nonius mikrodensitometrede ölçüldü. Bu s (mm) değerlerini kullanıp Bragg yansıma şartından $d_{ölçüm}$ değeri hesaplayan ve h , k , l için mümkün olabilecek değerleri tarayıp, belli bir delta (Δ) hata aralığı içinde monoklinik kristal sistemine ait düzlem ifadesinden d_{hesap} , değerini bulup kıyaslayan ve sonucu $d_{ölçüm}$, d_{hesap} , h , k , l biçiminde listeleyen bir "X-Debye" adlı program geliştirildi [Ek-3] . Program daha önce belli bir isim altında açılar ve birim hücre parametrelerini, veri sayısını daha sonrakilerde de mm olarak s değerlerini içerir. Program çalışıp giriş ve çıkış kütük adlarını, h , k ve l nin minimum ve maksimum değerleri ile delta (Δ) hata aralığı değerini ekrandan okur , daha sonra çalışır ve sonuçları çıktı kütüğüne kaydeder.

Aşağıdaki veri kütüğünde;

$$h_{min.} = -20, k_{min.} = -20, l_{min.} = -20$$

$$h_{max.} = 20, k_{max.} = 20, l_{max.} = 20$$

Delta (Δ) = 0.0010 için program çalıştırıldığında verilen çıktı kütüğü elde edilir.

Veri Kütüğünün Listesi

7.745600 8.720000 10.855900103.300000

041

142.820
139.470
138.480
138.000
135.670
134.810
134.370
132.940
132.330
131.580
130.840
130.320
129.130
128.620
127.660
126.420
125.900
124.720
123.760
122.490
120.150
119.260
118.540
117.800
116.340
114.990
113.830
112.820
111.380
110.770
110.050
109.680
107.490
102.060
100.440
099.020
097.050
095.330
088.330
087.580
072.030

Çıktı Kütüğünün Listesi

S(mm)	TETA(deg)	SinQ	D(nea.)	D(cal.)	h	k	l					
142.820	71.410	.948	.813	.814	-6	0	12					
					-4	-8	8					
					-4	8	8					
					-1	-6	11					
					-1	-2	13					
					-1	2	13					
					-1	6	11					
					0	0	13					
					3	-6	9					
					3	6	9					
					4	-6	8					
					4	6	8					
					139.470	69.735	.938	.822	.822	-9	-2	0
-9	2	0										
-6	-8	4										
-6	8	4										
-2	-10	4										
-2	10	4										
1	-8	8										
1	8	8										
5	-2	9										
5	2	9										
6	0	8										
7	-2	6										
7	2	6										
9	-2	0										
9	2	0										
138.480	69.240	.935	.824	.823	-6	-8	0					
					-6	8	0					
					-3	-10	0					
					-3	-10	2					
					-3	10	0					
					-3	10	2					
					3	-10	0					
					3	10	0					
					6	-8	0					
					6	8	0					
					138.000	69.000	.934	.826	.826	-3	-10	1
										-3	10	1
										4	-8	5
4	8	5										
8	-4	2										
135.670	67.835	.916	.832	.833	8	4	2					
					-9	-2	5					
					-9	2	5					
					-6	-8	2					
					-6	8	2					
134.810	67.405	.923	.835	.835	-3	0	13					
					1	-6	10					
					1	6	10					
					2	-10	2					
					2	10	2					
					-9	-2	1					
					-9	0	6					
-9	2	1										
-8	0	9										
-7	-4	9										
-7	4	9										
-5	-8	6										
-5	-2	12										

					-5	2	12
					-5	8	6
					-3	-8	8
					-3	8	8
					-2	-10	3
					-2	-4	12
					-2	0	13
					-2	4	12
					-2	10	3
					1	-10	3
					1	10	3
					2	-8	7
					2	8	7
					3	-4	10
					3	0	11
					3	4	10
134.370	67.185	.922	.836	.836	1	-2	12
					1	2	12
					3	-8	6
					3	8	6
					4	-4	9
					4	4	9
					5	0	9
					7	0	6
132.940	66.470	.917	.841	.841	-9	-2	4
					-9	2	4
					-7	-6	6
					-7	6	6
					-5	-4	11
					-5	4	11
					0	-8	8
					0	8	8
132.330	66.165	.915	.843	.842	-9	-2	2
					-9	2	2
					-7	-2	10
					-7	2	10
					2	-10	1
					2	10	1
					4	0	10
					5	-6	6
					5	6	6
131.580	65.790	.912	.845	.844	-9	-2	3
					-9	2	3
					-6	-6	8
					-6	6	8
					-4	-8	7
					-4	8	7
					-2	-10	2
					-2	10	2
					-1	-10	3
					-1	10	3
					8	-2	3
					8	2	3
130.840	65.420	.909	.848	.848	-9	0	5
					-6	-4	10
					-6	-2	11
					-6	2	11
					-6	4	10
					-2	-8	8
					-2	8	8
					6	-6	4
					6	6	4

					8	-4	1
					8	4	1
130.320	65.160	.908	.850	.850	-9	0	1
					-8	-4	6
					-8	-2	8
					-8	2	8
					-8	4	6
					-5	0	12
					-2	-10	0
					-2	-10	1
					-2	10	0
					-2	10	1
					-1	-8	8
					-1	8	8
					2	-10	0
					2	10	0
					7	-6	1
					7	6	1
129.130	64.565	.903	.854	.854	0	-6	10
					0	6	10
					1	-4	11
					1	4	11
					2	-6	9
					2	6	9
					5	-8	2
					5	8	2
					6	-4	6
					6	4	6
128.620	64.310	.901	.855	.855	6	-2	7
					6	2	7
127.660	63.830	.897	.859	.858	-9	0	2
					-7	-6	5
					-7	0	10
					-7	6	5
					-3	-6	10
					-3	6	10
					-1	-10	2
					-1	10	2
					4	-8	4
					4	-6	7
					4	6	7
					4	8	4
126.420	63.210	.893	.864	.863	0	-2	12
					0	2	12
					1	-8	7
					1	8	7
					3	-6	8
					3	6	8
					7	-2	5
					7	2	5
125.900	62.950	.891	.866	.865	-8	-4	0
					-8	4	0
					-7	-6	0
					-7	6	0
					-6	0	11
					-1	-10	0
					-1	-10	1
					-1	10	0
					-1	10	1
					1	-10	0
					1	10	0
					2	-2	11

					2	2	11
					7	-6	0
					7	6	0
					8	-4	0
					8	4	0
124.720	62.360	.886	.870	.871	-7	-6	4
					-7	-4	8
					-7	4	8
					-7	6	4
					-4	-4	11
					-4	4	11
					-3	-8	7
					-3	8	7
					0	-10	1
					0	10	1
					5	-8	1
					5	8	1
123.760	61.880	.882	.874	.874	-5	-8	4
					-5	8	4
					-4	-8	6
					-4	8	6
					3	-8	5
					3	8	5
					8	-2	2
					8	2	2
122.490	61.245	.877	.879	.879	-8	-4	4
					-8	-2	7
					-8	2	7
					-8	4	4
					-7	-6	2
					-7	-6	3
					-7	6	2
					-7	6	3
					-4	0	12
					-3	-2	12
					-3	2	12
					-1	-2	12
					-1	2	12
					0	-4	11
					0	0	12
					0	4	11
					2	-4	10
					2	4	10
					5	-4	7
					5	4	7
					6	-6	3
					6	6	3
120.150	60.075	.867	.890	.890	-5	-8	1
					-5	8	1
					-3	-4	11
					-3	4	11
119.260	59.630	.863	.893	.892	-5	-6	8
					-5	6	8
					3	-4	9
					3	4	9
					4	-4	8
					4	4	8
					8	0	2
118.540	59.270	.860	.897	.897	-8	0	7
					-3	0	12
					5	0	8
					6	-4	5

