

T.C.

ERCIYES ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

X-IŞINLARI DİFRAKSİYONU İLE
(Na ve K)-BAKIR-GLUTAMAT KOMPLEKSLERİNİN
İNCELENMESİ

VE

X-IŞINLARI TOZ DİFRAKSİYON
YÖNTEMİ İLE BÖBREK, ÜRETER VE MESANE
TAŞLARININ NİTEL ANALİZİ

MEHMET AKKURT

BİLİM UZMANLIĞI

TEZİ

KAYSERİ

1982

ABSTRACT

Single Sodium-Copper-Glutamate crystals prismatic in shape have been obtained by slow evaporation, at room temperature, of solution. The unit cell parameters of crystal have been determined from Buerger Precession Technigue by using $\text{CuK}\alpha$, radiation as $a=11.057 \text{ \AA}$, $b=10.341 \text{ \AA}$, $c=7.245 \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$. By the results obtained it has been decided that the crystal system is orthorhombic. By repeating the same procedure for Potassium-copper-Glutamate crystals, the crystal and the unit cell parameters of ~~that~~ have been found out.

As a result, It has been determined that the **two** crystals have the same unit cell parameters. From the measured density of crystal, the number of molecules in unit cell have been found out. By means of this result and the systematic dampings, It is decided that the space group of crystal is (P 2,2,2)

In the second part of ~~this~~ study, the qualitative analysis of three bladder, two kidney, and two ureter stones, taken from Department of urology at faculty of Medicine in Erciyes University, has been made by the powder diffraction method of x-rays. The PHILIPS diffractometer has been used in this work.

TEŞEKKÜR

Bu tezin deneysel çalışmalarını yapabilmem için , Hacettepe Üniversitesi Müh.Fak. Fizik Mühendisliği Bölümü X-ışınları Laboratuvarında imkânları hazırlayan , hiçbir konuda yardımlarını esirgemeyen ve çalışmam boyunca değerli fikir ve yapıcı eleştirileri ile beni teşvik eden Hacettepe Üniversitesi Öğretim Üyesi kıymetli hocam Sayın Doç.Dr.Hüseyin Soylu'ya şükran ve minnetlerimi sunarım.

Çalışmalarımı yürütebilmem için gerekli iznin verilmesinde her türlü kolaylığı sağlayan , öğretimin tatil olduğu zamanlarda izin almam için gayet müsamahakâr davranan başta Sayın Prof.Dr. Ulviye Özer olmak üzere bütün Tıp Fakültesi Yönetim Kurulu Üyelerine şükran ve minnetlerimi ifade etmek isterim.

Çalışmamın çeşitli aşamalarında değerli fikirlerinden yararlandığım , sıcak ve yakın ilgisi ile bana destek olup güven veren Erciyes Üniversitesi Öğretim Üyesi Sayın Yrd. Doç.Dr.Yusuf Caner'e teşekkürü bir borç bilirim. Ayrıca H.Ü.Mühendislik Fakültesinin , Fizik Mühendisliği Bölümü X-ışını Grubundaki ve Yer Bilimleri Enstitüsü X-ışınları Laboratuvarındaki arkadaşlarıma değerli yardımlarından ötürü teşekkür ederim.

Tezimin daktilo edilmesinde büyük bir özen ve sabır gösteren Sayın Burhan Çolak'a teşekkür borçluyum.

İÇİNDEKİLER

SAYFA

ÖZET

1. GİRİŞ	1
2. DENEYSEL YÖNTEMLER VE ELDE EDİLEN SONUÇLAR	
2.1. Kristallerin Elde Edilişi	2
2.2. Buerger Presesyon Yöntemi ile incelemeler	3
2.3. (I.) Kristalin Sıfırıncı Tabaka Yansımalarının Tesbiti	4
2.4. (I.) Kristalin Birim Hücre Boyutlarının Bulunması	5
2.5. (I.) Kristalin Yukarı Tabaka Bragg Yansımalarının Tesbiti	8
2.6. (II.) Kristalin Birim Hücre Boyutlarının Bulunması	9
2.7. Birim Hücredeki Molekül Sayısının Bulunması	
2.7.1. Kristaldeki Cu , Na ve K Elementlerinin Analizi	10
2.7.2. Birim Hücredeki Molekül Sayısının Tayini	11
2.8. Uzay Grubu Tayini	11
3. DİFRAKTOMETRE İLE DENEYLER	
3.1. Difraktometrede Background Radyasyonu	13

3.2. Böbrek , Üreter ve Mesane Taşlarının Analizi	
3.2.1.Hanawalt Metodu	15
3.2.2.Bir Fazın Nitel Analizi	17
3.2.3.Fazlar Karışımının Nitel Analizi	18
4. ERCİYES ÜNİVERSİTESİ TIP FAKÜLTE- SİNDEM ALINAN BÖBREK , ÜRETER VE MESANE TAŞLARININ ANALİZİ	19
5. SONUÇLARIN TARTIŞILMASI	
5.1. (I.) ve (II.) Kristallerin Kristal Yapı Araştırması	59
5.2. Böbrek , Üreter ve Mesane Taşları Analizi	60
6. KAYNAKLAR	63

ÖZET

Sodyumhidroksit ile glutamik asit çözeltileri hazırlanarak karıştırıldı.



Bu karışıma bakır-iki-klorür ($\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) çözeltisi ilave edildi.



Sonra yavaş buharlaşmaya bırakıldı. Bir süre sonra prizmatik, mavi renkli saydam kristaller elde edildi. Aynı işlemler NaOH yerine KOH kullanılarak tekrarlandı ve benzer kristaller oluştu.

Cu-Na-Glutamat kristallerinden uygun bir kristal seçilip, $\text{CuK}\alpha$ radyasyonu kullanılarak Buerger Presesyon tekniği ile elde edilen h01 , Okl fotoğraflarından birim hücre parametreleri $a=11.057 \text{ \AA}$, $b=10.341 \text{ \AA}$, $c=7.245 \text{ \AA}$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ olarak tayin edildi. Bu sonuçlara bakılarak kristal sisteminin ortorombik olduğuna karar verildi. Elde edilen Cu-K-Glutamat kristali ile de aynı işlemler yapılarak bu kristalin birim hücre parametreleri ve kristal sistemi bulundu. Sonuçta iki kristalin aynı birim hücre parametre değerlerine sahip olduğu saptandı.

Ölçülen kristal yoğunluğundan birim hücredeki molekül sayısı bulundu. Bu ve sistematik sönümlere dayanılarak kristalin uzay grubunun $P 2_1 2_1 2_1$ olduğu sonucuna varıldı.

Çalışmanın ikinci kısmında böbrek, üreter ve mesane taşlarının x-ışınları toz difraksiyonu ile nitel analizi yapıldı. Erciyes Üniversitesi Tıp Fakültesi Üroloji Bilim Dalından alınan 3 hastanın mesane, 2 hastanın böbrek ve 2 hastanın da üreter taşlarının Hacettepe Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Yer Bilimleri Enstitüsünde toz difraksiyon yöntemiyle , PHILLIPS marka x-ışınları difraktomet-

resinde Bragg yansımaları tesbit edildi. Elde edilen Bragg yansımaları ile gerekli işlemler yapılarak böbrek , üreter ve mesane taşlarının yapısına giren maddeler saptandı.

1. GİRİŞ

Gerek kimya ve gerekse biyolojide önemi nedeniyle karboksilik asitlerin yapı analizi çalışmaları son yıllarda bunların metal kompleksleri üzerinde yoğunlaşmıştır.

Bu çalışmada glutamik asitin sodyum ve potasyum tuzlarının bakır kompleksleri incelendi. Sodyum ve potasyumun da kristal yapıda yer aldığı düşünülerek, Cu-Na-Glutamat ve Cu-K-Glutamat kristalleri elde edildi. X-ışınları difraksiyonu yöntemi kullanılarak kristallerin yapılarının araştırılması , kristal yapılarının arasındaki benzerlik ve farklılıkların bulunmasına çalışıldı. Bu çalışmalar sonunda sodyum ve potasyumun kristal yapıya girmediği tesbit edildi.

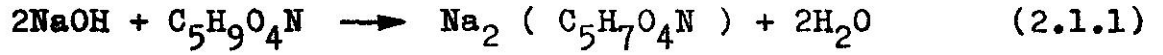
Çalışmanın ikinci kısmında , x-ışınları toz difraksiyonu yöntemi ile Erciyes Üniversitesi Tıp Fakültesi Üroloji Bilim Dalından alınan 2 böbrek , 2 üreter ve 3 mesane taşının analizi yapıldı. Taşlar içinde yer alan maddelerin saptanmasına çalışıldı.

2. DENEYSEL YÖNTEMLER VE ELDE EDİLEN SONUÇLAR

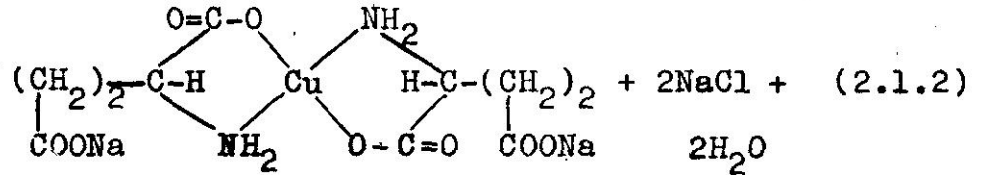
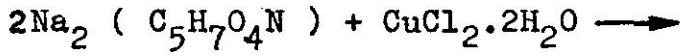
2.1. Kristallerin Elde Edilişi

Kristal yapı analizi çalışmalarının sağlıklı yürütülebilmesi için , iyi büyütülmüş ve kristal yapı hatalarından arınmış bir kristal ile çalışmak gerekir.¹

Cu-Na-Glutamat kristalleri elde etmek için önce aşağıdaki denkleme göre ; NaOH ve glutamik asit çözeltileri karıştırılarak glutamik asitin sodyum tuzu elde edildi.



Daha sonra bu elde edilen çözeltiliye bakır-iki-klorür ($\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) çözeltisi eklendi ve aşağıdaki denkleme göre reaksiyon beklendi.²



Çözelti oda sıcaklığında yavaş buharlaşmaya bırakıldı. Kristaller bir hafta içinde yeteri kadar büyüklüğe ulaştı.

Cu-K-Glutamat kristallerinin elde edilmesi içinde aynı yöntem izlendi.

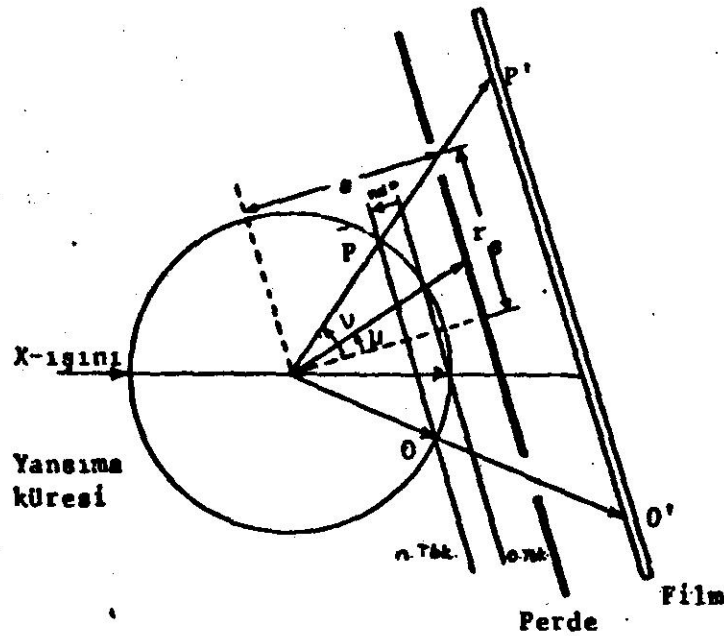
Elde edilen Cu-Na-Glutamat kristalleri içinden maksadımıza uygun büyüklükte , düzgün yüzeyli bir kristal seçildi. Seçilen bu kristal üzerinde Buerger Presesyon yöntemi ile yapı analizi çalışmalarına başlandı.

2.2. Buerger Presesyon Yöntemi İle İncelemeler

Çalışmada , kristalin birim hücre parametrelerinin bulunmasına , simetri sınıfının ve uzay grubunun saptanmasına çalışıldı.

Buerger presesyon yöntemi ile ters örgü tabakaları bir faktörle büyütülerek distorsiyensuz olarak düz bir film üzerine tesbit edilebilir. Böyle bir film üzerindeki difraksiyon deseninde ters örgünün geometrisi tam olarak görülür. Bu nedenle , birim hücrenin seçimi ve boyutlarının ölçülmesi , uzay grubunun tayini ile yansımaların indislenmesi , diğer röntgenografik yöntemlere kıyasla daha kolay olur³

Buerger presesyon yönteminde , kristalden yansıyan x-ışınlarının film üzerine kaydedilişi şekil 2.2.1'de görülmektedir.



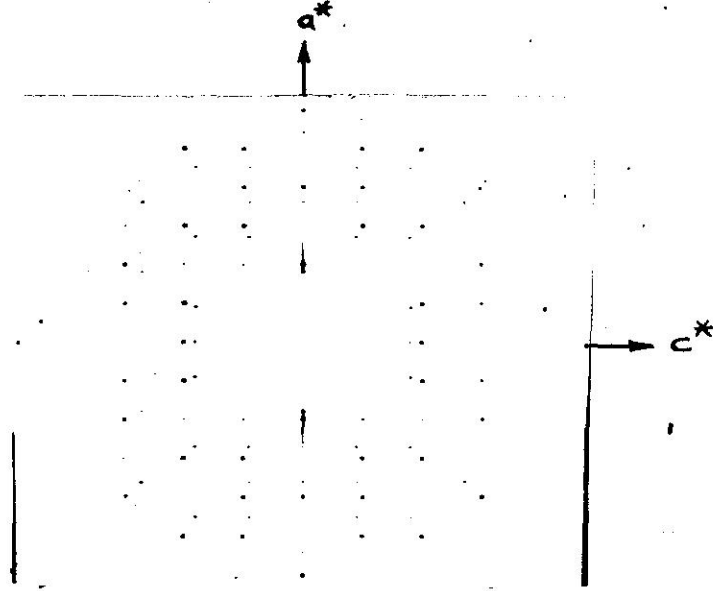
ŞEKİL 2.2.1. Buerger presesyon yöntemi ile Bragg yansımalarının tesbit edilişi.

Bu çalışmada büyütme faktörü $F=60$ mm olan bir kamera ile dalga-boyu $\lambda (CuK\alpha) = 1.542$ Å olan bir x-ışını tüpü kullanıldı.

Not: Açıklamalarda kolaylık sağlamak amacıyla , Cu-Na-Glutamat kristali (I.) ve Cu-K-Glutamat kristalide (II.) kristal olarak adlandırıldı.

2.3. (I.) Kristalin Sıfırıncı Tabaka Bragg Yansımalarının Tesbiti

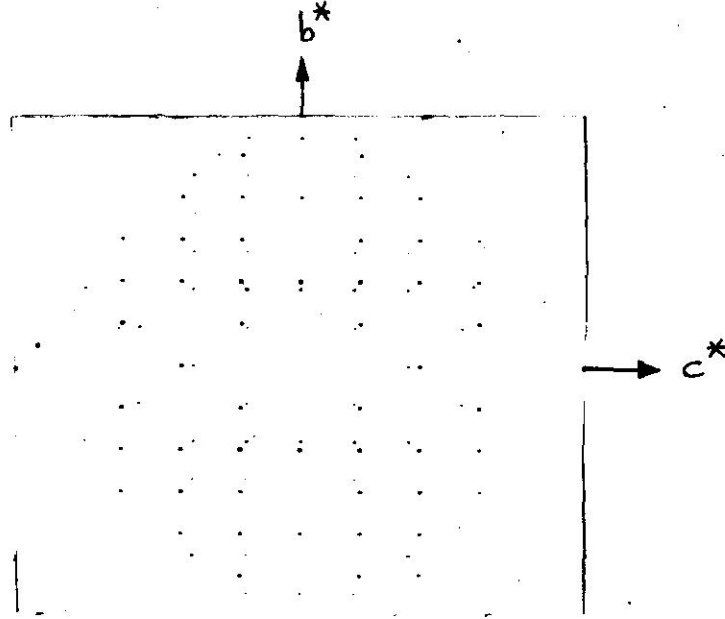
Oluşan (I.) kristaller içinden uygun bir kristal seçilerek prizma eksenini goniometre başlığı eksenine ile çakışacak şekilde yapıştırılıp oriyantasyon yapıldı. Sonra şekil 2.3.1'de görülen h0l tabakasının fotoğrafı elde edildi.