117.800	58.900	.856	.900	.900	6	4	5
					-6	-2	10
					-6	2	10
					-4	-8	5
					-4	8	5
					8	-2	1
					8	2	1
116.340	58.170	.850	.907	.907	1	-8	6
					1	-2	11
					1	2	11
					1	8	6
					3	-8	4
					3	8	4
					4	-6	6
					4	0	9
					4	6	6
					6	-6	2
					6	-2	6
					6	2	6
					6	6	2
114.990	57.495	.843	.914	.913	0	-6	9
					0	6	9
					2	-8	5
					2	8	5
113.830	56.915	.838	.920	.921	-8	-2	0
					-8	2	0
					-6	0	10
					1	-4	10
					1	4	10
					8	-2	0
					8	0	1
					8	2	0
112.820	56.410	.833	.925	.927	-7	-2	8
					-7	2	8
					-2	-8	6
					-2	-6	9
					-2	6	9
					-2	8	6
					-1	-6	9
					-1	6	9
					1	0	11
					7	0	4
111.380	55.690	.826	.933	.932	-5	-6	7
					-5	6	7
					-1	-8	6
					-1	8	6
					5	-4	6
					5	4	6
					6	-6	1
					6	6	1
110.770	55.385	.823	.937	.936	-8	-2	1
					-8	-2	4
					-8	2	1
					-8	2	4
					-6	-4	8
					-6	4	8
					-3	-8	5
					-3	8	5
110.050	55.025	.819	.941	.940	3	-8	3
					3	8	3
109.680	54.840	.817	.943	.944	-8	-2	2
					-8	0	0

					-8	2	2
					-4	-8	0
					-4	8	0
					4	-8	0
					4	8	0
					6	-4	4
					6	4	4
					7	-4	1
					7	4	1
					8	0	0
107.490	53.745	.806	.956	.956	-7	-4	5
					-7	4	5
					3	-2	9
					3	2	9
					4	-6	5
					4	-4	7
					4	-2	8
					4	2	8
					4	4	7
					4	6	5
102.060	51.030	.777	.992	.991	-7	0	7
					-1	-6	8
					-1	6	8
					5	-4	5
					5	4	5
100.440	50.220	.768	1.003	1.003	-7	-2	6
					-7	2	6
					-5	-6	5
					-5	-4	8
					-5	4	8
					-5	6	5
					-3	-8	1
					-3	8	1
99.020	49.510	.761	1.014	1.015	1	0	10
					2	-8	2
					2	8	2
97.050	48.525	.749	1.029	1.028	-4	0	10
					2	-4	8
					2	4	8
					3	-6	5
					3	6	5
88.330	44.165	.697	1.106	1.106	-7	0	2
					-6	-4	1
					-6	4	1
					5	-4	3
					5	4	3
					6	0	3
87.580	43.790	.692	1.114	1.114	-4	-6	4
					-4	6	4
72.030	36.015	.588	1.311	1.311	3	-4	4
					3	4	4

Veri kütüğünde delta = 0.0001 için s = 99.20 mm değerine ait bir uyuşum elde edilemedi. Bu nedenle;

$$h_{\min.} = -20 \quad k_{\min.} = -20 \quad l_{\min.} = -20,$$

$$h_{\max.} = 20 \quad k_{\max.} = 20 \quad l_{\max.} = 20,$$

delta 0.0020 için çalıştırılıp aşağıdaki sonuç elde edildi, delta aralığı bu s değeri için en küçük 0.0020 oldu. Daha küçük değerlerde sonuç alınamadı.

$$h_{\min.}, h_{\max.}, k_{\min.}, k_{\max.};$$

$l_{\min.}, l_{\max.}$ için daha büyük verilen değerler için sonuca varılamadı. Çıktı kütüğünün listesi aşağıdadır.

S(mm)	TETA(deg)	SinQ	D(mea.)	D(cal.)	h	k	l
99.020	49.510	.761	1.014	1.012	-4	-4	9
					-4	4	9

BÖLÜM III

SONUÇLARIN TARTIŞILMASI

Bu çalışmada incelenen sakkaroz kristali Kayseri Şeker Fabrikasından alınan rafine şekerdir.

Yapı analizi için kristal kusurlarından arınmış bir tek-kristal seçildi. X-ışınları difraksiyonu ile tek kristal çalışması için Buerger Presesyon tekniği kullanıldı.

Buerger Presesyon kamerasında kristalin (h0l) , (0kl), (hk0) ... gibi sıfırıncı tabaka filimleri çekildi. Buradan eksen uzunlukları ve eksenler arasındaki açı bulundu. Buna göre sakkarozun kristal sisteminin monoklinik yapıda olduğu bulundu. Daha sonra sistematik sönümlerin incelenmesi için (1kl), (hk1), (h1l) gibi üst tabaka filimleri çekildi. Üst tabaka filimlerinin incelenmesi sonucunda 0k0 için $k = 2n$ yansıma şartı olduğu tesbit edildi. Yüzdürme metodu ile kristalin ölçülen yoğunluğu bulundu. Yoğunluk değeri ile birim hücredeki molekül sayısı Z hesaplandı. Bulunan kristal sisteminde, bu yansıma şartına uyan uzay gurubunun $P2_1$ (No:4) olduğu tayin edildi. Elde edilen birim hücrelerinin değeri aşağıdaki gibidir.

$$a = 7.762 \pm 0.023 \text{ \AA}$$

$$b = 10.825 \pm 0.028 \text{ \AA}$$

$$c = 8.750 \pm 0.037 \text{ \AA}$$

$$\alpha = \gamma = 90^\circ, \beta = (103.30 \pm 0.03)^\circ$$

Buenger filminden ölçülen yansımaların konumları kullanılarak hazırlanan "Nelson-Riley" programı ve onun çıktı kütüğünü veri kütüğü olarak kullanan ve yine geliştirdiğimiz en küçük kareler metoduna göre Nelson-Riley ve birim hücre ilişkisini bulup birim hücre parametrelerinin en iyi değerleri yukarıdaki gibi bulundu. Yapılan çalışmada bulunan sonuçlar ile daha önceki yapılan çalışmalar Tablo-III.1 de sıralanmıştır.

Ayrıca kristal sistemi, sönüm şartları, kristal yoğunluğu ve uzay gurubu bulundu. Bu verilerde kullanılarak Debye-Scherrer kamerasında kristalin çekilen toz filminden elde edilen yansımalar indislendi. Bunun için "X-Debye" programı Fortran dilinde ve Data General MV/4000 sisteminde hazırlandı ve kullanıldı.

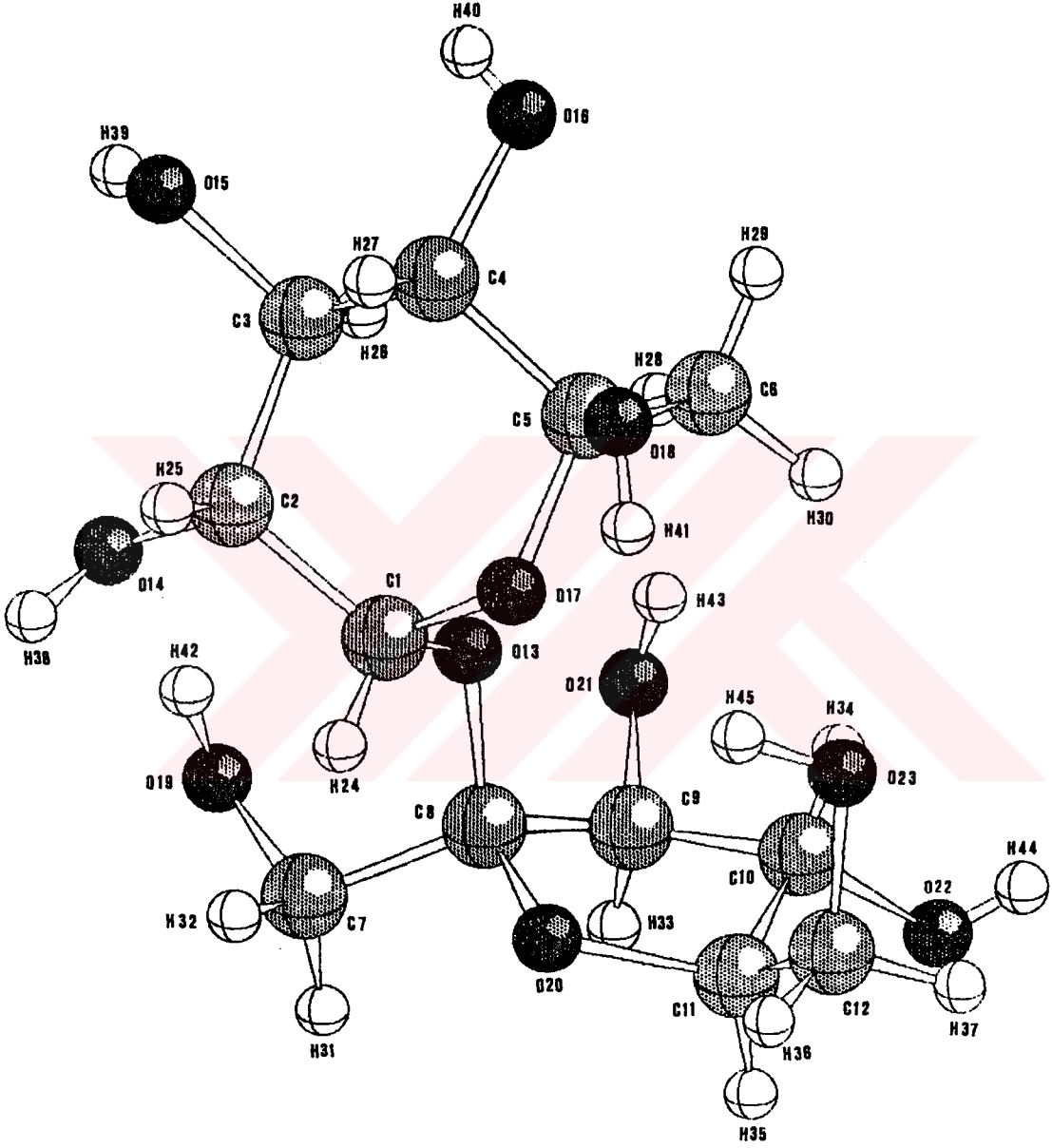
1973 yılında yapılan ve en son çalışma olan J.C. Hanson, L.C. Sieker ve L.H.Jensen'in yaptığı X-Işını çalışmasından elde edilen atom koordinatlarının verileri Tablo III.2 de gösterilmiştir. Bu tez çalışmasında Sucrose'un kristal yapısı araştırıldı. Kristal sistemi, birim hücre parametreleri, sönüm şartları ve uzay gurubu tayin edildi. "Ball & Stick" adlı program ile Tablo-III.2 de verilen koordinatlar kullanılıp molekülün mümkün en güzel görünüşü çizdirildi.. Ball And Stick, tel, uzay doldurma ve bunların stereo görünüşleri Machintosh Plus tipi bilgisayarda çizdirildi, Şekil-III.1, 2, 3, 4 [35] .

	a (Å)	b (Å)	c (Å)	β (°)	V (Å ³)	Sistem	Z	Uz.Gr.b.	Çalışmayı yapan
1- α -D-Glikopiranoz-2-	7.762	10.825	8.750	103.3	717.272	monoklinik	2	P2 ₁	Bu çalışma, 1991
β Fruktofuranosid (Sucrose)									
2 ¹ , 5 ¹ , Anhydroarabinosylcytosine	9.643	10.328	10.542	94.55	1046.59	monoklinik	2	P2 ₁	Birnbaum G.I., Budesinsky M. And Beranek J., 1987, [36].
Methyl 3,6-dideoxy- α -D-arabino-hexopyranoside, The immunodominant sugar of salmonella serogroup D ₁	7.478	7.933	14.064	90	834.31	orthorombik	4	P2 ₁ ² ₁ ² ₁	Birnbaum G.I., Bundle R.David, 1984, [37].
Sucrose	7.757	10.707	8.702	10295	704355	monoklinik	2	P2 ₁	Hanson J.C., Sienker, L.C. And Jensen L.H., 1973 [38].
Sucrose	7.758	10.863	8.705	102.945	714.05	monoklinik	2	P2 ₁	Brown G.M. And Levey, H.A., 1973, [39].
Sucrose	7.77	10.89	8.69	103	716.46	monoklinik	2	P2 ₁	Beevers C.A., Cochran W., 1946 [40].