ŞEKİL 2.3.1. (I.) Kristalin h0l tabakasının Buerger Presesyon fotoğrafı. $CuK\alpha$, 45 kV, 10 mA, 4 saat.

Şekil 2.3.1'deki yatay eksen (spindil eksenini) c^* , düşey ekseninde a^* olarak adlandırıldı. İki eksen arasındaki açı 90° olarak ölçüldü.

Herşey aynı kalıp , sadece kristal spindil eksenini etrafında 90° çevrilerek şekil 2.3.2'deki fotoğraf elde edildi.



ŞEKİL 2.3.2. (I.) Kristalin Okl tabakasının Buerger presesyon fotoğrafı. $\text{CuK}\alpha$, 45 kV, 10 mA, 5 saat.

Bu fotoğrafta (c^*) eksenine dik olan eksen (b^*)'dir. Elde edilen şekil 2.3.1 ve şekil 2.3.2'deki , h0l ve Okl tabaka fotoğrafları incelenince bu kristalin ortogonal bir koordinat sistemine sahip olduğu görüldü.

2.4. (I.) Kristalin Birim Hücre Boyutlarının Bulunması

h0l ve Okl filimlerinin değerlendirilmesinde 0.05 mm duyarlıklı bir kumpas kullanıldı. Bu filimler üzerinde , merkezden itibaren eksenler boyunca her iki tarafta belirli yansıma noktaları arasındaki uzaklıklar ölçülüp , iki yansıma noktası arasındaki ortalama uzaklık bulunarak birim hücre boyutları hesaplandı.

Bragg yansıma şartından ,

$$\lambda = 2.d.\text{Sin}\theta \quad (2.4.1)$$

$$d^* = \frac{\lambda}{d} = 2\text{Sin}\theta \quad (2.4.2)$$

Şekil 2.2.1'deki sıfırıncı tabaka için

$$O'P' = x \quad \text{ve} \quad OP = \lambda/d \quad \text{dir.}$$

Buna göre ;

$$\frac{d^*}{1} = \frac{x}{F} = \frac{\lambda}{d}$$

$$d = \frac{\lambda.F}{x} \quad (2.4.3)$$

olur. 2.4.3 eşitliği kullanılarak birim hücre boyutları hesaplandı. Her eksen üzerinde ölçülen ortalama uzaklıklar ve birim hücre boyutlarının bulunması Tablo 2.4.1 , Tablo 2.4.2 ve Tablo 2.4.3'de gösterilmiştir. Bu tablolardan birim hücre boyutlarının ortalama değeri ; a = 11.057 Å , b = 10.341 Å , c = 7.245 Å olarak bulundu. Ayrıca , filimler üzerindeki ölçümlerden $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ olduğu saptandı.

TABLO 2.4.1. Şekil 2.3.1'deki filim üzerinde yapılan ölçülere göre a-birim hücre boyutunun hesaplanması.

	x_{ilk} (mm)	x_{son} (mm)	Δx (mm)	m	$X = \frac{\Delta x}{m}$ (mm)	$a = \frac{\lambda F}{X}$ (Å)
1	160.80	211.10	50.30	6	8.383	11.036
2	152.10	235.80	83.70	10	8.370	11.054
3	144.05	236.10	92.05	11	8.368	11.056
4	143.75	227.65	83.90	10	8.390	11.027
5	145.10	237.10	92.00	11	8.364	11.062
6	145.40	228.90	83.50	10	8.350	11.080
7	170.40	220.50	50.10	6	8.350	11.080

Tablo 2.4.1'de $\sum a = 77.396$ (A) olduğundan $\bar{a} = 11.057$ (A) bulundu.

TABLO 2.4.2. Şekil 2.3.2'deki filim üzerinde yapılan ölçülere göre b-birim hücre boyutunun hesaplanması.

	y_{ilk} (mm)	y_{son} (mm)	Δy (mm)	m	$\bar{y} = \frac{\Delta y}{m}$ (mm)	$b = \frac{\lambda F}{Y}$ (A)
1	183.80	237.20	53.40	6	8.900	10.396
2	174.65	255.30	80.65	9	8.961	10.325
3	165.50	255.00	89.50	10	8.950	10.337
4	151.40	223.00	71.60	8	8.950	10.337
5	152.20	205.80	53.60	6	8.933	10.357
6	133.95	214.60	80.65	9	8.961	10.325
7	133.60	223.35	89.75	10	8.975	10.309

Yukarıdaki tabloda $\sum b = 72.385$ olduğundan $\bar{b} = 10.341$ (A) bulundu.

TABLO 2.4.3. Şekil 2.3.2'deki filim üzerinde yapılan ölçülere göre c-birim hücre boyutunun hesaplanması.

	z_{ilk} (mm)	z_{son} (mm)	Δz (mm)	m	$Z = \frac{\Delta z}{m}$ (mm)	$c = \frac{\lambda F}{Z}$ (A)
1	173.80	199.40	25.60	2	12.800	7.228
2	160.95	211.90	50.95	4	12.738	7.264
3	148.10	224.55	76.45	6	12.742	7.261
4	147.85	224.25	76.40	6	12.733	7.266
5	147.65	224.15	76.50	6	12.750	7.256
6	160.95	211.95	51.00	4	12.750	7.256
7	179.40	230.65	51.25	4	12.813	7.221
8	179.25	230.50	51.25	4	12.813	7.221
9	166.35	243.05	76.70	6	12.783	7.238
10	166.00	242.70	76.70	6	12.783	7.238
11	165.90	242.45	76.55	6	12.758	7.252

Tablo 2.4.3'den $\sum c = 79.700$ (A) olarak hesaplandı ve $\bar{c} = 7.245$ (A) bulundu.

2.5. (I.) Kristalin Yukarı Tabaka Yansımalarının Tesbiti

Buerger Presesyon yöntemi ile h0l ve Okl sıfırıncı tabaka fotoğrafları çekilip birim hücre boyutları ve kristal sistemi bulundu.

Kristalin üst tabaka fotoğraflarını çekebilmek için yeni düzenlemeler gerekir.

Şekil 2.2.1'den,

$$\operatorname{tg} \nu = \frac{r_s}{s} \quad (2.5.1)$$

$$\operatorname{Cos} \nu = \operatorname{Cos} \mu - n \cdot d^* \quad (2.5.2)$$

$$d^* = \frac{\lambda}{d} \quad \text{ters örgü birimi}$$

2.5.1 ve 2.5.2 eşitliklerinden ,

$$s = r_s \operatorname{Cot} \nu$$

$$\nu = \operatorname{Cos}^{-1} (\operatorname{Cos} \mu - n \cdot d^*)$$

$$s = r_s \operatorname{Cot} \operatorname{Cos}^{-1} (\operatorname{Cos} \mu - n \cdot d^*) \quad (2.5.3)$$

elde edilir. Burada ;

r_s perdedeki açıklığın yarıçapı,

s kristalin perdeye uzaklığı,

ν yansıma konisinin yarımtepe açısı ,

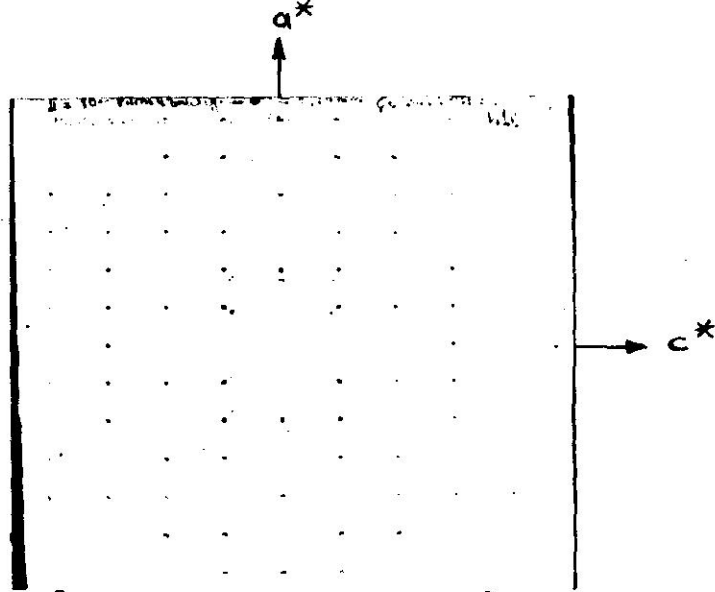
μ presesyon açısıdır.

Deneyimizde $r_s = 30$ mm ve $\mu = \nu = 25^\circ$ olarak alındı. Buna göre yukarı tabaka için nd^* ve s değerleri,

$$n = 1 \quad nd^* = b^* = 8.96 \text{ mm} \quad s = 34.75 \text{ mm}$$

$$\begin{array}{lll}
 n = 2 & nd^* = 2b^* = 17.92 \text{ mm} & s = 22.95 \text{ mm} \\
 n = 3 & nd^* = 3b^* = 26.88 \text{ mm} & s = 15.47 \text{ mm}
 \end{array}$$

bulunur. Çalışmamda sadece birinci tabakadaki sönümlere bakmak istediğimden birinci tabakadan başka tabakaların fotoğrafları çekilmedi. Birinci tabaka fotoğrafı şekil 2.5.1'de görülmektedir. Bu tabakada herhangi bir sistematik sönüme rastlanamadı.



ŞEKİL 2.5.1. (I.) Kristalin hkl tabakasının Buerger presesyon fotoğrafı. $CuK\alpha$, 45 kV, 10 mA, 4 saat.

2.6. (II.) Kristalin Birim Hücre Boyutlarının Bulunması

$h0l$ ve $0kl$ tabakaları için (I.) kristalde yapılan işlemler, aynen (II.) kristal ile tekrarlanarak ikinci kristalin birim hücre parametreleri bulundu. Sonuçlar karşılaştırıldığında bu iki kristalin aynı birim hücre parametre değerlerine sahip oldukları görüldü.

2.7. Birim Hücredeki Molekül Sayısının Bulunması

2.7.1. Kristaldeki Cu , Na ve K Elementlerinin Analizi

Erciyes Üniversitesi Tıp Fakültesi Biyokimya Laboratuvarında Backmann (flame) Atomik Absorbsiyon aleti ile analizde (I.) kristalde Na'a rastlanmadı. Kayseri Çinkur Tesisleri Kimya Laboratuvarında , Perkin-Elmer-403 (flame) Atomik Absorbsiyon aleti ile yapılan analizde ise Na \ll 0.001 ve Cu % 25.2 olarak bulundu. Kristalin ($\text{Na}_2\text{CuC}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2$) molekül formülünden Na % 11.51 , Cu % 15.90 olarak hesaplandı. Bu sonuçlar kristalde sodyumun yer almadığını göstermektedir. Bu durumda , oluşacak kristaller Cu-Glutamat ($\text{CuC}_5\text{H}_7\text{O}_4\text{N}$). $x\text{H}_2\text{O}$ kristalleridir. ($\text{CuC}_5\text{H}_7\text{O}_4\text{N}$). $x\text{H}_2\text{O}$ kristalinde hiç su yoksa , Cu % 30.47 oranında olmalıdır. Bu analizle bulduğumuz yüzdeden büyüktür. Cd ve Zn glutamat iki su ile kristalleşmektedir.⁶⁻⁹ Kristalin iki su ile kristalleştığını kabul ederek , bakır yüzdesini hesapladığımızda Cu % 25.97 bulunur. Bu değer analizle bulduğumuz Cu % 25.2'ye oldukça yakındır. Deney hatalarını düşündüğümüzde , bu değerlerin aynı olduğunu kabul edebiliriz. O halde oluşan kristallerimiz (($\text{CuC}_5\text{H}_7\text{O}_4\text{N}$). $2\text{H}_2\text{O}$) Cu-Glutamat kristalleridir.

(II.) Kristal için Erciyes Üniversitesinde yapılan analizde potasyuma rastlanmadı. Çinkurdaki analizde ise K \ll 0.001 ve Cu % 25.4 bulundu. Böylece potasyumun kristal yapıya girmediği sonucuna varıldı. Cu % 25.4 değerinin (I.) kristalinkine çok yakın olması ve daha önce bulunan birim hücre parametrelerinin (I.) ve (II.) kristaller için aynı olmasından , (I.) ve (II.) kristallerin aynı kristaller olduğuna karar verildi.

2.7.2. Birim Hücredeki Molekül Sayısının Tayini

50 ml'lik bir piknometre ile kristal yoğunluğu $\rho = 1.773 \text{ gr/cm}^3$ olarak bulundu. Buradan birim hücredeki molekül sayısı aşağıdaki gibi hesaplandı.

$$n = \frac{\rho \cdot V}{M}$$

V = birim hücrenin hacmi

$$V = a \times b \times c$$

$$V = 11.057 \times 10.341 \times 7.245 \text{ \AA}^3$$

$$V = 828.397 \text{ \AA}^3$$

M = molekülün kütlesi ($\text{CuC}_5\text{H}_7\text{O}_4\text{N}$)

$$M = M(\text{Cu}) + 5M(\text{C}) + 7M(\text{H}) + 4M(\text{O}) + M(\text{N})$$

$$M = 244.687 \text{ akb.}$$

$$M = 244.687 \times 1.66 \times 10^{-24} \text{ gr.}$$

$$n = \frac{1.773 \times 828.397 \times 10^{-24} (\text{gr/cm}^3) \cdot \text{cm}^3}{244.687 \times 1.66 \times 10^{-24} \text{ gr}}$$

$$n = 3.616$$

$$n \simeq 4$$

Kristalin birim hücresinde 4 tane molekül vardır.

2.8. Uzay Grubu Tayini

Ters örgü tabakalarının ve buradan giderek yapılan hesaplamalar sonunda $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$ ve $a \neq b \neq c$ olduğu görüldü.

Bu verilere göre kristal " ortorombik " 'tir. Ayrıca kristalin $h0l$, $0kl$, hll Buerger filimleri üzerindeki tüm yansımalar dikkatle incelenerek kristal için sistematik sönümlerin varlığı araştırıldı.

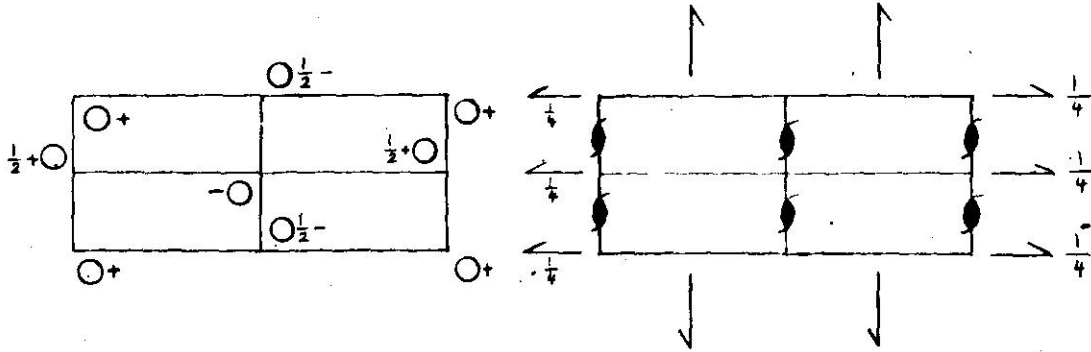
Kristalin ters örgüsünün bu şekilde taranması şu sonuçları verdi:

<u>Miller İndisleri</u>	<u>Yansıma Şartları</u>
h00	$h = 2n$
0k0	$k = 2n$
00l	$l = 2n$
hkl	şart yok
Ok1	şart yok
h01	şart yok
hk0	şart yok .