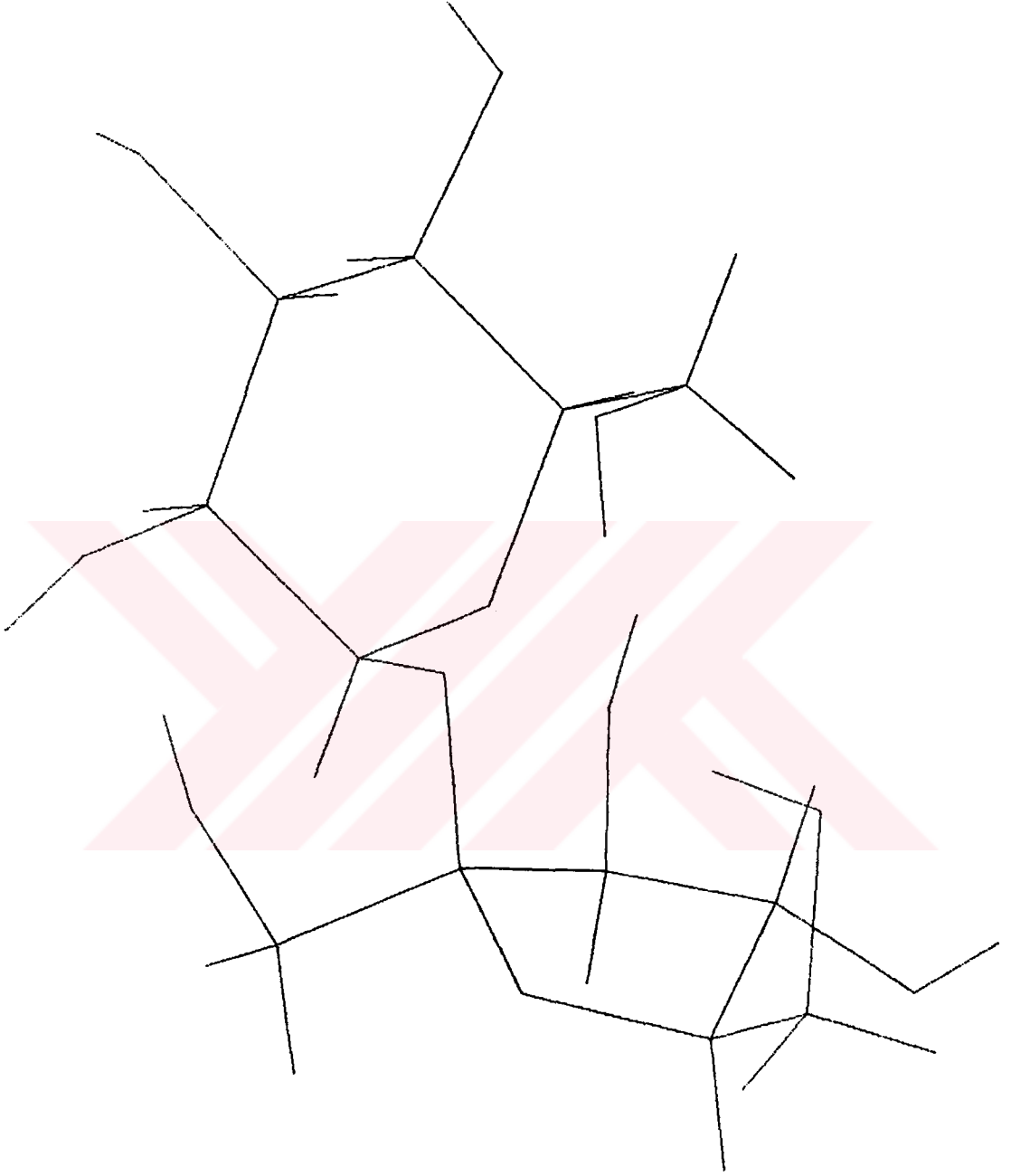
Tablo-III.1 Yapıları İncelenen Sakkaroz Kristaline Ait Kristalografik Veriler

Atom	X	Y	Z	$U_{izo.}$
C1	2998	3579	4852	155
C2	3126	4747	6354	170
C3	2855	6365	5644	187
C4	3739	6709	4422	230
C5	3591	5518	2955	186
C6	4572	5708	1643	292
C10	1032	1310	5434	270
C20	1244	1924	3690	181
C30	72	1905	2144	164
C40	649	1666	548	202
C50	1762	611	1284	247
C60	2892	816	467	271
O1	1712	3468	3909	151
O2	2287	4356	7472	275
O3	3090	7480	7028	332
O4	3488	8138	3552	628
O5	3773	3988	3685	185
O6	5815	5457	2859	232
O10	299	2356	6207	282
O20	2122	944	3160	255
O30	-743	3177	2049	195
O40	-217	971	-892	298
O60	3265	2386	398	323
H1	3274	2621	5306	8
H2	3967	4718	7060	17
H3	2001	6409	4985	18
H4	4606	6671	5157	19
H5	2754	5651	2178	15
H6	4511	6744	1367	23
H10	4391	4999	779	28
H20	600	317	5218	17
H30	1855	1140	6206	19
H40	-434	1036	2269	13
H50	-886	2585	209	16
H60	1462	-439	1117	21
H70	3627	209	1155	21
H7	2690	507	-870	24
H8	2645	3776	8251	55
H9	2517	7659	7394	43
H10	3430	8680	4078	63
H11	5951	3535	2783	69
H12	778	3111	6541	40
H13	-423	3922	1817	37
H14	-155	1376	-170	60
H15	3488	2694	1453	54

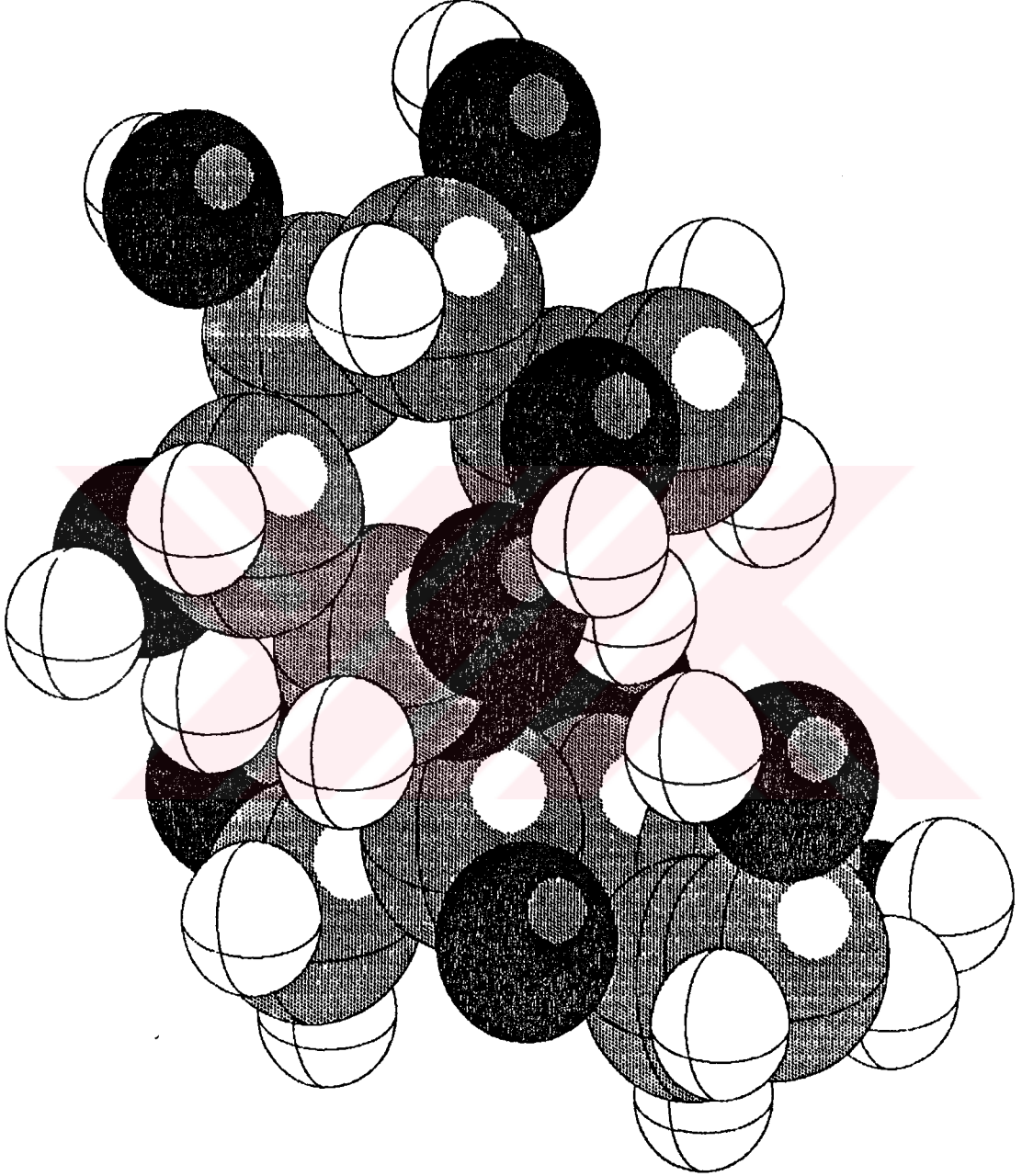
Tablo-III.2 Kesirsel Koordinatlar ($\times 10^5$) İzotropik Sıcaklık Faktörleri ($\times 10^4$ A $^{\circ 2}$)



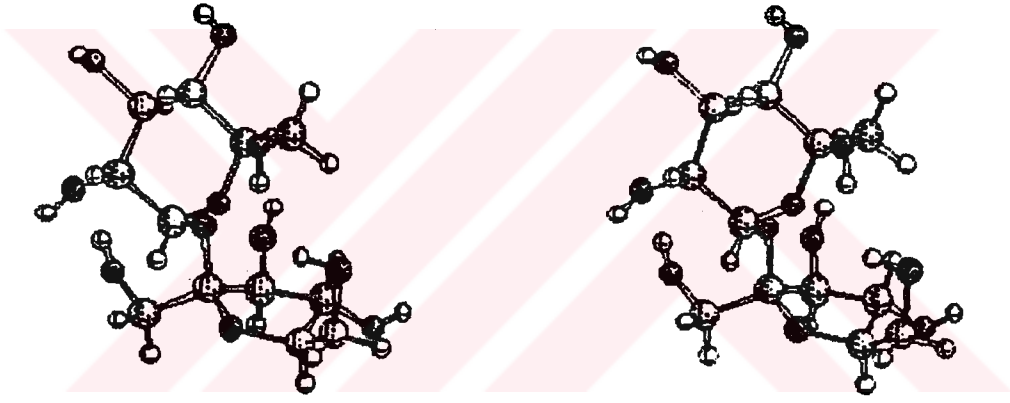
Şekil-III.1 C₁₂ H₂₂ O₁₁ Molekülü Ball And Stick Modeli



Şekil-III.2 $C_{12} H_{22} O_{11}$ Molekülü Tel Modeli



Şekil-III.3 C₁₂ H₂₂ O₁₁ Molekülü Uzay Doldurma Modeli



Şekil-III.4 $C_{12}H_{22}O_{11}$ Molekülü Stereo Görünüşü

KAYNAKLAR

- [1] . Saffet Rıza Alper, "Organik Sınai Kimya", İstanbul Üniversitesi Kimya Fakültesi Yayınları, 75-140.
- [2] . Adnan Menevşe, "Temel Biyokimya", 141-143, 1982.
Sevda Menevşe,
- [3] . L.Kleiner and R.Orten,"Biochemistry", C.V. Mosby Company, 56-70, 1966.
- [4] . Lubert Stryer, "Biochemistry", W.H. Freeman And Company, New York, 377, 1988.
- [5] . Albert L.Leninger, "Biochemistry", The Johns Hopkins University School Of Medicine, Worth Publishers Inc. 249-252, 1978.
- [6] . Hans Beyer, Wolfgang Walters, S.Hirzel " Organic Chemistry ", Verlag Stuttgart, 420-421, 1981.
- [7] . Martin J.Buerger, "X-Ray Crystallography", Robert E.Krieger Publ. Comp., Huntington,N.Y., 44-47, 1980.
- [8] . Hüseyin Soylu, "X-Işınları Difraksiyonu ile Kadmium Glutamat Dihidrat'ın Kristal Yapı Tayini", Doktora Tezi, 1989.
- [9] . Sema Öztürk, "X-Işınları Toz Difraksiyon Yöntemi ile Böbrek, Üreter ve Mesane Taşlarının Nitel Analizi", Bitirme Lisans Tezi, 1989.
- [10] . A.Fuat Cesur, "Kristal Simetriteri", Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi, Fizik Kürsüsü, 14.
- [11] . B.D.Cullity, Çev: A.Sümer, "X-Işınlarının Difraksiyonu", İstanbul Teknik Üniversitesi Yayınları, 89-90, 1966.
- [12] . George H.Stout, Lyle H. Jensen, "X-Ray Structure Determination, Macmillan Publishing Co, Inc. , Collier Macmillan Publishers, London, 437-439, 1968.

- 13]. Martin J.Buerger, "X-Ray Crystallography", Robert E.Krieger Publishing Comp., Huntington, New York, 107., 1980.
- 14]. Neil W.Ashcroft, "Solid State Physics", HRW International Editions, CBS Publishing Asia Ltd., 96 -101,1988.
- 15]. Ali Fuat Cesur, "Kristal Simetrileri", Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi, Fizik Kürsüsü, 21-23.
- 16]. Tahsin Nuri Durlu, "Katıhal Fiziğine Giriş", Ankara Üniversitesi, Fen Fakültesi, Ankara, 35 , 1989.
- 17]. A.Eroğlu, C.İşçi, " Katıhal Fiziği Ders Notları ", Ege Üniversitesi Fen Fakültesi Yayınları, No:76, Bornova, İzmir, 41-42, 1988.
- 18]. Leonid V.Azaroff, "Elements Of X-Ray Crystallography", Mc. Graw-Hill Book Comp.Inc. , 144-145, 1968.
- [19]. Leonid V.Azaroff, "Elements Of X-Ray Crystallography" , Mc. Graw-Hill Book Comp. Inc, 136-138 , 1968.
- 20]. M.M.Woolfson, "An Introduction To X-Ray Crystallography", Cambridge University Press, 152-155,1970.
- [21]. Martin J.Buerger, "The Precession Method In X-Ray Crystallography", John Wiley and Sons. Inc.New York, 3-11, 1964.
- 22]. A.L.Petterson, W.E. "Error Analysis For The Buerger Precession Camera", A.M. Min. , 45, 325-333, 1960.
- [23]. Leonid V. Azaroff, "Crystal Settings For Upper Level Photography, Precession Method", Rev. Sci.Instr., 25,928-929, 1954.
- [24]. W.H. Barnes, "Some Comments On The Beurger Precession Method For the Determination Of Unit Cell Constants and Space Groups" , A.M.Min. , 34, 173-180, 1949.