Sönümler ve birim hücredeki molekül sayısı dikkate alınarak incelenen kristalin uzay grubunun $P 2_1 2_1 2_1$ olduğuna karar verildi. Adı geçen uzay grubunun simetri transformasyonları ve simetri elemanları aşağıdadır.⁴

$P 2_1 2_1 2_1$

No : 19



$$x, y, z ; \frac{1}{2} - x, \bar{y}, \frac{1}{2} + z ; \frac{1}{2} + x, \frac{1}{2} - y, \bar{z} ; \bar{x}, \frac{1}{2} + y, \frac{1}{2} - z .$$

Yansıma şartları : hkl : şartsız h00 : $h = 2n$
 h01 : şartsız 0k0 : $k = 2n$
 Ok1 : şartsız 00l : $l = 2n$
 hk0 : şartsız

3. DİFRAKTOMETRE İLE DENEYLER

3.1. Difraktometrede Background Radyasyonu

Difraktometre bilinen dalga boylu x-ışınlarını difraksiyona uğratarak , kristal cisimleri incelemek için kullanılan alettir.⁵

İncelenen böbrek , üreter ve mesane taşlarının Bragg yansıma açıları ve bağıl şiddetleri Hacettepe Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Yer Bilimleri Enstitüsü X-ışınları Laboratuvarındaki Philips marka difraktometre ile tesbit edildi.

İyi bir difraksiyon demeti minimum bir background üzerine binmiş keskin şiddetli çizgilerden oluşur. Background radyasyonu ile bizim için önemli olan bazı pikler tamamen kaybolabilir. Bu sebeple bu radyasyonu oluşturan (çalışmalarda karşılaşılan) nedenlerin üzerinde durmak gerekir.

a) Numunenin yaydığı fluoresan ışınım ; Fluoresan ışınımın önüne geçmek için kullanılan dalga boyunun numunenin K-absorbsiyon kenarından büyük olması gerekir. Çünkü , gelen ışınım dalga boyu numunenin K-absorbsiyon kenarından küçükse , yeterince enerjiye sahip x-ışını kuantumu , numunenin K-kabuğundan elektron sökerek , karakteristik K-ışınımı oluşturur. Fırlatılan elektrona fotoelektron , oluşan ışınım da fluoresan ışınım denir. Çalışmalarda kalsiyum bileşiklerinin fazla oranda bulunacağını bildiğimizden , λ ($\text{CuK}\alpha$) radyasyonu kullanıldı.

b) İnkohherent saçılma ; Compton değişmiş saçılmasıdır. Bu tür , numunenin atom numarası küçüldükçe daha şiddetli olur. Çünkü Compton saçılması gelen ışınımın , numunenin gevşek bağlı elektronları ile çarpışması sonucu olur. Fırlatılan elektronda Compton geri tepme elektronu adını alır .

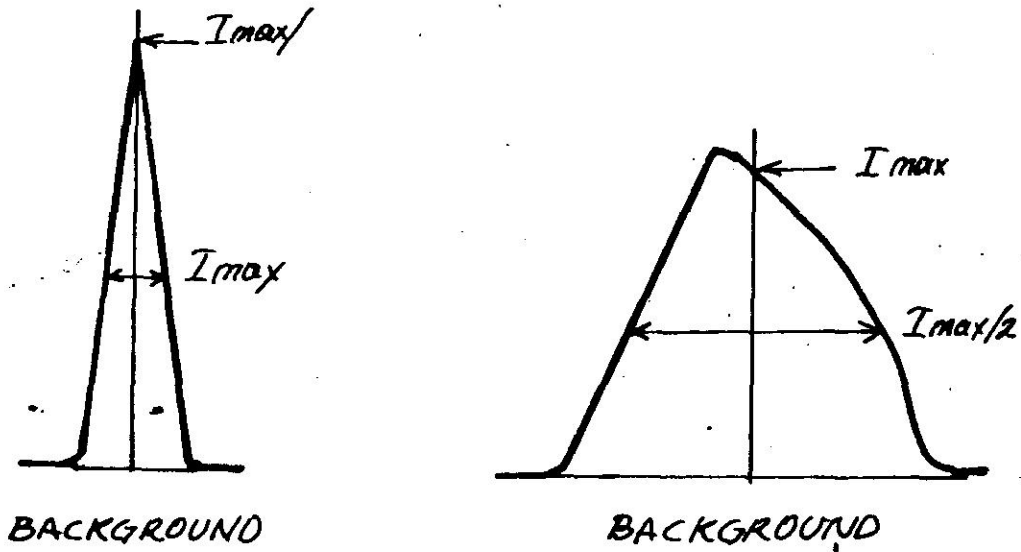
İncelenen numunelerde oksijen bol miktarda olduğundan inkohherent saçılma grafiklerinde etkili oldu .

c) Sıcaklık-diffüz saçılması ; Kristal atomları buldukları bölge civarında ısısız titreşim hareketi yaparlar. Bu titreşimlerin genliği sıcaklıkla artarak yansıma düzlemlerini pürüzlü hale getirirler. Bu da difraksiyon demetlerinin şiddetlerini azaltır. Atomların ısısız titreşimlerinin diğer bir etkisinde bütün doğrultularda koherent saçılma oluşturmaktadır. Bu saçılma sıcaklık-diffüz saçılması adını alır. Laboratuvar sıcaklığında çalıştığımızdan bu etki difraksiyon demetlerinde dikkate alınmadı.

d) Kristal kusurları sebebiyle bazı diffüz saçılmalar ; Bragg kanununa ilişkin bağıntıyı türetirken mükemmel bir kristal ve monokromatik bir ışınım demeti alındı. Aslında bu gerçek değildir. Mozayik yapı adı verilen bir kristal kusuruna , bütün kristaller az çok sahiptirler. Mozayik yapıda örgü bir takım bloklara parçalanmıştır. Bu bloklar arasındaki açılarının (difraksiyon oluşabilmesi için) 0.5° 'den büyük olmaması istenir.

Spektrumlarında yukarıdaki sebeplerden dolayı bir background ve bunun üzerinde keskin pikler vardır. Piklerin bağıl şiddetlerini ölçmek için , böbrek , üreter ve mesane taşlarının toz difraksiyon ile nitel analizinde , backgroundun üst tarafı alındı. Spektrumdaki piklerin hepsi simetriktir. Dolayısıyla , tepe noktalarını bulurken yarı maksimumdaki çizgi genişliğinin orta noktasını bulma kuralı uygulanmadı. Bu kural asimetric piklerde geçerlidir.

Şekil 3.1.1'de simetric ve asimetric piklerde tepe noktasının bulunması gösterildi.



ŞEKİL 3.1.1. Simetrik ve asimetric piklerde tepe noktasının bulunması.

3.2. Böbrek ve Mesane Taşlarının Analizi

3.2.1. Hanawalt Metodu

Bilinen desenlerin koleksiyonunu oluşturma işine ilk defa bin değişik cismin difraksiyon verilerini elde edip sınıflayan Hanawalt ve arkadaşları tarafından başlandı.⁵ Bu iş daha sonra milletler arası ölçüde diğer bazı ilim adamlarının da yardımıyla Amerikan Cisimleri Muayene etme Cemiyeti (American Society for testing Materials) tarafından genişletildi ve 3 x 5 inç boyutlarında bir kart koleksiyonu yayınlandı.

En kuvvetli çizgisi ve hatta ikinci kuvvetli çizgisi aynı ya-

hut yaklaşık olarak aynı d değerine sahip birden fazla cisim bulunabileceğinden , Hanawalt cisimlerden herbirini en kuvvetli üç çizgisinin d değerleri ile yani en kuvvetli , ikinci derecede kuvvetli ve üçüncü derecede kuvvetli çizgilerin sırasıyla d_1 d_2 ve d_3 uzaklıkları ile karakterize etmeye karar verdi. Bu d_1 , d_2 , d_3 değerleri ve bağıl şiddetleri bir bilinmeyen cismin desenini karakterize etmek için genellikle kâfi ve bilinmeyene karşı gelen deseni kolleksiyonda bulmak içinde yeterlidir.

Her ne kadar bir özel desen doğrudan kartlar dizisinde aranarak bulunabilirse de fihrist kitapları kullanmak zaman kazandırır. Kitaplardan herbiri iki fihrist içerir ;

(1) Her cisme göre alfabetik fihrist : İsimden sonra kimyasal formül , üç kuvvetli çizginin d değerleri ve bağıl şiddetleri ve sözü geçen cismin kart dizisindeki seri numarasından oluşur. Kayda geçenlerin hepsi tam olarak çapraz şekilde de fihriste geçirilmiştir , yani hem " sodyum klorür " ve hemde " klorür-sodyum " fihristte vardır.

(2) Nümerik fihrist : Üç en şiddetli çizginin uzaklıklarını ve şiddetlerini kimyasal formülü , ismi ve kart seri numarasını verir. Cisimlerden herbiri fihristte üç defa yazılıdır , bir defa en kuvvetli üç çizgi d_1 d_2 d_3 sırasında olmak üzere , tekrar d_2 d_1 d_3 sırasında ve son olarak d_3 d_1 d_2 sırasında olmak üzere.

Kaydedilen cisimlerin hepsi ilk uzaklığa göre gruplara ayrılmıştır , grupların herbiri içinde sıralanma ikinci uzaklığın azalan değerlerine göredir. Bu ek listelemenin (ikinci en şiddetli çizgi birinci) maksadı türlü sebeplerle bilinmeyen cismin en şid-

detli çizgisinin bağıl şiddetleri değişse bile kullanıcıya bilinmeyen fihriste girilmiş biriyle uyuşturma imkânı verir.

3.2.2. Bir Fazın Nitel Analizi

Bilinmeyen cismin deseni hazırlandıktan sonra üzerindeki her çizgiye karşı gelen d düzlem uzaklıkları hesaplanır. En şiddetli pikin şiddeti 100 olarak alınarak diğer piklerin şiddetleri buna göre hesaplanır. Pik şiddeti olarak integre edilmiş şiddeti değil de background üzerindeki maksimum şiddet alınır.

Deney sonucu ölçüm ve hesaplamalarından elde edilen d ve I/I_0 değerlerinin bir tablosu yapıldıktan sonra , bilinmeyen ne olduğu aşağıdaki metodla bulunur.

(1) Nümerik fihristõe uygun d_1 grubunun yeri bulunur.

(2) d_2 'ye en iyi uyanı bulmak için ikinci sütündeki d değerlerine bakılır. (Deneysel ve cetveldeki d değerleri karşılaştırılırken , daima , takımların her ikisinin de ± 0.01 A kadar hatalı olabileceği düşünülür.)

(3) d_1 , d_2 ve d_3 için en yakın uygunluk bulunduktan sonra, bunların bağıl şiddetleri cetveldeki değerlerle karşılaştırılır.

(4) Fihristteki üç en kuvvetli çizgi için iyi uygunluk bulununca , dizideki gerekli kart bulunur ve gözlenen bütün çizgilerin d ve I/I_0 değerlerinin kartta sıralananlarla karşılaştırılması yapılır. Tam uygunluk sağlanınca bilinmeyen tayini yapılmış olur.

3.2.3. Fazlar Karışımının Nitel Analizi

Bilinmeyen fazlar karışımından oluşmuş ise analiz güç olmakla birlikte imkânsız değildir. Çoğunlukla üç en kuvvetli çizgi bilinmeyen üç en kuvvetli çizgisi ile uyuşmaz. Bu durumda bilinmeyen gerçekte bir fazlar karışımı olduğu sonucuna varılır.

En şiddetli d_1 çizgisinin ve ikinci en şiddetli d_2 çizgisinin iki farklı fazdan meydana geldiğini ve üçüncü en şiddetli d_3 çizgisinin de birinci fazdan oluştuğu kabul edilebilir. Yani d_1 ve üçüncü en kuvvetli çizginin d_3 'ü birinci faza ait d_1 ve d_2 değerleri olarak alınır. Böylece , aynı d_1 grubunda fakat , d_2 civarında bilinmeyen üç en kuvvetli çizgisinin uyuşması bulunur.

Karışımın bir fazının bulunmasından sonra geri kalan çizgiler bir başka cismin meydana getirdiği pikler olarak düşünülür. Bu geriye kalan piklerin şiddetleri , en kuvvetlileri 100 olacak şekilde bir çarpanla normalleştirilir. Bundan sonrada fihristi ve kart dizisini bilinen yoldan aradığımızda geri kalan çizgileri ne olduğunu buluruz.

Burada önemli bir nokta ; fazların birinden bir çizgi fazların diğerinden bir çizgi ile üst üste gelir ve bu bileşik çizgi bilinmeyen desenindeki en şiddetli üç çizgisinden biri olursa , analiz iyice güçleşir. Bu durumda deneme kabilinden bir tayin yapılır ve bazı d değerleri için uygunluk elde edilmiş olur. Bu şekilde desenler d değerleri X fazındaki ile uyuşan çizgiler bir tarafa ayrılarak ve üst üste gelen çizgilerin şiddetleri ikiye bölünerek çözümlenebilir. Kısımlardan biri X fazına ayrılır ve geriye kalan , ne oldukları bulunacak çizgilerle birlikte önceki anlatılanlarda olduğu gibi işleme tabii tutulur.

4. ERCİYES ÜNİVERSİTESİ TIP FAKÜLTESİNDEN ALINAN BÖBREK , ÜRETER VE MESANE TAŞLARININ ANALİZİ

Erciyes Üniversitesi Tıp Fakültesi Üroloji Bilim Dalından aşağıda isimleri yazılı hastaların , isimleri karşısında belirtilen taşları alıp incelenmiştir.

<u>Hastanın Adı :</u>	<u>Alınan Taşın Türü :</u>
Mahmut Öztekin	Sağ üreter taşı
Rahmi Gençler	Sağ böbrek taşı
Hüseyin Üstündağ	Mesane taşı
Recep Meyve	Mesane taşı
Süleyman Topçu	Mesane taşı
Ali Türkmen	Üreter taşı
Ergun Belirgen	Böbrek taşı .

Böbrek , üreter ve mesane taşları tabakalı bir yapıya sahip olduklarından bu taşların küçük olanlarının bütünü , büyük olanlarının ise, dıştan içe doğru bütün tabakaları yer alan parçaları alınıp agat havanda iyice öğütüldü. Sonra alınan bu toz numune özel ufak , içi oyuk kablara konup çok sıkı bastırılmaksızın yüzeyi düzgün hale getirildi. Bu kablara difraktometredeki yerine kondu ve daha önce anlatıldığı gibi numunenin toz difraksiyon deseni elde edildi. Şekil 4.1 , 4.2 , 4.3 , 4.4 , 4.5 , 4.6 , 4.7 yukarıda sahipleri belirtilen taşların difraksiyon desenlerini göstermektedir.

Difraksiyon desenlerinin değerlendirilmesi ile (önceden anlatıldığı gibi) Tablo 4.1 , 4.2 , 4.3 , 4.4 , 4.5 , 4.6 , 4.7 elde edildi. Bu tablolarda , ait oldukları hastaların taşında hangi maddelerin yer aldığı görülmektedir.

Taşlarda bulunan maddeler , taş sahiplerine göre aşağıda gösterilmiştir.

<u>Taş Sahibi</u>	<u>Taşta bulunan maddeler</u>
Mahmut Öztekin (Sağ üreter taşı)	Whewellite , Calcium Oxalate Hydrate (Form B) , Uric Acid-Phase-I .
Rahmi Gençer (Sağ böbrek taşı)	Calcium Oxalate Hydrate (Form B), Carbonat Apatite , Hydroxyapatite Weddelite.
Hüseyin Üstündağ (Mesane taşı)	Struvite, Carbonat Apatite , Newberyite, Hydroxyapatite .
Recep Meyve (Mesane taşı)	Whewellite , Calcium Oxalate Hydrate .
Süleyman Topçu (Mesane taşı)	Carbonat Apatite , Calcium Oxalate Hydrate (Form C), Struvite .
Ali Türkmen (Üreter taşı)	Whewellite , α -Calcium Oxalate, Weddelite , Carbonat Apatite , Calcium Oxalate Hydrate (Form C).
Ergun Belirgen (Böbrek taşı)	α - Calcium Oxalate, Whewellite , Lead Phosphate Hydrate, Weddelite.