- [25] . Jr.H.T.Evans, "Note On the Accuracy Of the Buerger Precession Camera ", Rev. Sci. Instr. ,20,751,1949.
- [26] . Martin J.Buerger, "X-Ray Crystallography", Robert E.Krieger, Pub. Comp., New York, Chapter 5,1980.
- [27] . J.D.Dunitz, "X-Ray Analysis and The Structure Of Organic Molecules ", Cornel University Press. , Ithaica And London,273- 276 , 1979.
- [28] . Leonid V.Azaroff, "Elements Of X-Ray Crystallography", Mc. Graw-Hill Book Comp. Inc. , 446- 459 , 1968.
- [29] . "Integrating Precession Camera Operating , Instructions", Scientific Instruments Division, Enraf-Nonius, Delft-Holland.
- [30] . "International Tables For X-Ray Crystallography", Vol. II., D. Reidel Publishing Company, A Member Of The Kluwer Academic Publishers Group , Dordrecht, Boston, Lancaster, Tokyo, 194-201, 1985.
- [31] . "C.R.C. Handbook Of Chemistry And Physics", 58 th. , Editions,C-503, 1987-1988.
- [32] . "International Tables For The X-Ray Crystallography", Volume : I, The Press Birmingham, England, 78- 79 , 1969.
- [33] . "International Tables For Crystallography", Vol.: A, Space Group Symmetry, R. Reidel Publishing Comp. Dordrecth, Reprint With Correction, 110-113, 1984.

- 34] . R.W.M.D'eye , A.R.I.C.E.Wait, " X-Ray Powder Photography"
Butterworths Scientific Publications,
London, 39-45, 1960.
- 35] . Nobert Müller and Aleksander Falk, "Ball and Stick", Molekü-
ler Çizim Programı, 1987.
- 36] . G. I. Birnbaum, M. Budessingsky and J.Beranek, Can. J. Chem
Vol. 65, 271-276, (1987).
- 37] . G.I. , Birnbaum, R. David Bundle, Can, J. Chem., Vol.63 ,
No:3, 739-744, (1985).
- 38] . J.C. Hanson, L.C. Sieker And L.H. Jensen, Acta Cryst. , B29,
797-808, (1973).
- 39] . G.M.Brown and H.A.Levye, Acta Cryst. B29, 790-797, (1973).
- 40] . C.A. Beevers , W. Cochran, Nature, 157, 872, (1946).