Bulunan maddeler aşağıdaki gibi madde numarası ile gösterilmiştir ve izleyen sayfalarda bu maddelerin ASTM kartları da verilmiştir.

<u>Madde No</u>	<u>Maddenin İsmi</u>	<u>Kimyasal Formülü</u>
1	Whewellite	$C_2CaO_4 \cdot H_2O$; $CaC_2O_4 \cdot H_2O$
2	Calcium Oxalate Hydrate (Form B)	$C_2CaO_4 \cdot H_2O$; $(COO)_2Ca \cdot H_2O$
3	Uric Acid-Phase-I	$C_5H_4N_4O_3$ (Phase-I)
4	Carbonat Apatite	$Ca_5 (P,C)_3O_{12} (OH)$
5	Hydroxyapatite	$Ca_5 (PO_4)_3 (OH)$; $1/2 (Ca(OH)_2 \cdot 3Ca(PO_4)_2)$

<u>Madde No</u>	<u>Maddenin İsmi</u>	<u>Kimyasal Formülü</u>
6	Weddelite	$\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
7	Struvite	$\text{NH}_4\text{MgPO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
8	Newberyite	$\text{MgHPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$
9	Calcium Oxalate Hydrate (Form C)	$\text{C}_2\text{CaO}_4\text{H}_2\text{O} ; (\text{COO})_2\text{Ca} \cdot \text{H}_2\text{O}$
10	α -Calcium Oxalate	$\alpha\text{-CaC}_2\text{O}_4$
11	Lead Phosphate Hydrate	$\text{Pb}(\text{PO}_4)_2\text{OH}$

Madde No : 1 Whewellite

ASTM Seri No : 20-231

20-231					$\text{C}_2\text{CaO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	$\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	★		
d	5.93	3.65	2.97	5.93	Calcium Oxalate Hydrate	(Whewellite)			
I (%)	100	70	45	100					
Rad CuK α , λ 1.5405	Filter	Diap. Guinier	d	I (%)	hkl	d Å	I (%)	hkl	
Cut-off 50Å	11, Photometer		5.93	100	101	2.355	30	130	
Ref Dehloff, Techn. Phys. Dienst, Delft, Holland			5.78	30	110	2.347	12	411	
			4.77	2	200	2.320	<1	022	
			4.64	<1	011	2.301	2	222	
Sy Monoclinic	50, probably P2 $_1$ /n (14)		4.52	4	101	2.263	0	202, 410	
a 9.976	b γ 7.294	c α 6.291	A 1.369	C 0.863				031, 151	
β 107.03°	γ	Z 4	Dx 2.216					402	
Ref Ibid.								251	
								103	
								321	
ca	nw β	cy	Sign						
ZV	D 2.2	mp	Color	5.01	10	002, 211	1.999	2	501, 420
Ref Ibid.				2.966	45	202	1.978	10	303
				2.915	10	310	1.957	2	251
				2.897	8	220	1.950	10	411
				2.840	10	121	1.933	0	013, 130
				2.523	4	301	1.923	2	511, 222
				2.494	10	112	1.890	6	422, 052
				2.447	4	311, 221	1.850	4	312
				2.417	0	321	1.846	0	510
See following card				2.384	4	400, 311	1.823	6	000

Madde No : 2 Calcium Oxalate Hydrate (Form B)-
ASTM Seri No : 14-770

14-770 XRD CORRECTION

d	2.75	6.13	2.40	6.13	$C_2O_4 \cdot H_2O$	$(COO)_2Ca \cdot H_2O$				
I/I ₀	100	80	60	80	CALCIUM OXALATE HYDRATE (FORM B)					
Ref. CWK ₁	A	1.5405	Filter N ₁	Dia.	d Å	I/I ₀	hkl	d Å	I/I ₀	hkl
Cut-off	1/2	VISUAL			4.13	80	200	1.19	40	
Ref. LECOMTE, ROSEBURN, WHEAT, J. Phys. Chem. 69: 22-7 (1965)					4.34	40	220	1.17	20	
					3.84	40	310	1.15	40	
					3.07	40	400	1.09	10	
					2.75	100	480	1.06	80	
By Tetragonal			S.G. P4/m (87)		2.40	80	109			
a: 2.40	b:	c: 7.27	A	C.O. 594	2.22	60	482			
β:	γ:	Z	D ₂		2.10	40	590			
Ref. 1912.					1.99	10				
					1.94	20				
Color	D	mp	F ₁	Color	1.99	60				
Ref.					1.92	40				
					1.73	40				
					1.69	10				
					1.54	10				
					1.48	40				
					1.42	20				
					1.38	40				
					1.32	20				
					1.23	10				

Obtained by evaporation of monohydrate A in conc. H₂SO₄ HCl Form B

INDEXED BY JVS

© Joint Committee on Powder Diffraction Standards 1972

Madde No : 3 Uric Acid-Phase-I
ASTM Seri No : 22-2000 A

22-2000A CALCULATED PATTERN - INTEGRATED
See 22-2000

3.06	3.18	4.91	100	55	46	d Å	I/I ₀	hkl	d Å	I/I ₀	hkl
$C_5H_4N_2O_6$ (Phase I)						3.280	14	400	2.167	2	131
Uric Acid						3.224	2	220	2.166	1	213
						3.209	4	411	2.148	1	612
						3.179	55	121	2.095	1	122
						3.093	100	021	2.028	2	421
Ref. National Bureau of Standards. Memo. 25, Sec. 8, 154 (1970)						3.087	7	221	1.909	1	322
						2.999	3	410	1.877	2	003
						2.866	24	121	1.8076	2	613
						2.863	5	212	1.8062	1	323
Sys. Monoclinic S.G. P2 ₁ /a (14) D ₂ 1.851 7 4						2.825	1	320	1.7978	3	721
a ₀ 14.66510.003 b ₀ 7.40300.002 c ₀ 6.20880.001						2.815	1	002	1.7912	2	223
β 85.10° ± 0.05° γ						2.786	10	402	1.7899	1	601
Ref. Ringertz, Acta Cryst., 20 397-403 (1966)						2.632	2	012	1.7683	1	322
						2.616	1	412	1.7582	1	041
Scale factor (Integrated Intensities) 1.914 × 10 ⁶						2.577	1	221	1.7480	1	611
λ 1.54054						2.566	16	421	1.7449	1	123
						2.435	3	420	1.6741	1	023
						2.425	3	401	1.6648	2	623
						2.404	2	112	1.6401	1	800
						2.310	3	230	1.6179	2	421
						2.278	3	321	1.6119	1	440
						2.265	2	201	1.6114	1	821
						2.244	7	602	1.6043	1	823
						2.241	4	022	2.5896	3	242
						2.187	5	600			
									Plan 5	lines	1.5124

© Joint Committee on Powder Diffraction Standards 1972

Madde No : 4 Carbonat Apatite

ASTM Seri No : 19-272

19-272

d	2.78	2.68	2.46	2.46	$Ca_5(P,C)_3O_{17}(OH)$			(Carbonate-Apatite)		
I/I ₁	100	40	25	25						
Rad. CuK α	A 1.5418	Filter		Dis.	d A	I/I ₁	hkl	d A	I/I ₁	hkl
Cut off	1/1	DIFFRACTOMETER			5.46	25	002			
Ref.	La Geros, Trumtz et al., Science, 155 1409-11 (1967)				5.17	<2	102			
Sys.	Hexagonal	S.G.			5.04	10	210			
a ₀	0.369	b ₀	c ₀ 6.927	A	2.780	100	211,112			
α	β	γ	Z	Z	2.680	40	500			
Ref.	Ibid.				2.622	10	202			
					2.494	6	301			
					2.285	40	212			
					2.231	16	310			
					2.124	70	511,502			
IV	D	mp	Color	Sign	2.069	70	113			
Ref.					2.004	70	400,205			
					1.979	16	222,401			
					1.858	10	520,512			
					1.838	16	213			
					1.783	10	410			
					1.754	60	402			
					1.750	100	004			

Form 1-4

Madde No : 5 Hydroxyapatite

ASTM Seri No : 9-432

9-432 MAJOR CORRECTION

d	2.81	2.78	2.72	2.10	$Ca_5(PO_4)_3(OH)$			$1/2[Ca(OH)_2 \cdot 3Ca_3(PO_4)_2]$ ★		
I/I ₁	100	60	40	11	Ca ₅ (OH)(PO ₄) ₃ (Hydroxyapatite)					
Rad. CuK α	A 1.5405	Filter		Dis.	d A	I/I ₁	hkl	d A	I/I ₁	hkl
Cut off	50	1/1	PHOTOMETER	(GUINIER CAMERA)	8.17	12	100	2.060	2	400
Ref.	DEWOLFF, TECHN. PHYS. DIENST, DESPT, HOLLAND				5.26	6	101	2.000	6	203
Sys.	Hexagonal	S.G.	P6 ₃ m (176)		4.72	4	110	1.942	30	222
a ₀	0.418	b ₀	c ₀ 6.884	A	4.07	10	200	1.890	16	312
α	β	γ	Z	Z	3.88	10	111	1.871	6	320
Ref.	Ibid.				3.51	2	202	1.861	40	213
					3.44	40	002	1.806	20	321
					3.17	12	102	1.780	12	410
					3.08	18	210	1.754	16	402,303
					2.814	100	211	1.722	20	004,411
IV	D	mp	Color	Sign	2.778	60	112	1.688	4	104
Ref.					2.720	60	300	1.644	10	322,223
					2.631	25	202	1.611	6	313
					2.528	6	301	1.587	4	501,304
					2.296	8	212	1.542	6	420
					2.262	20	310	1.530	6	331
					2.228	2	221	1.509	10	214,421
					2.148	10	311	1.474	12	502
					2.134	4	302	1.465	4	510
					2.065	8	113			

1606

Madde No : 6 Weddelite

ASTM Seri No : 17-541

17-541

d	6.18	2.78	4.42	8.73	CaC ₂ O ₄ · 2H ₂ O Calcium Oxalate Hydrate (Weddelite)	★
I/I	100	65	30	4		
Rad. CuKα	λ 1.5405	Filter	Di. 114.6mm	d Å	I	hkl
Cur. 50 A	I/I	Photometer	Guinier Camera	6.73	4	110
Ref. De Wolff, Technisch Physische Dienst, Delft, Holland				6.32	6	101
				6.18	100	200
				4.42	30	211
				4.37	2	220
Syn. Tetragonal	S.G. 14/m (87)			3.91	8	310
a ₀ 12.35	b ₀ 7.363	c ₀ 4	α 0.596	3.66	12	002
β	γ	Z 8	D ₀ 1.940	3.59	2	501
Ref. Ibid.				3.39	4	112
				3.16	4	202
ε ₀	n _D 1.523	ρ _T 1.544	Sign +	3.12	2	321
ρ _V 1.94	mp	Color		3.09	10	400
Ref. Pries and Fronzel, J. Urology 32, 940-991 (1947)				2.815	14	222
				2.775	65	411
Synthetic material.				2.762	4	420
				2.679	2	312
				2.422	8	510
				2.408	16	103
				2.367	2	402
See following card				2.342	4	501, 431
						2.284
						2.243
						2.210
						2.189
						2.118
						2.024
						1.996
						1.957
						1.953
						1.899
						1.878
						1.836
						1.797
						1.786
						1.764
						1.747
						1.741
						1.725
						1.713
						1.696
						1.657

Madde No : 7 Struvite

ASTM Seri No : 15-762

15-762 MINOR CORRECTION

d	4.26	5.60	2.92	6.14	NH ₄ MgPO ₄ · 6H ₂ O Ammonium Magnesium Phosphate Hydrate (Struvite)	★
I/I	100	60	55	8		
Rad. CuKα	λ 1.5405	Filter	Di.	d Å	I	hkl
Cur. 50 A	I/I	Diffractionmeter		6.14	8	001
Ref. National Bureau of Standards (U.S.) Monograph 25 Sec. 3.41 (1964)				5.905	40	110
				5.601	60	020
				5.378	25	011
				4.600	6	101
Syn. Orthorhombic	S.G. Pn2 ₁ n (31)			4.257	100	111
a ₀ 6.945	b ₀ 11.208	c ₀ 6.1355	α 0.6196	4.139	40	021
β	γ	Z 2	D ₀ 1.706	3.557	4	121
Ref. Ibid.				3.475	12	200
				3.289	25	150
ε ₀ 1.493	n _D 1.496	ρ _T 1.501	Sign +	3.192	2	031
ρ _V D	mp	Color	Colorless	3.067	4	002
Ref.				3.022	14	201
				2.958	25	012
Sample was precipitated at NBS. Spec. anal.: 0.01 to 0.1% Ni, and 0.001 to 0.01% each of Ca, Fe, and Si. Pattern was made at 25°C.				2.919	55	211
				2.802	35	040
				2.722	16	112
				2.690	50	022
				2.660	45	221
				2.548	4	041
						2.511
						2.394
						2.352
						2.300
						2.253
						2.180
						2.167
						2.133
						2.127
						2.069
						2.054
						2.046
						2.024
						1.983
						1.960
						1.932
						1.921
						1.873
						1.851
						1.823
						1.713
						1.657

© Joint Committee on Powder Diffraction Standards 1972

Made No : 8 Newberyite

ASTM Seri No : 1-0597

1-0597 MINOR CORRECTION

d	3.48	3.08	3.9	3.9	Mg ₃ (PO ₄) ₂ ·H ₂ O	Mg ₃ (PO ₄) ₂ ·H ₂ O				
1/I	100	80	60	60	SECONDARY MAGNESIUM ORTHOPHOSPHATE TRI HYDRATE (NEWBERYITE)					
Rad. MARK	A 0.708		Filter ZnO ₂		d Å	1/I	hkl	d Å	1/I	hkl
Dis. 18 INCHES	Cut off		Cell		3.9	40		1.87	8	
1/I, CALIBRATED STRIPS			d corr. obs? No		3.3	80		1.75	4	
Ref. H					3.90	40		1.66	8	
					4.15	24		1.58	4	
					3.84	8		1.50	8	
Syn. ORTHORHOMBIC	S.G.		C		3.48	100		1.49	4	
a	b	c	A		3.08	80		1.41	8	
β	γ	Z			3.60	32		1.38	4	
Ref.					3.71	24		1.33	4	
Fa 1.514	mp 1.817/1.533		Sign +		2.57	88				
ZV 64 ⁴⁷ D 2.10	mp		Color White		2.39	34				
Ref. MCP, W					2.90	12				
					2.08	12				
					1.97	4				
					1.98	16				

Made No : 9 Calcium Oxalate Hydrate (Form C)

ASTM Seri No : 14-771

14-771 MINOR CORRECTION

d	2.75	4.13	2.39	6.13	CaC ₂ O ₄ ·H ₂ O	(OOO) ₂ Ca·H ₂ O				
1/I	100	80	60	80	CALCIUM OXALATE HYDRATE (FORM C)					
Rad. CuKα	A 1.5405		Filter Ni	Dis.	d Å	1/I	hkl	d Å	1/I	hkl
Cut off			I/I, VISUAL		6.13	80	200	1.17	10	
Ref. LÉCONTE, ROBERQUIN, MART, J. Phys. RADIUM 6 22-*			(1945)		4.34	40	220	1.15	40	
					3.08	40	400	1.09	20	
					2.75	100	420	1.06	20	
					2.39	60	402			
Syn. TETRAGONAL	S.G. 14/m (87)		C ₂ H ₂ O ₄		2.21	40	440, 422			
a	b	c	A		2.09	40	600			
β	γ	Z	Dx		2.00	20	323			
Ref. I.O.S.					1.94	20	INDEXED			
					1.98	60	BY JVS			
Fa	mp		Color		1.81	40				
ZV	D				1.72	40				
Ref.					1.69	10				
					1.56	10				
					1.48	40				
					1.42	20				
					1.38	40				
					1.32	80				
					1.23	5				
					1.18	40				