EK-1

```
C***** NELSON-RILEY*****
C PROGRAM TERS ÖRGÜ PARAMETRELERİNDEN GERÇEK ÖRGÜ PARAMETRELERİNİ
C HESAPLAR , BU PARAMETRELERİ KULLANARAK TETA AÇISINI HESAPLAR
C HESAPLANAN BU AÇI YARDIMIYLA NELSON-RILEY BAĞINTISI
C
C 1/2(COS(TETA)**2/SIN(TETA) + COS(TETA)**2/(TETA))
C
C 'NİN DEĞERİ BULUNUR. GERÇEK ÖRGÜ VE BUNUN NELSON-RILEY
C KARŞILIGI İSTENİLEN İSİM ALTINDA ÇIKTI KUTUĞÜNE KAYDEDİLER.
C BU ÇIKTI KUTUĞÜ ERXREG PROGRAMININ GİRİŞ VERİSİ OLARAK
C KULLANILIR. DATA GENERAL MV400 BİLGİSAYAR SİSTEMİ İÇİN
C FORTRAN-77 DİLİNDE HAZIRLANIP ÇALIŞTIRILDI.
C M. AKKURT, S. ÖZTURK, E.Ü. FEN-ED. FAK. FİZİK BÖLÜMÜ ,
C X-İŞİNLARI ARAŞTIRMA LABORATUVARI , (1991) , KAYSERİ .
C
C CHARACTER*1 EKSEN,RTUR(20)
C CHARACTER*4 RAD
C CHARACTER*5 INPFI,OUTFI
C DIMENSION RNL1(20),RNL2(20),IXYZ(20),TET(20),RN(20),GORG1(20)
C DIMENSION TORG(20),GORG(20),TETA(20),SINT(20),COS2T(20),RNL(20)
C WRITE(*,*)'VERİ KUTUĞUNUZUN ADI (A5) : '
C READ(*,100) INPFI
100 FORMAT(A5)
C WRITE(*,*)'ÇIKTI KUTUĞU ADI (A5) : '
C READ(*,100) OUTFI
C OPEN(1,FILE=INPFI,STATUS='OLD')
C OPEN(2,FILE=OUTFI,STATUS='UNKNOWN')
C WRITE(*,*)'DALGA BOYU TURUNU (A4) [ CU VEYA MO ] : '
C READ(*,200) RAD
200 FORMAT(A2)
C IF(RAD.EQ.'MO') GO TO 101
C DALKA = 1.5418
C DALKB = 1.3922
C GO TO 102
101 DALKA = 0.7107
C DALKB = 0.6323
102 WRITE(*,*)' BETA DEĞERİNİ GİRİNİZ (F5.1) : '
C READ(*,300) BETA
300 FORMAT(F5.1)
C BETA=BETA/(57.2955)
C READ(1,400) N,EKSEN
400 FORMAT(I2,2X,A1)
C
C TERS ORGU VE ONUN EKSENİNE AIT MILLER İNDİSİ OKUNUR.
C
C DO 111 I=1,N
C READ(1,500) TORG(I),IXYZ(I),RTUR(I)
500 FORMAT(F8.4,I5,A1)
111 CONTINUE
999 SINBET=SIN(BETA)
C
C GERCEK ORGU , TETA VE NELSON-RILEY BAĞINTISININ DEĞERLERİ
C HESAPLANIR.
C
C PRINT*, '
C PRINT*, 'HESAPLANAN TETA AÇI DEĞERLERİ (DERECE) : '
C DO 222 J=1,N
C IF(EKSEN.EQ.'B') SINBET=1.0
C IF(RTUR(J).NE.'A') GO TO 103
C DALGA = DALKA
C GO TO 104
103 DALGA = DALKB
```



```
104  GORG(J)=(60*DALGA*IXYZ(J))/(TORG(J)*SINBET)
      TETA(J)=ASIN((0.5*DALGA/SINBET)*
*  SQRT((IXYZ(J)**2*(SINBET**2))/GORG(J)**2))
      SINT(J)=SIN(TETA(J))
      COS2T(J)=(COS(TETA(J)))*(COS(TETA(J)))
      RNL1(J)=COS2T(J)/SINT(J)
      RNL2(J)=COS2T(J)/TETA(J)
      RNL(J)=0.5*(RNL1(J) + RNL2(J))
      TET(J)=TETA(J)*57.2955
      PRINT*,TET(J)
222  CONTINUE
C
C  CIKTI KUTUGUNE NELSON-RILEY VE GERCEK ORGU DEGERLERI YAZILIR.
C
      M=1
      DO 333 K=1,N
      IF(TET(K).LE.5) GO TO 333
      RN(M)=RNL(K)
      GORG1(M)=GORG(K)
      M=M+1
333  CONTINUE
      MM=M-1
      WRITE(2,600)MM,EKSEN
600  FORMAT(I2,2X,A1)
      DO 444 L=1,MM
      WRITE(2,700) RN(L),GORG1(L)
700  FORMAT(2F8.4)
444  CONTINUE
      STOP
      END
```

```
C***** ERXREG *****
C      EN KUÇUK KARELER METODU İLE KRİSTALOGRAFİK BİRİM HÜCRE
C      EKSEN BOYLARININ EN İYİ DEĞERLERİNİ VE STANDART SAPMALARINI
C      HESAPLAYAN
C      FORTRAN-77
C      DİLİNDE BİR PROGRAMDIR.
C      M. AKKURT , SEMA ÖZTURK , E. Ü. FEN-ED. FAK. FİZİK BÖLÜMÜ
C      X-IŞINLARI LABORATUVARI , (1991) , KAYSERİ .
C      (VERİLER KUTUKLERDEN OKUNUR , SONUÇLAR EKRANA VE ÇIKTI KUTUGÜNE
C      YAZILIR. PROGRAM DATA GENERAL MV4000 BİLGİSAYAR SİSTEMİNDE
C      HAZIRLANIP ÇALIŞTIRILMIŞTIR.)
C      REF.:OKYAY ALPAUT,'KİMYACILAR İÇİN PRATİK HESAP',H.Ü. YAYINLARI
C      A 49 , (1984) , ANKARA , PAGE:148-159 .
C
C      CHARACTER*1 EKSEN
C      CHARACTER*5 IFILE , OFILE
C      DIMENSION X(20) , Y(20)
C
C      PROGRAMA VERİ VE ÇIKTI KUTUGU ADLARI GIRILIR.
C
C      WRITE(*,*)'VERİ KUTUGUNUZUN ADINI GIRINIZ (A5) :'
100    READ(*,100) IFILE
      FORMAT(A5)
      WRITE(*,*)'ÇIKTI KUTUGUNUZUN ADINI GIRINIZ (A5) :'
200    READ(*,200) OFILE
      FORMAT(A5)
      OPEN(1,FILE=IFILE,STATUS='OLD')
      OPEN(2,FILE=OFILE,STATUS='UNKNOWN')
C
C      VERİ KUTUGUNDEN VERİ SAYISI VE İŞLEM YAPILAN EKSEN ADI OKUNUR.
C
C      VERİ KUTUGUNDEN X (NELSON-RILEY BAĞINTISI SONUÇLARI) VE
C      BUNLARA KARŞI GELEN Y (EKSEN UZUNLUK DEĞERLERİ) OKUNUR ,
C      VEKTORLARA ATANIR.
C
300    READ(1,300) N ,EKSEN
      FORMAT(I2,2X,A1)
      DO 111 J=1,N
400    READ(1,400) X(J),Y(J)
      FORMAT(2F8.4)
111    CONTINUE
      T1=0.0
      T2=0.0
      T3=0.0
      T4=0.0
      T5=0.0
C
C      OKUNAN X VE Y DEĞERLERİ İLE İLGİLİ DEĞİŞKENLER HESAPLANIR.
C
      DO 222 J=1,N
      T1=T1 + X(J)
      T2=T2 + Y(J)
      T3=T3 + X(J)*Y(J)
      T4=T4 + X(J)**2
      T5=T5 + Y(J)**2
222    CONTINUE
C
C      EN KUCUK KARELER METODUNA GORE ELDE EDİLEN DOGRUNUN
C      (Y = A*X + B) A VE B TERİMLERİ HESAPLANIR.
C
      A=(T1*T2 - N*T3)/(T1**2 - N*T4)
```

```
B=(T2/N - A*T1/N)
WRITE(2,450)
450  FORMAT(/,1X,48('='),/)
      WRITE(2,500) A,B
500  FORMAT(' DOGRU DENKLEMI :    Y = ',F8.4,'*X + ',F8.4)
      WRITE(2,450)
C
C      B' DEKI STANDART SAPMA DEGERI VE YAPILAN ISLEMIN DOGRULUGUNU
C      GOSTEREN KORELASYON KATSAYISI HESAPLANIR.
C
      SXY= T3 - T1*T2/N
      SX = T4 - T1*T1/N
      SY = T5 - T2*T2/N
      R2 = SXY*SXY / SX*SY
      SB = SQRT(ABS((SY*(1-R2)*T4)/(SX*(N-2)*N)))
      CO = SXY/((SQRT(ABS(SX)))*(SQRT(ABS(SY))))
      WRITE(*,*)'          '
      WRITE(*,*)'          KORELASYON KATSAYISI = ',CO
      WRITE(2,600)CO
600  FORMAT(//,'          KORELASYON KATSAYISI =',F8.4,//)
      WRITE(*,700) EKSEN,B,SB
C