© Joint Committee on Powder Diffraction Standards 1972

Madde No : 10 α -Calcium Oxalate

ASTM Seri No : 18-295

18-295

d	6.10	5.66	2.37	6.10	α -CaC ₂ O ₄					
l/l ₁	100	100	100	100	alpha Calcium Oxalate					
Rad.	A	Filter		Dis.	d Å	l/l ₁	hkl	d Å	l/l ₁	hkl
Cut-off	1/l ₁ Visual				6.10	100		2.00	20	
Ref.	Walter-Lavy and Lanloffe, Compt. rend. 259-4685-88 Dec. 21, 1964				5.84	90		1.939	40	
Sys.	S.G.		A	C	4.48	40		1.868	20	
a	b	c	Z	Dz	4.28	10		1.840	40	
Ref.	β	y			3.98	10		1.790	10	
Ca	n=β		xy	Sign	3.66	100		1.775	10	
IV	D	sp	Color		3.03	60		1.731	20	
Ref.					2.92	60		1.716	10	
					2.83	20		1.661	10	
					2.75	10		1.618	10	
					2.63	10		1.591	10	
					2.50	10		1.564	10	
					2.46	40		1.538	10	
					2.37	100		1.515	20	
					2.33	20		1.484	10	
					2.25	20		1.454	20	
					2.18	10		1.420	10	
					2.14	10				
					2.08	20				
					2.02	20				

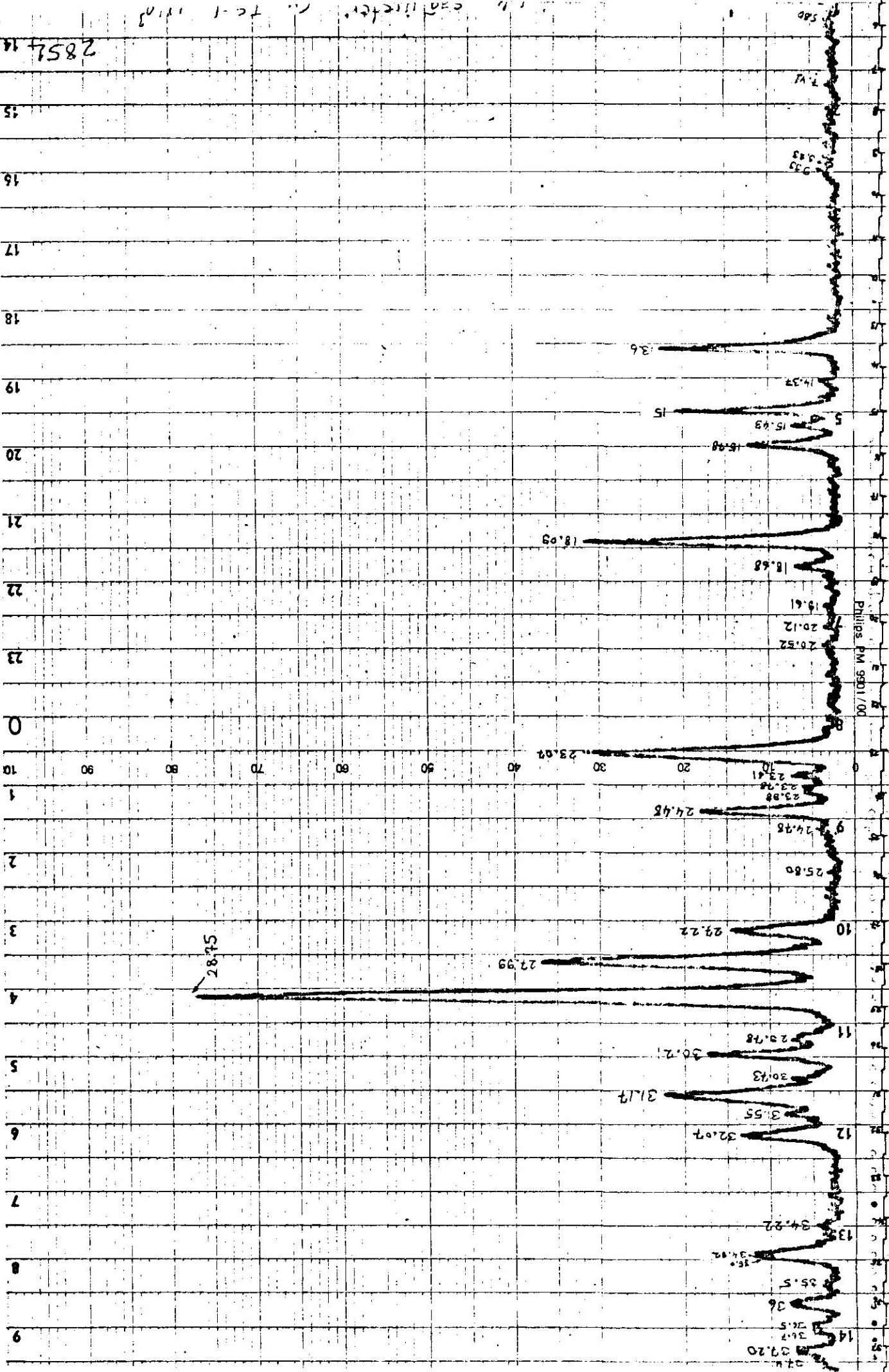
Madde No : 11 Lead Phosphate Hydrate

ASTM Seri No : 8-259

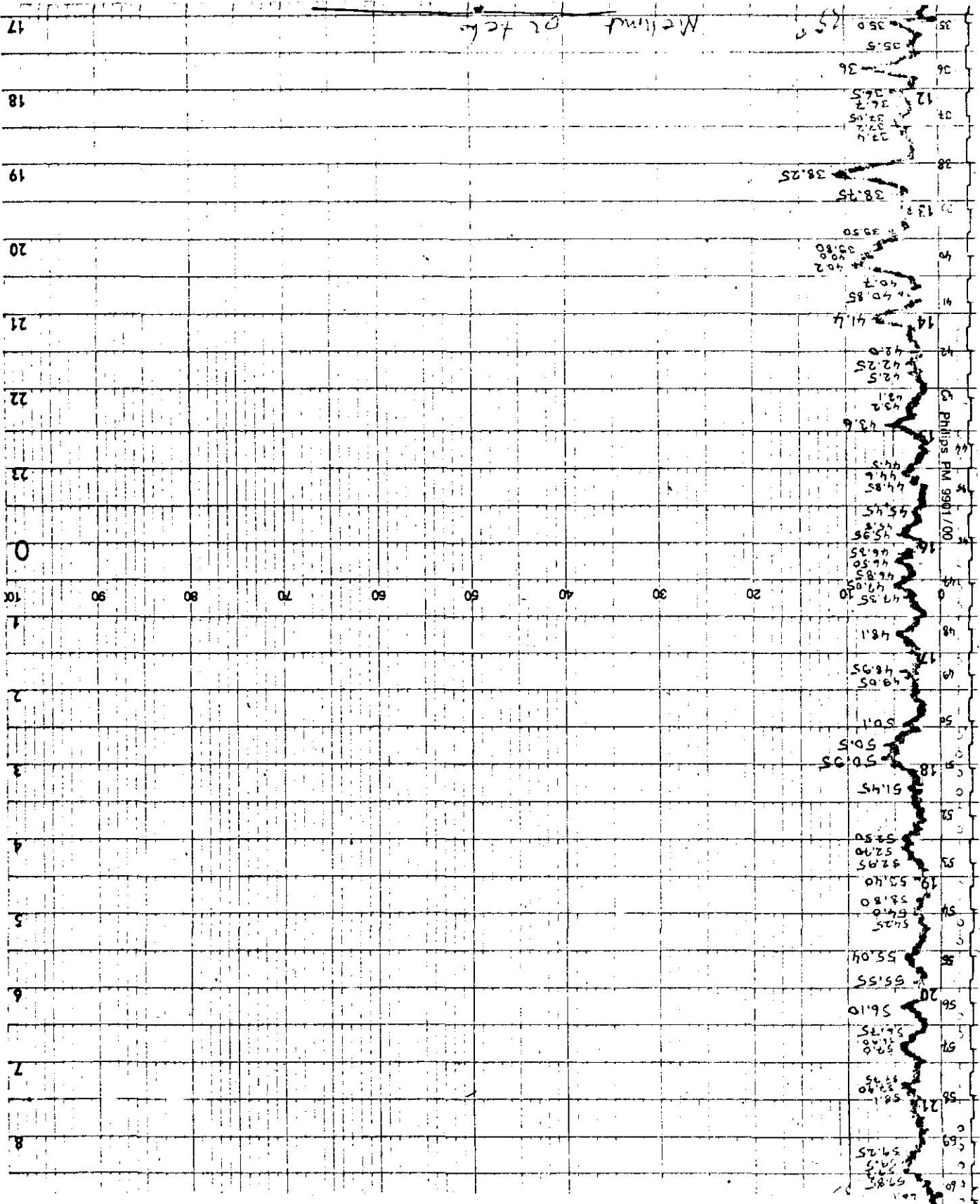
8-259 MINOR CORRECTION

d	2.97	4.11	2.85	4.93	Pb ₃ (PO ₄) ₂ OH					
l/l ₁	100	40	40	18	LEAD PHOSPHATE HYDRATE (LEAD HYDROXYAPATITE)					
Rad.	CuKα ₁	λ 1.5405	Filter Ni	Dis.	d Å	l/l ₁	hkl	d Å	l/l ₁	hkl
Cut-off	1/l ₁ DIFFRACTOMETER				4.93	18	110	1.856	20	004
Ref.	NBS CIRCULAR 539, § 33 (1958)				4.28	25	202	1.737	<1	114
Sys. HEXAGONAL	S.G. P6 ₃ /m (176)		A	C	4.11	40	111	1.704	<1	204
a	b	c	Z	Dz	3.71	10	002	1.670	<1	412
Ref. Irid.	β	y			3.41	20	101	1.666	<1	501
Ca	n=β		xy	Sign	3.23	30	210	1.612	6	420
IV	D	sp	Color		2.965	100	211	1.610	4	214
Ref.					2.852	40	300	1.555	6	304
					2.806	<1	202	1.553	3	502
					2.469	<1	220	1.536	6	510
					2.371	<1	310	1.503	10	511
					2.261	4	302			
					2.214	10	113			
					2.138	6	400			
					2.056	18	222			
					2.000	14	312			
					1.965	18	213			
					1.898	16	321			
					1.868	10	303			
					1.866	14	410			

SAMPLE PREPARED AT NBS BY HEATING Pb(C₂H₃O₂)₂·3H₂O AND WATER IN A HYDROTHERMAL BOMB AT 300°C FOR ONE WEEK. SPECT. ANAL. SHOWED <0.1% B, Bi, Na, <0.01% Al, Cu, Mo, Si, Zn; <0.001% Ag, Ba, Fe, Mg, Ca. APATITE STRUCTURE TYPE. PATTERN MADE AT 25°C.



ŞEKİL 4.1. Mahmut Öztekin Sağ Üreter Taşı Toz Diffraksiyon Deseni .



ŞEKİL 4.1.'in devamı

TABLO 4.1. Mahmut Oztek'in Sağ Üreter Taşı Analiz Tablosu.

(2θ) ^o	(d) Å	I/I ₀	Madde No		
13.60	6.5107	28	3	3'	
14.37	6.1635	2	2		
15.00	5.9060	23	1		
15.43	5.7424	4	1	3'	
15.78	5.6158	13		3	
18.09	4.9036	39		3	3'
18.68	4.7500	5	1	3	3'
19.61	4.5268	6	1		
20.12	4.4132	14			3'
20.52	4.3280	1		2	
23.07	3.8551	38		2	3'
23.61	3.7681	4	1		3'
23.78	3.7416	1			
23.98	3.7108	8			3'
24.48	3.6362	22	1		
24.78	3.5928	1			3'
25.80	3.4530	1	1		
27.22	3.2760	14		3	3'
27.99	3.1876	41		3	3'
28.75	3.1051	100	1	2	3 3'
29.78	3.1000	2	1	3	3'
30.21	2.9583	17	1	3	
30.73	2.9094	2	1		
31.17	2.8693	22	1	3	3'
31.55	2.8356	3	1	3	3'
32.07	2.7908	13		2	3 3'

TABLO 4.1.'in devamı .

$(2\theta)^{\circ}$	(d) A	I/I_0	Madde No		
34.22	2.6202	2		3	3'
34.82	2.5764	11		3	3'
35.00	2.5636	4		3	3'
35.50	2.5286	2	1		
36.00	2.4947	9	1		
36.50	2.4616	4			3'
36.70	2.4487	4	1	3	
37.05	2.4263	4			3'
37.20	2.4169	4		3	
37.40	2.4044	4	1	2	3
38.25	2.3529	13	1		
38.75	2.3237	4	1	3	3'
39.50	2.2813	5	1	3	3'
39.80	2.2648	7	1	3	3'
40.00	2.2539	9	1		3'
40.20	2.2432	11		3	
40.70	2.2168	3		2	
40.85	2.2090	4	1		
41.40	2.1809	7		3	
42.00	2.1511	2		3	
42.25	2.1390	2		3	
42.50	2.1270	2	1		
43.10	2.0987	2		2	
43.20	2.0941	3	1	3	
43.60	2.0758	5	1		

TABLO 4.1.'in devamı

$(2\theta)^{\circ}$	(d) A	I/I_0	Madde No
44.50	2.0359	3	
44.60	2.0316	3	
44.85	2.0208	2	3
45.45	1.9955	2	1
45.80	1.9811	3	2
45.95	1.9750	4	1
46.35	1.9587	4	1
46.50	1.9529	4	
46.85	1.9391	3	2
47.05	1.9313	5	1
47.35	1.9198	3	1
48.10	1.8916	4	1 2 3
48.95	1.8707	4	3
49.05	1.8572	3	1
50.10	1.8207	3	1 2
50.50	1.8072	6	1 3
50.95	1.7923	6	1 3
51.45	1.7760	2	3
52.50	1.7430	3	3
52.70	1.7368	3	1 3
52.95	1.7292	2	2
53.40	1.7157	2	
53.80	1.7039	2	1
54.00	1.6980	2	2

TABLO 4.1.'in devamı .

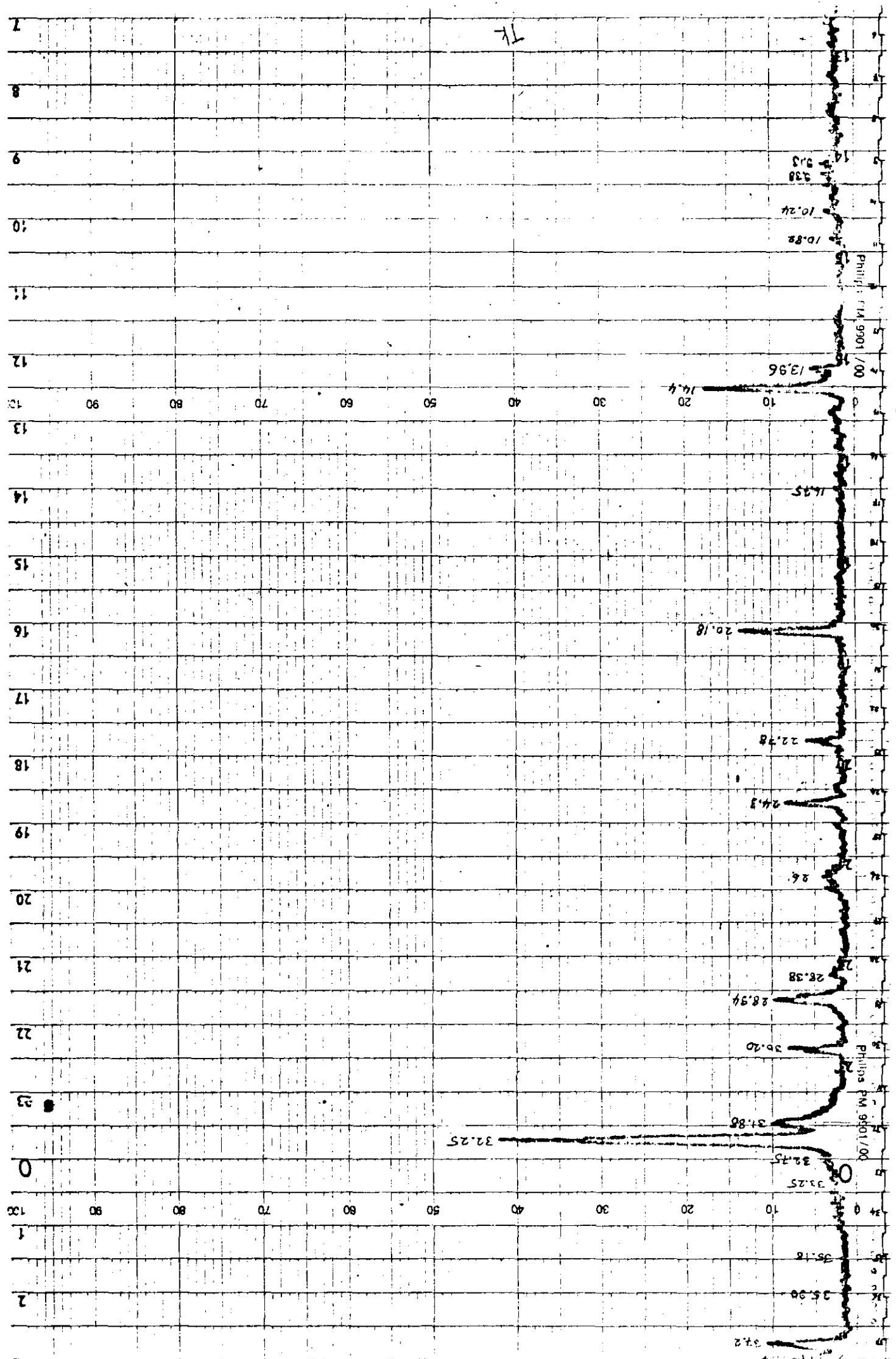
(2 θ) ^o	(d) A	I/I _o	Madde No
54.25	1.6908	1	1
55.04	1.6684	3	1 3
55.55	1.6543	2	1 3
56.10	1.6393	3	1 3
56.75	1.6221	2	1
56.90	1.6182	4	3
57.00	1.6156	4	3
57.75	1.5964	3	1 3
57.90	1.5926	3	3
58.10	1.5876	2	1
59.25	1.5595	3	1 2
59.50	1.5535	4	1
59.70	1.5488	4	1
59.85	1.5453	2	1
60.10	1.5395	1	1

Not: Tabloda 3' 22-2000 ASTM Seri Nolu Uric Acid (Phase I)'dir.
3 de aynı maddedir,yalnız ikisinin ASTM kartları farklıdır.

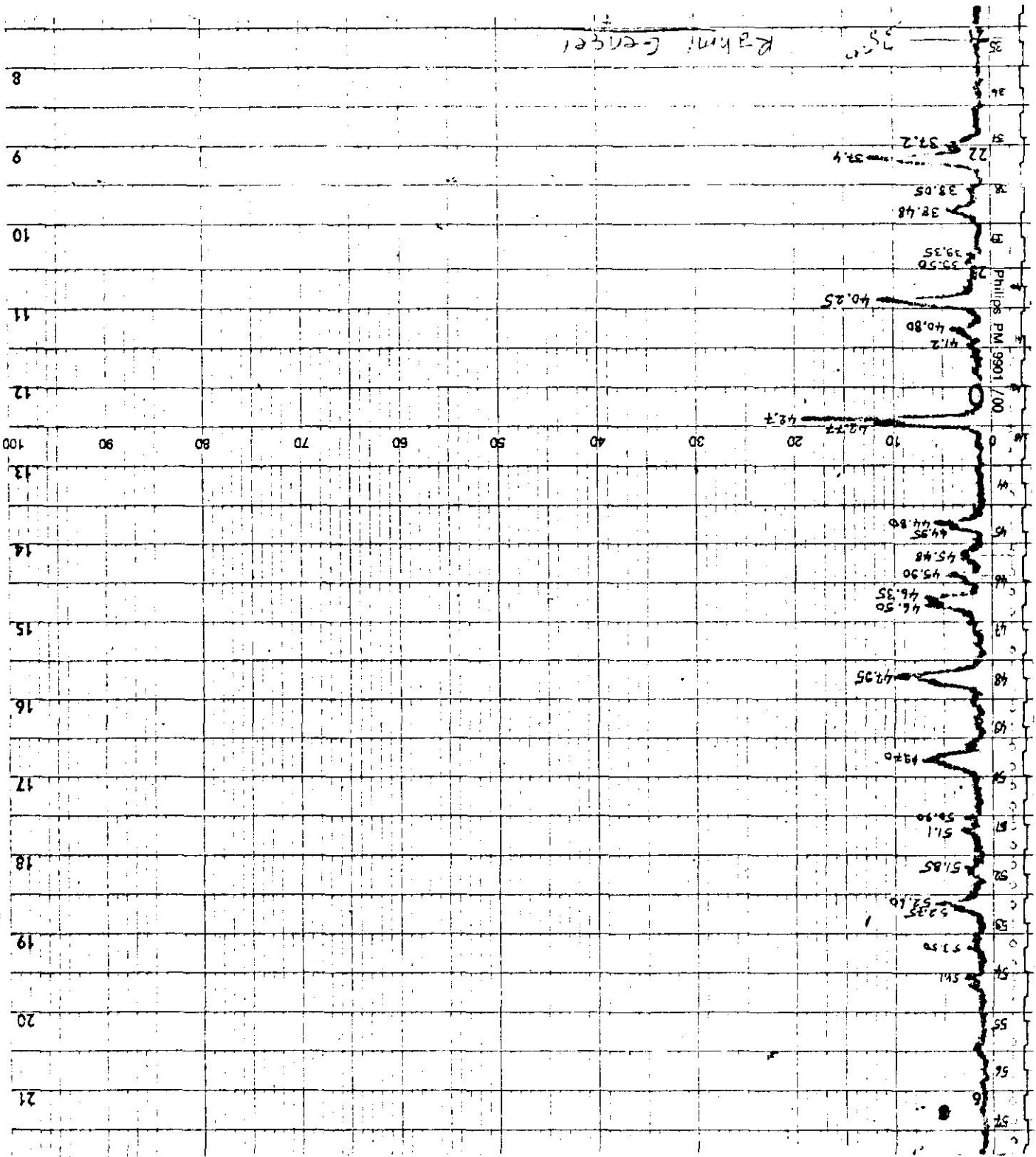
22-2000						CALCULATED PATTERN-PEAK HEIGHT See 22-2000A					
3.09	3.16	4.91	100	55	51	d A	I/I _o	h k l	d A	I/I _o	h k l
C ₅ H ₄ N ₄ O ₃ (Phase I)						3.281	14	400	2.096	1	121
						3.272	3	220	2.028	2	421
Uric Acid						3.209	5	411	1.910	1	332
						3.180	55	121	1.877	2	003
Ref. National Bureau of Standards, Mono. 25, Sec. 8, 154 (1970)						3.093	100	021	1.8071	2	613
						3.087	69	221	1.7978	3	721
Sys. Monoclinic S.G. P2 ₁ /a (14) D ₂ 1.851 2 4 a ₀ 14.465±0.003 b ₀ 7.403±0.002 c ₀ 6.208±0.001 β 65.10°±0.05° γ						3.000	1	410	1.7912	2	223
						2.866	25	121	1.7685	1	323
Ref. Ringertz, Acta Cryst., 20 307-403 (1964)						2.826	1	320	1.7584	1	041
						2.815	2	002	1.7478	1	611
Scale factor (Integrated Intensities) 1.914 x 10 ⁶						2.796	9	402	1.7447	1	123
						2.632	2	012	1.6648	2	623
λ 1.54056						2.615	1	412	1.6402	1	800
						2.566	15	421	1.6180	2	621
FORM CP						2.454	3	420	1.6117	2	440
						2.425	3	401	1.6045	1	822
d A I/I _o h k l d A I/I _o h k l						2.404	2	113	1.5898	3	242
						2.310	4	230	1.5789	1	142
6.43 2 110 4.48 1 011						2.277	3	521	1.5745	3	513
						2.268	2	303	1.5466	4	042
5.63 20 001 3.837 20 311						2.245	7	602	1.5132	1	304
						2.240	6	022			
4.91 51 210 3.702 6 020						2.186	5	600			
						2.166	2	131			
4.76 7 111 3.690 3 201						2.148	1	612			

C Joint Committee on Powder Diffraction Standards 1972

ŞEKİL 4.2. Rahmi Genç'er'in Sağ Böbrek Taşı Toz Difraksiyon Deseni .



TL



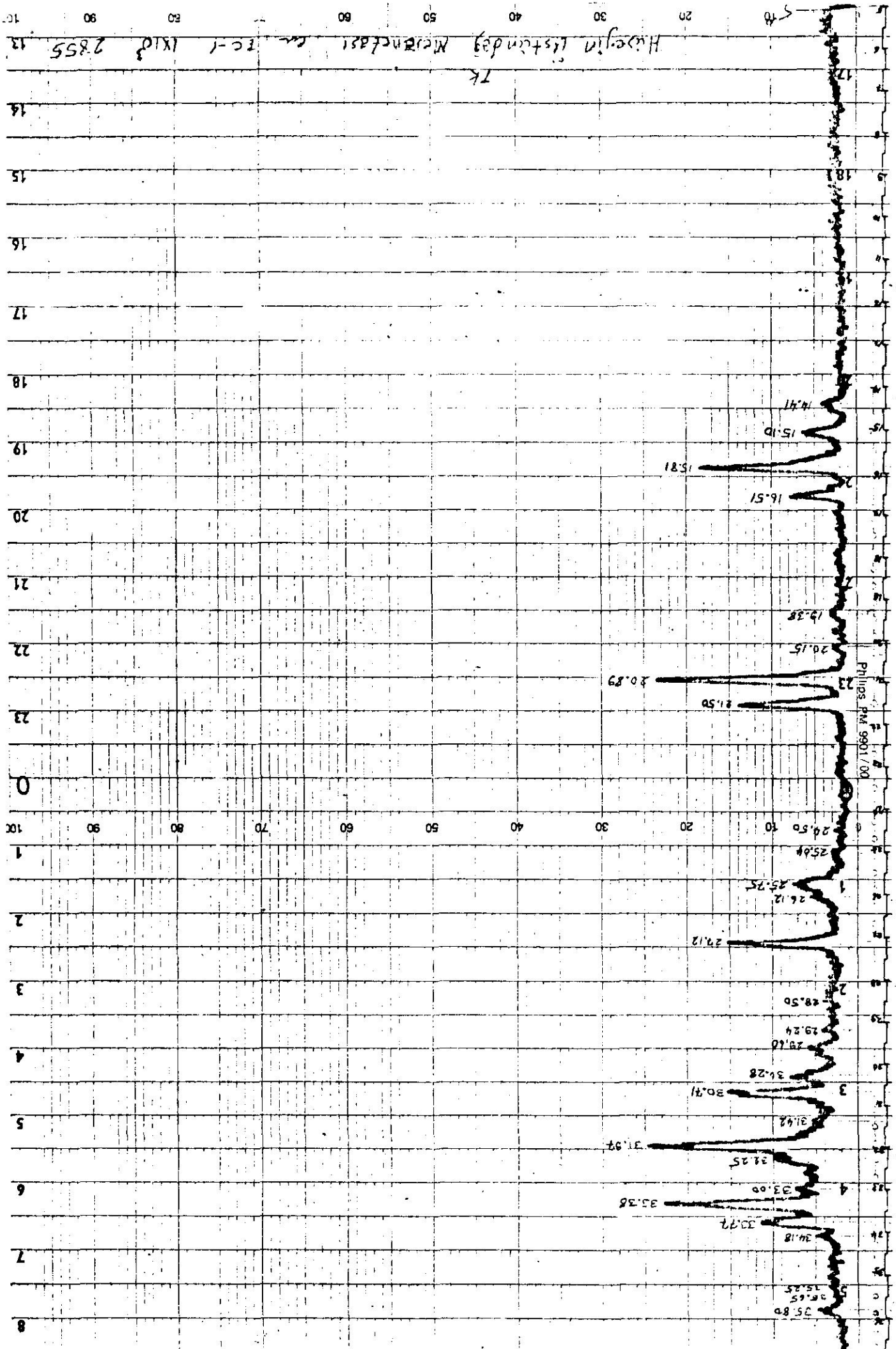
ŞEKİL 4.2.'nin devamı .

TABLO 4.2. Rahmi Genç'er'in Sağ Böbrek Taşı Analiz Tablosu.

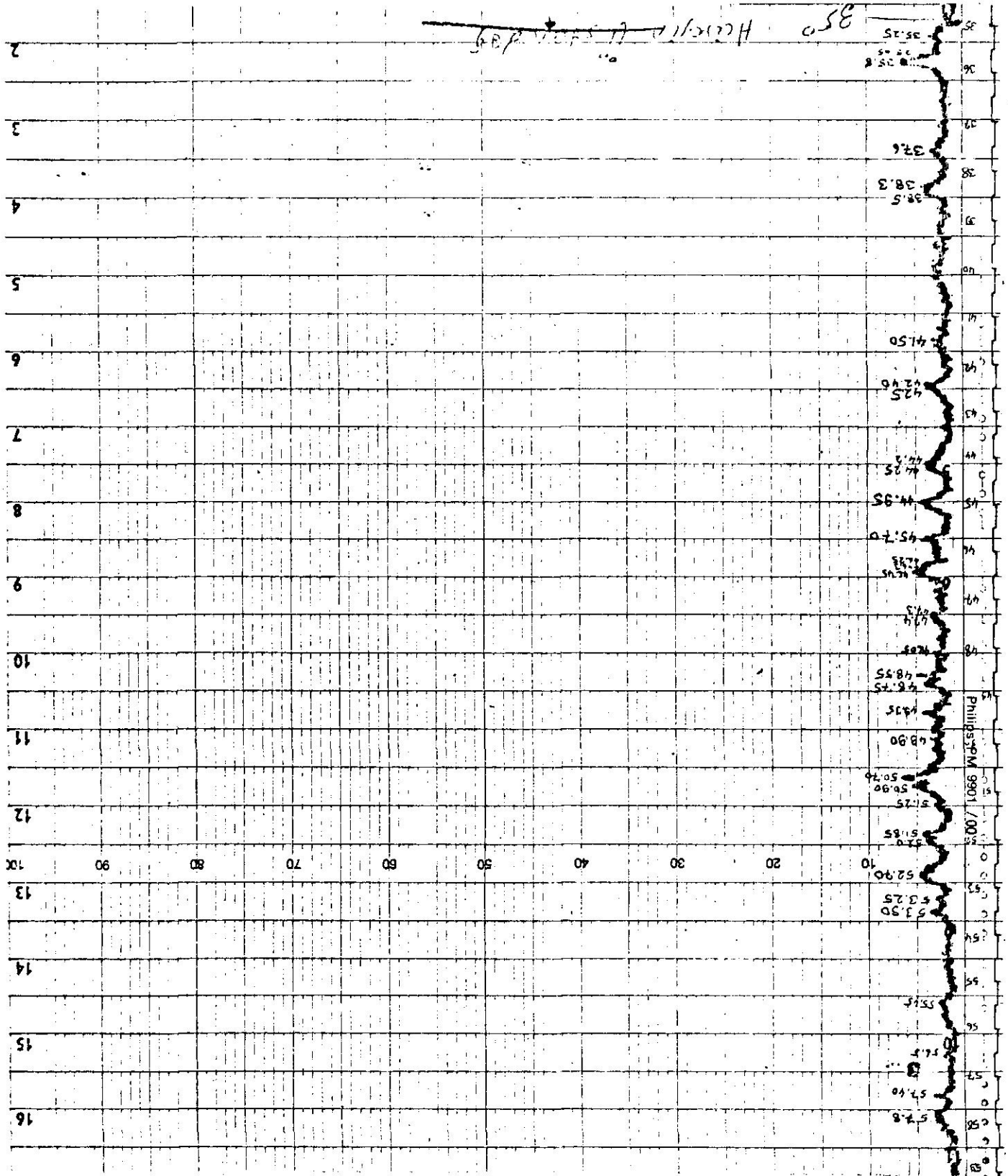
(2θ) ^o	(d) A	I/I _o	Madde No		
10.24	8.6382	4			6
10.82	8.1764	3		5	
13.96	6.3436	9			6
14.40	6.1507	39	2		6
16.75	5.2927	2		5	
20.18	4.4002	30	2		6
22.78	3.9035	11	2	5	6
24.30	3.6627	16			6
26.00	3.4269	5	4	5	
28.38	3.1447	4	4	5	6
28.94	3.0851	20	2	4	5 6
30.20	2.9592	15			
31.88	2.8070	20		5	6
32.25	2.7756	100	2	4	5 6
32.75	2.7344	12		5	6
33.25	2.6944	3	4	5	6
35.18	2.5509	1	4	5	
35.90	2.5014	1	4		
37.20	2.4169	22			6
37.40	2.4044	27	2		6
38.05	2.3648	2			6
38.48	2.3394	7			6
39.35	2.2897	2		5	
39.50	2.2813	2	4		6

TABLO 4.2.'nin devamı .