C      EKSENIN EN IYI DEGERI VE STANDART SAPMASI YAZDIRILIR.
C
700  FORMAT(//,15X,' EKSENIN EN IYI DEGERI VE STANDART SAPMASI ', /
*      ,15X,43('='),/,18X,A1,'-ekseni = ',F10.4,' +/- ',F10.4,//)
      WRITE(2,750) EKSEN,B,SB
750  FORMAT(10X,A1,'-ekseni = ',F8.4,' +/- ',F6.4)
      END
```

```
C *****X-DEBYE PROGRAMI*****
C BU PROGRAM DEBYE-SCHERRER TOZ DİFRAKSİYON FOTOĞRAFLARINI
C İNDİSLEMekte KULLANILMAKTADIR. MONOKLİNİK P 21 (No:4) UZAY GRUBU
C İÇİN DATA GENERAL MV4000 BİLGİ SAYAR SİSTEMİNDE HAZIRLANIP
C ÇALIŞTIRILMIŞTIR.
C M. AKKURT, S. ÖZTÜRK ; Erciyes Üniversitesi,
C Fen-Ed. Fak. , Fizik Bölümü , X-Işınları Araştırma Laboratuvarı,
C 38039-Kayseri,(1991).
C
C DIMENSION IYH(1000),IYK(1000),IYL(1000),DYHKL(1000)
C DIMENSION IIH(1000),IIK(1000),IIL(1000),DIHKL(1000)
C DIMENSION YSAY(1000),YTET(1000),YSIN(1000),YDIS(1000)
C DIMENSION SYAY(1000),TETA(1000),SINT(1000),DIS(90)
C DIMENSION DISO(1000),S(90),SINT1(90),TETA2(90),DISAO(90)
C CHARACTER*5 AB,BC
C PRINT* , 'VERİ KUTUGUNUZUN ADINI GIRINIZ (A5) : '
C READ(*,100) AB
100 FORMAT(A5)
C PRINT* , '
C PRINT* , 'CIKTI KUTUGUNUZUN ADINI GIRINIZ (A5) : '
C READ(*,100) BC
C OPEN(1,FILE=AB,STATUS='OLD',FORM='FORMATTED')
C OPEN(2,FILE=BC,STATUS='UNKNOWN')
C OPEN(3,FILE='SONUC')
C OPEN(4,FILE='ARA')
C PRINT* , '
C
C VERİ KUTUGUNDEN VERİ SAYISININ OKUNMASI
C
C READ(1,200) A,B,C,BETA
200 FORMAT(4F10.6)
C READ(1,300) IDONGU
300 FORMAT(I3)
C DO 10 M=1,IDONGU
C
C FILİM ÜZERİNDE OLCULEN S DEĞERLERİNİN OKUNMASI (MM)
C
C READ(1,400) S(M)
400 FORMAT(F8.3)
C
C TETA ACISİNİN HESAPLANMASI (DERECE)
C
C TETA(M)=(S(M))/(2.0)
C TETA2(M)=(TETA(M))/(57.2955)
C
C CuKalpha RADYASYONU DALGABOYU (ANGSTROM)
C SINUS TETANIN HESAPLANMASI
C
C SINT(M)=SIN(TETA2(M))
C SINT1(M)=(SINT(M))*(2.0)
C
C D DÜZLEMLER ARASI UZAKLIĞININ HESAPLANMASI
C
C DISAO(M)=(1.54178)/(SINT1(M))
C PRINT *,'DISAO ', DISAO(M)
10 CONTINUE
C WRITE(2,500)
500 FORMAT(' S(mm) TETA(deg) SinQ D(mea.) D(cal.)
* h k l'
* ,/,80('-')
C WRITE(3,600)
600 FORMAT(' h k l D(cal.) ,/,32('-'))
```

```
BETA=BETA*(0.017453292)
PRINT*, ' '
PRINT*, ' '
WRITE(*,*)' H ICIN BASLANGIC DEGERI ! (-) tek/cift SAYI veya 1 (IBH=) '
READ(*,*) IBH
WRITE(*,*)' K ICIN BASLANGIC DEGERI ! (-) cift SAYI veya 2 (IBK=) '
READ(*,*) IBK
WRITE(*,*)' L ICIN BASLANGIC DEGERI ! (-) tek/cift SAYI veya 1 (IBL=) '
READ(*,*) IBH
WRITE(*,*)' H ICIN DONGU UST SINIRINI GIRINIZ (IH =) '
READ(*,*) IVH
WRITE(*,*)' K ICIN DONGU UST SINIRINI cift sayi GIRIN (IK =) '
READ(*,*) IVK
WRITE(*,*)' L ICIN DONGU UST SINIRINI GIRINIZ (IL =) '
READ(*,*) IVL
M=0
PRINT*, 'DELTA ARALIK DEGERINI GIRINIZ (F6.4) 0.0000 gibi : '
READ(*,700) DELTA
700 FORMAT(F6.4)
C
C *****
C
DO 20 IH=IBH,IVH,1
DO 30 IK=IBK,IVK,2
DO 40 IL=IBL,IVL,1
C
C MONOKLINIK P 21 (No:4) UZAY GRUBUNDA k=2n OLAN YANSIMALAR
C MEVCUT OLUP , BASKA YANSIMA SARTI YOKTUR.
C
C H=0 , K=0 , L=0 ISLEME KATILMAZ .
C
IF((IH.EQ.0).AND.(IK.EQ.0).AND.(IL.EQ.0)) GO TO 40
A2=A**2
B2=B**2
C2=C**2
IH2=IH**2
IK2=IK**2
IL2=IL**2
SIN2B=(SIN(BETA))**2
D1=IH2/(A2*SIN2B)
D2=IL2/(C2*SIN2B)
D3=(2*IH*IL*(COS(BETA)))/(A*C*(SIN2B))
D4=IK2/B2
DSQ=SQRT(D1+D2-D3+D4)
C
C D DUZLEM UZAKLIGI HESAPLANIR. ('X-RAY CRYSTALLOGRAPHY' ,
C M. J. BUERGER , ROBERT E. KRIEGER PUBLISHING COMP., NEW YORK ,
C (1980), CHAPTER 5 , PAGE 103 .
C
DHKL=1/DSQ
PRINT *,IH,IK,IL,DSQ,DHKL
C
C MUMKUN BUTUN YANSIMALAR 'SONUC' ADLI KUTUGE H,K,L ve D(hes)
C BASLIGI ALTINDA KAYDEDILIR.
C
WRITE(3,800) IH,IK,IL,DHKL
800 FORMAT(3I4,3X,F15.5)
DO 50 N=1,IDONGU
C
C AGIRLIKLI CuKalpha RADYASYONU DALGA BOYUNA GORE HESAPLANAN
C D DUZLEM MESAFESI (DISAO) BELLİ BİR DELTA HATA ARALIGI EKLENİP
C ÇIKARILARAK OLCULEN DEGERLE KIYASLANIR
```

```
C      FARK1=DISAO(N)-DELTA
      FARK2=DISAO(N)+DELTA
C
C      DELTA HATA ARALIGINA DUSEN YANSIMA SECILIR VE KUTUGE YAZILIR.
C
      IF((DHKL.LT.FARK1).OR.(DHKL.GT.FARK2)) GO TO 50
      M=M+1
      WRITE(4,900)M,S(N),TETA(N),SINT(N),IH,IK,IL,DISAO(N),DHKL
900    FORMAT(I3,3X,3F8.4,3I5,2F8.4)
      GO TO 40
50     CONTINUE
40     CONTINUE
30     CONTINUE
20     CONTINUE
      REWIND 4
      K=1
      PRINT*, '
      PRINT*, 'ARA KUTUKTEN VERILERI OKUYUP VEKTORLERE ATIYOR VE'
      PRINT*, 'VERILERI KENDI ICINDE KARSILASTIRIP CIKTI KUTUGUNE'
      PRINT*, 'YAZIYORUM, LUTFEN BEKLEYINIZ !'
      PRINT*, '
      PRINT*, '
111    * READ(4,1000,END=222) SYAY(K),TETA(K),SINT(K),IIH(K),IHK(K),
      * IIL(K),DISO(K),DIHKL(K)
1000   FORMAT(6X,3F8.4,3I5,2F8.4)
      K=K+1
      GO TO 111
222    DO 60  N=1,IDONGU
      M=0
      DO 70  J=1,K-1
      IF(S(N).NE.SYAY(J)) GO TO 70
      M=M+1
      YSAY(M)=SYAY(J)
      YTET(M)=TETA(J)
      YSIN(M)=SINT(J)
      YDIS(M)=DISO(J)
      DYHKL(M)=DIHKL(J)
      IYH(M)=IIH(J)
      IYK(M)=IHK(J)
      IYL(M)=IIL(J)
70     CONTINUE
      DO 80  IJ=1,M
      IF(IJ.EQ.1) GO TO 333
      GO TO 444
333    * WRITE(2,1100) YSAY(IJ),YTET(IJ),YSIN(IJ),YDIS(IJ),DYHKL(IJ),
      * IYH(IJ),IYK(IJ),IYL(IJ)
1100   FORMAT(5F10.3,7X,3I7)
      GO TO 80
444    WRITE(2,1200) IYH(IJ),IYK(IJ),IYL(IJ)
1200   FORMAT(57X,3I7)
80     CONTINUE
60     CONTINUE
      PRINT *, '
      PRINT *, '
      PRINT *, '
      PRINT *, 'CIKTINIZ ', BC , ' ADLI KUTUKTEDIR '
      PRINT *, '
      PRINT *, '
      STOP
      END
```