(2θ) ^o	(d) A	I/I _o	Madde No		
37.20	2.4169	22			6
37.40	2.4044	27	2		6
38.05	2.3648	2			6
38.48	2.3394	7			6
39.35	2.2897	2		5	
39.50	2.2813	2	4		6
40.25	2.2405	25	4	5	6
40.80	2.2116	6	2	5	6
41.20	2.1910	2		5	6
42.70	2.1175	44	4	5	
42.77	2.1142	25	2		6
44.80	2.0230	10	4	5	6
44.95	2.0166	6	4	5	
45.48	1.9943	3	2	5	6
45.90	1.9770	7			
46.35	1.9589	13	2		6
46.50	1.9529	13		4	5
47.95	1.8972	20	2	4	5
49.70	1.8344	13	2	4	5
50.90	1.7939	3			5
51.10	1.7874	4		4	5
51.85	1.7633	3		4	5
52.60	1.7399	10		4	6
52.75	1.7353	6	2		6
53.50	1.7127	2			5
54.10	1.6951	3	2		5



ŞEKİL 4.3. Hüseyin Üstündağ'ın Mesane Taşı Toz Diffraksiyon Deseni .



ŞEKİL 4.3.'ün devamı .

TABLO 4.3. Hüseyin Üstündağ'ın Mesane Taşı Analiz Tablosu.

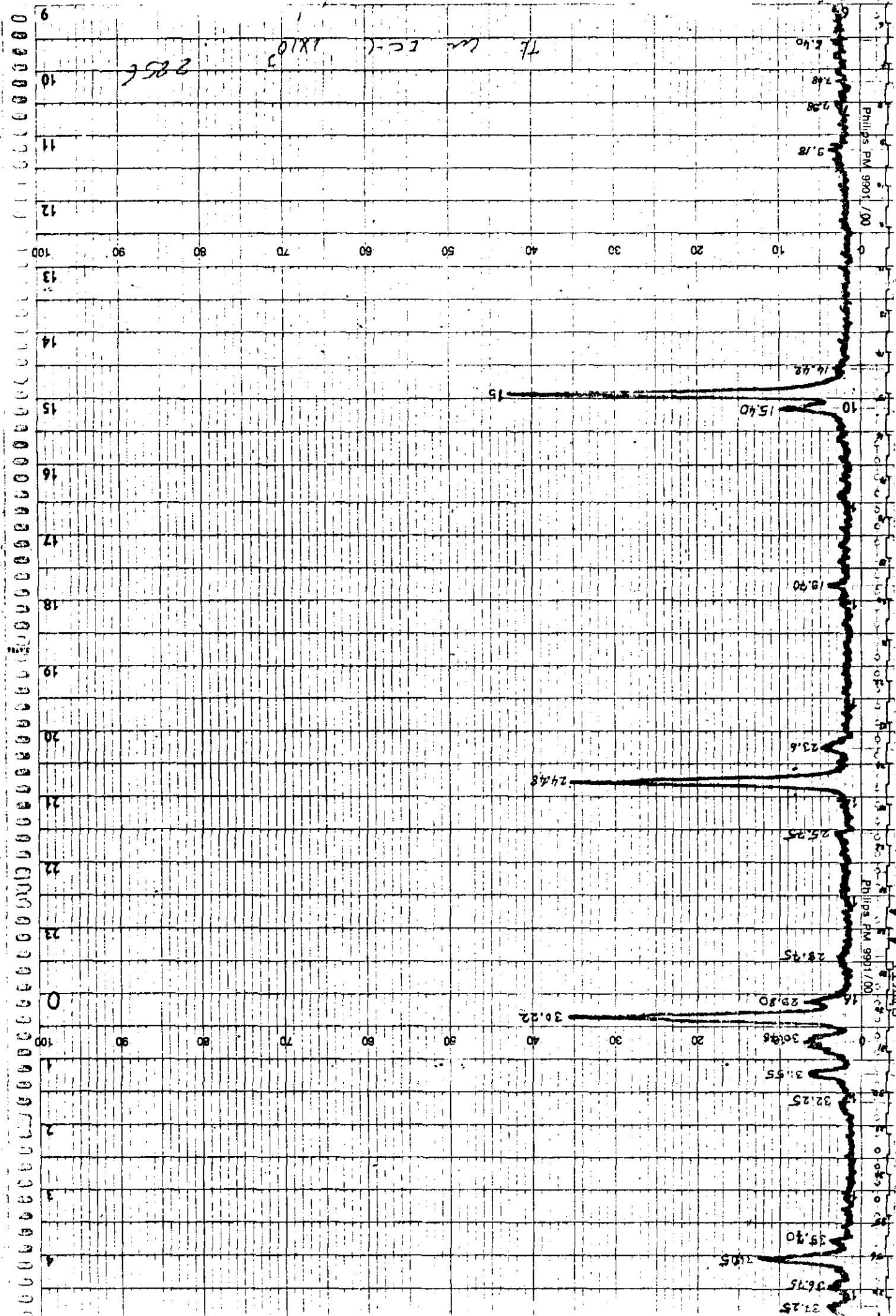
(2θ) ^o	(d) A	I/I _o	Madde No
14.41	6.1465	9	7
15.10	5.8671	20	7 8
15.81	5.6052	76	7
16.51	5.3691	27	7 8
19.38	4.5800	9	7 8
20.15	4.4067	9	
20.89	4.2522	97	7
21.50	4.1329	54	5 7 8
24.50	3.6332	4	8
25.04	3.5561	5	5 7
25.75	3.4596	25	4 7 8
26.12	3.4114	16	5
27.12	3.2879	59	7
28.50	3.1317	9	4 5 7
29.24	3.0542	11	4 5 7 8
29.60	3.0178	13	7
30.28	2.9516	27	7
30.71	2.9112	59	7
31.42	2.8470	16	5
31.97	2.7993	100	7 8
32.25	2.7756	38	4 5
33.00	2.7143	25	5 7 8
33.38	2.6842	94	4 7
33.77	2.6541	43	7

TABLO 4.3.'ün devamı .

(2 θ) ^o	(d) A	I/I _o	Madde No
34.18	2.6232	14	4 5
35.25	2.5460	7	7 8
35.65	2.5183	12	5 7
35.80	2.5081	20	4
37.60	2.3921	7	7 8
38.30	2.3500	12	7
38.50	2.3382	9	5 7
41.50	2.1759	5	4 5 7 8
42.40	2.1317	10	4 7
42.50	2.1270	9	4 5 7
44.20	2.0490	9	4 5 7
44.25	2.0468	9	5 7 8
44.95	2.0166	12	4 5 7
45.70	1.9852	9	7
46.25	1.9629	10	8
46.30	1.9609	10	7
46.45	1.9549	15	5 7
47.30	1.9217	7	7 8
47.40	1.9179	7	4 7
48.05	1.8934	7	5
48.55	1.8751	14	5 8
48.75	1.8679	10	4
49.35	1.8466	10	5
49.90	1.8275	7	4

TABLO 4.3.'ün devamı .

$(2\theta)^{\circ}$	(d) A	I/I_0	Madde No
50.70	1.8005	20	5
50.90	1.7939	17	8
51.25	1.7825	5	4 5
51.85	1.7633	10	5
52.00	1.7585	9	4 8
52.70	1.7368	12	4
53.25	1.7202	5	5
53.50	1.7127	9	
55.45	1.6570	3	5 8
56.50	1.6287	2	
57.40	1.6053	7	
57.80	1.5951	5	8

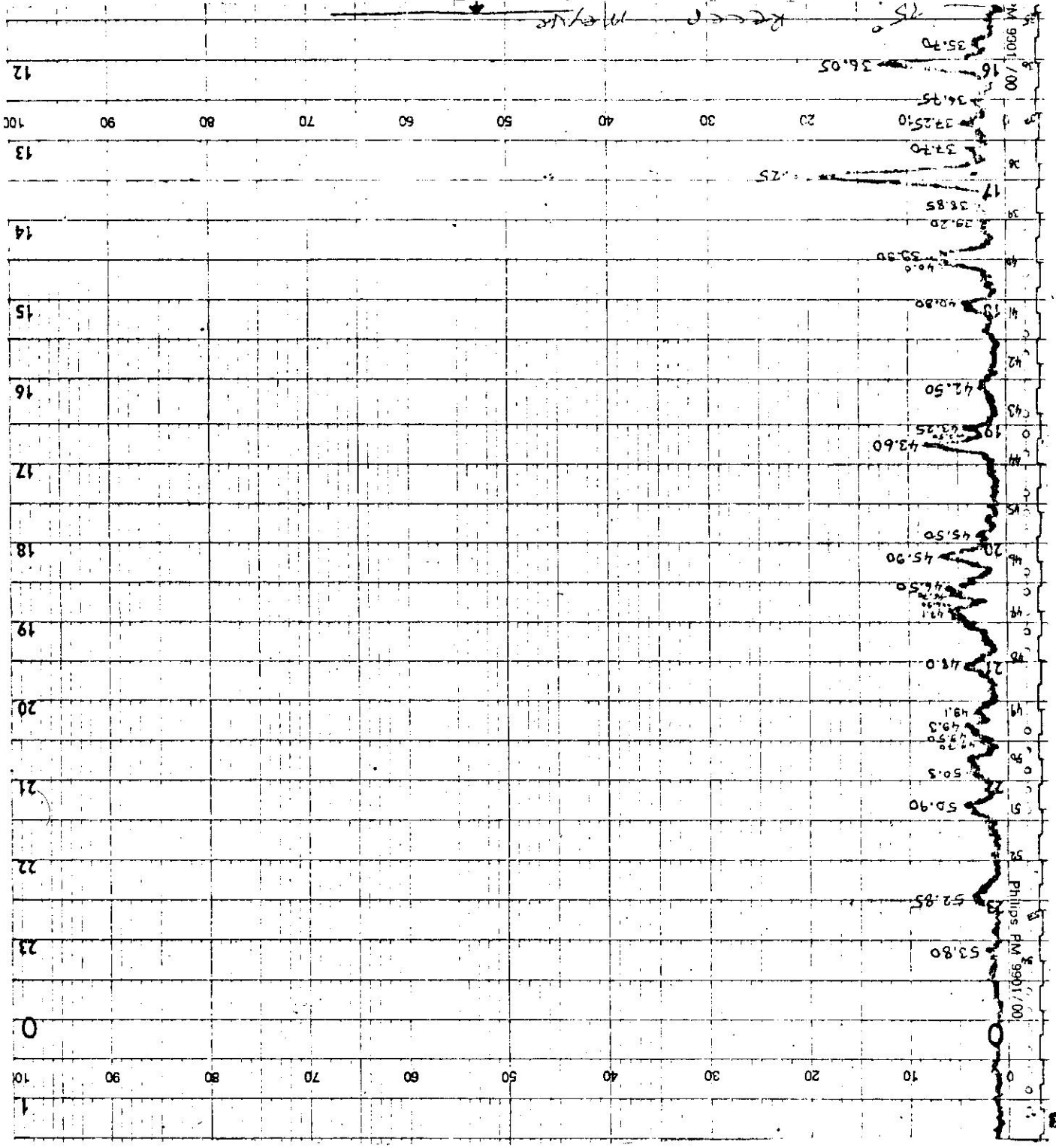


ŞEKİL 4.4. Recep Meyve'nin Mesane Taşı Toz Difraksiyon Deseni .

76 (W.L.C.)
 2056
 1X10³

Phillips PM 9901/00

Phillips PM 9901/00



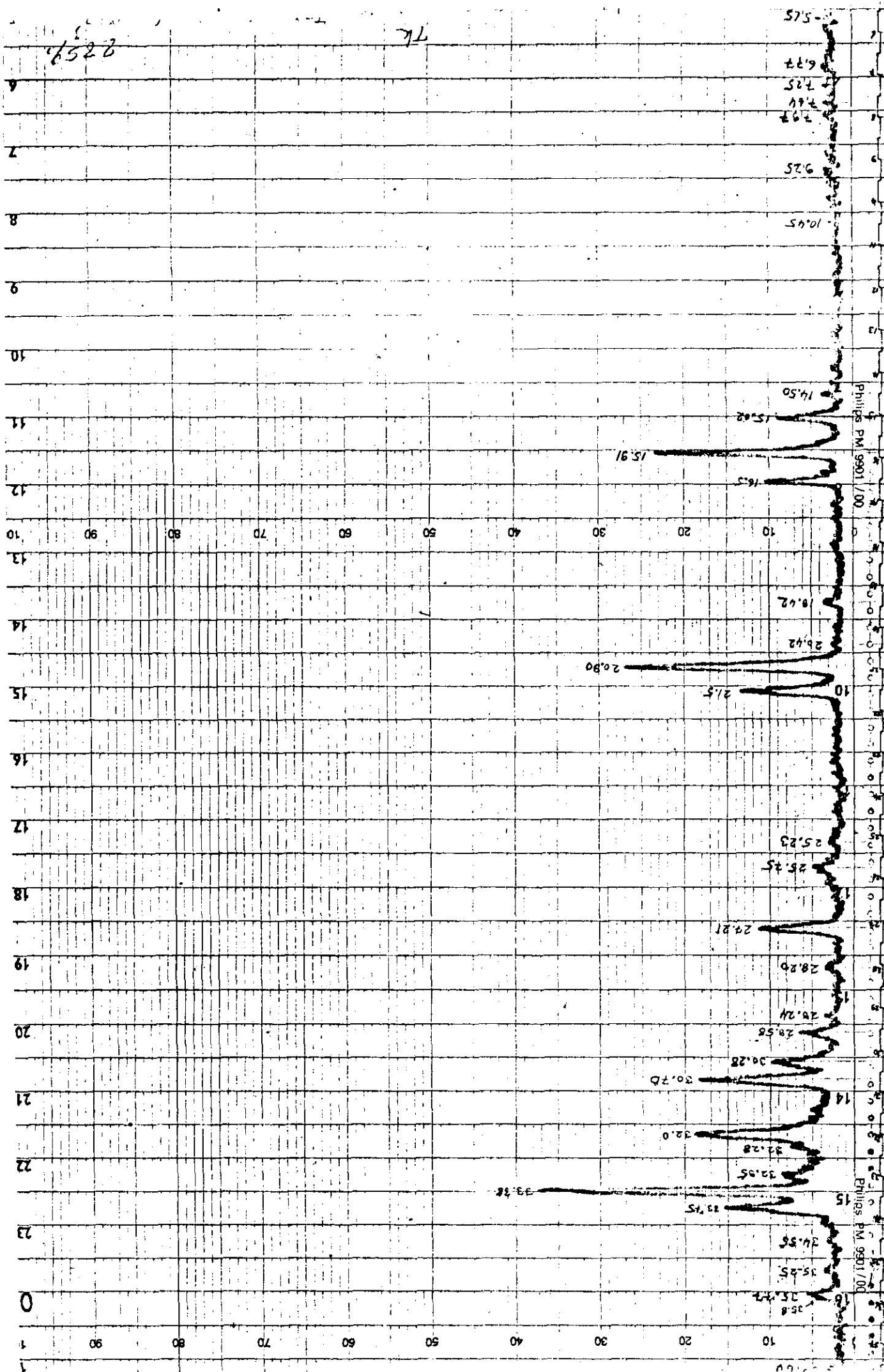
ŞEKİL 4.4.'ün devamı .

TABLO 4.4. Recep Meyve'nin Mesane Taşının Analiz Tablosu.

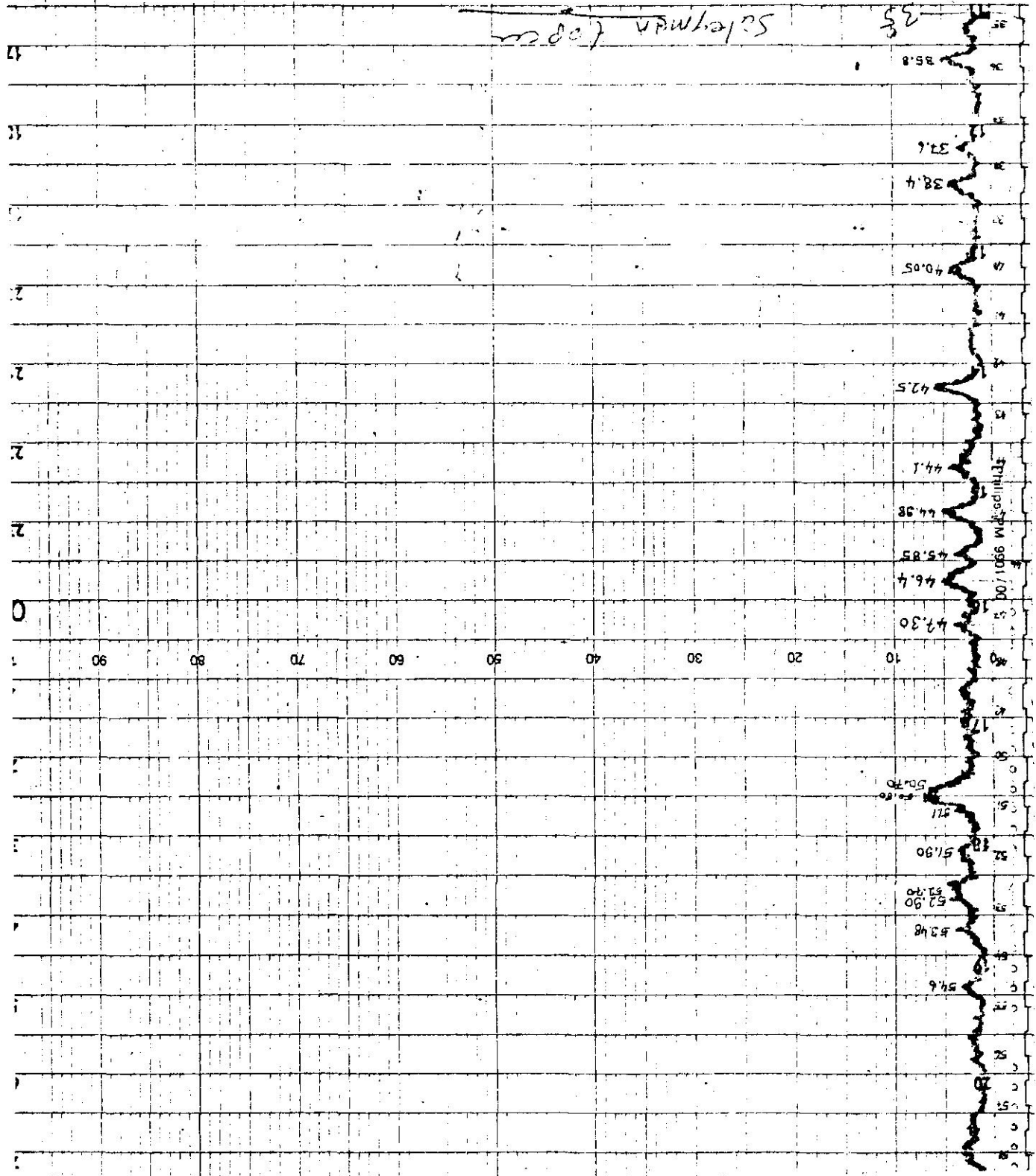
(2 θ) ^o	(d) A	I/I _o	Madde No
14.42	6.1422	4	9
15.00	5.9060	100	1
15.40	5.7535	20	1
19.70	4.5063	6	1 9
23.60	3.7697	7	1
24.48	3.6362	84	1
25.75	3.4596	3	
28.75	3.1051	3	1 9
29.80	2.9980	12	1
30.22	2.9573	84	1
30.78	2.9048	13	1
31.55	2.8356	12	1
32.25	2.7756	3	9
35.70	2.5149	4	1
36.05	2.4913	27	1
36.75	2.4454	4	1
37.25	2.4138	8	1
37.70	2.3860	6	1 9
38.25	2.3529	44	1
38.85	2.3180	4	1
39.20	2.2981	2	1
39.90	2.2593	16	1
40.00	2.2539	13	1
40.80	2.2116	7	1 9

TABLO 4.4.'ün devamı .

(2 θ) ^o	(d) A	I/I _o	Madde No
42.50	2.1270	3	1
43.25	2.0918	6	9
43.50	2.0804	5	1
43.60	2.0758	17	1
45.50	1.9935	4	1 9
45.90	1.9770	10	1
46.50	1.9529	11	1
46.70	1.9450	10	9
46.90	1.9372	9	1
47.10	1.9294	10	1
48.00	1.8953	4	1
49.10	1.8554	4	1
49.30	1.8483	7	
49.50	1.8413	5	1
49.70	1.8344	2	
50.30	1.8139	6	1 9
50.90	1.7939	7	1
52.85	1.7322	4	1 9
53.80	1.7039	2	1 9



ŞEKİL 4.5. Süleyman Topçu'nun Mesane taşı Toz Diffraksiyon Deseni .



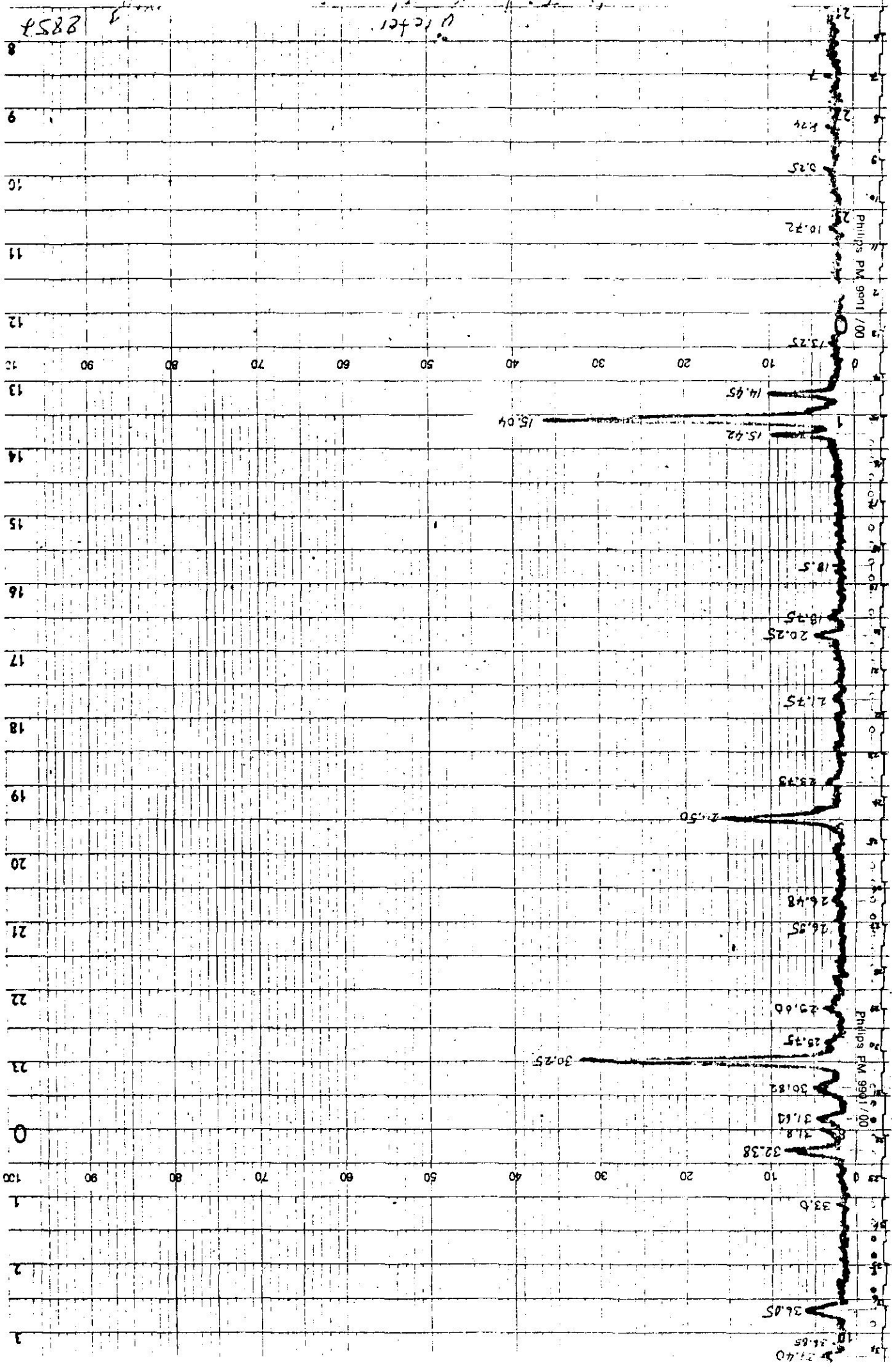
ŞEKİL 4.5.'in devamı

TABLO 4.5. Süleyman Topçu'nun Mesane Taşı Analiz Tablosu.

(2 θ) ^o	(d) A	I/I ₀	Madde No
14.50	6.1085	4	7 9
15.02	5.8982	20	7
15.91	5.5702	58	7
16.50	5.3723	23	7
19.42	4.5706	4	7
20.42	4.3490	2	9
20.90	4.2502	69	7
21.50	4.1329	32	7
25.23	3.5297	3	7
25.75	3.4596	9	4 7
27.21	3.2772	25	7
28.20	3.1644	3	4 7
29.24	3.0542	4	4 7 9
29.58	3.0198	12	7
30.28	2.9516	22	7
30.70	2.9122	45	7
32.00	2.7968	45	4 7
32.28	2.7731	15	9
32.95	2.7183	19	7
33.38	2.6842	100	4 7
33.75	2.6556	36	7
34.55	2.5960	4	4
35.25	2.5460	4	7
35.77	2.5102	9	7

TABLO 4.5.'in devamı .

(2 θ) ^o	(d) A	I/I _o	Madde No
35.80	2.5081	10	4
37.60	2.3921	6	7 9
38.40	2.3441	8	7
40.05	2.2512	8	4 7 9
42.50	2.1270	11	4 7
44.10	2.0534	8	4 7 9
44.98	2.0153	10	4 7 9
45.85	1.9790	6	7
46.40	1.9569	9	7 9
47.30	1.9217	6	4 7 9
50.70	1.8005	13	4 7 9
50.80	1.7972	14	4
51.10	1.7874	6	4
51.90	1.7617	6	4
52.70	1.7397	8	4
52.90	1.7307	8	9
53.48	1.7133	6	9
54.60	1.6808	4	



ŞEKİL 4.6. Ali Türkmen'in Üreter Taşı Toz Difraksiyon Deseni .



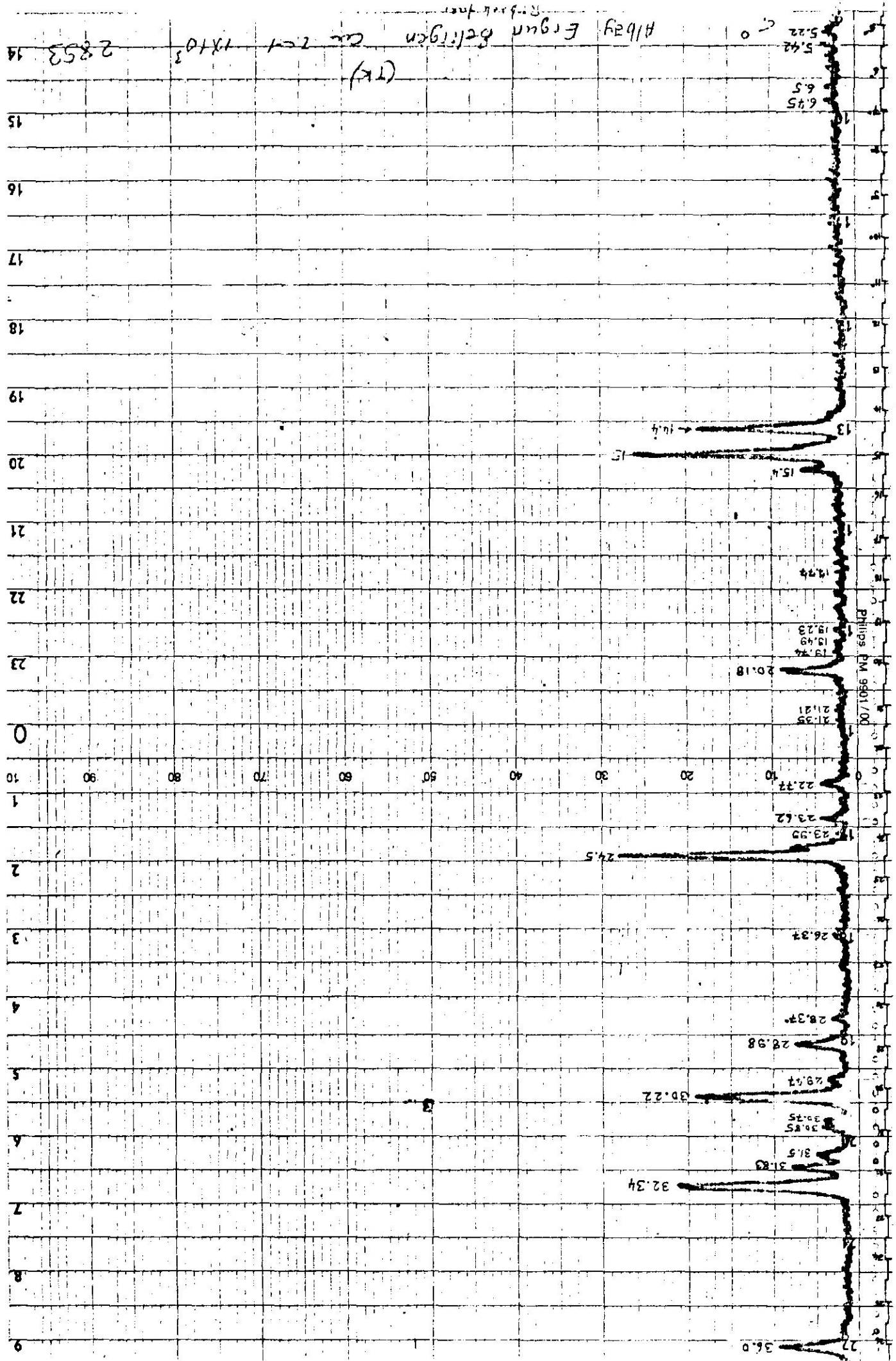
ŞEKİL 4.6.'nin devamı

TABLO 4.6. Ali Türkmen'in Üreter Taşı Analiz Tablosu.

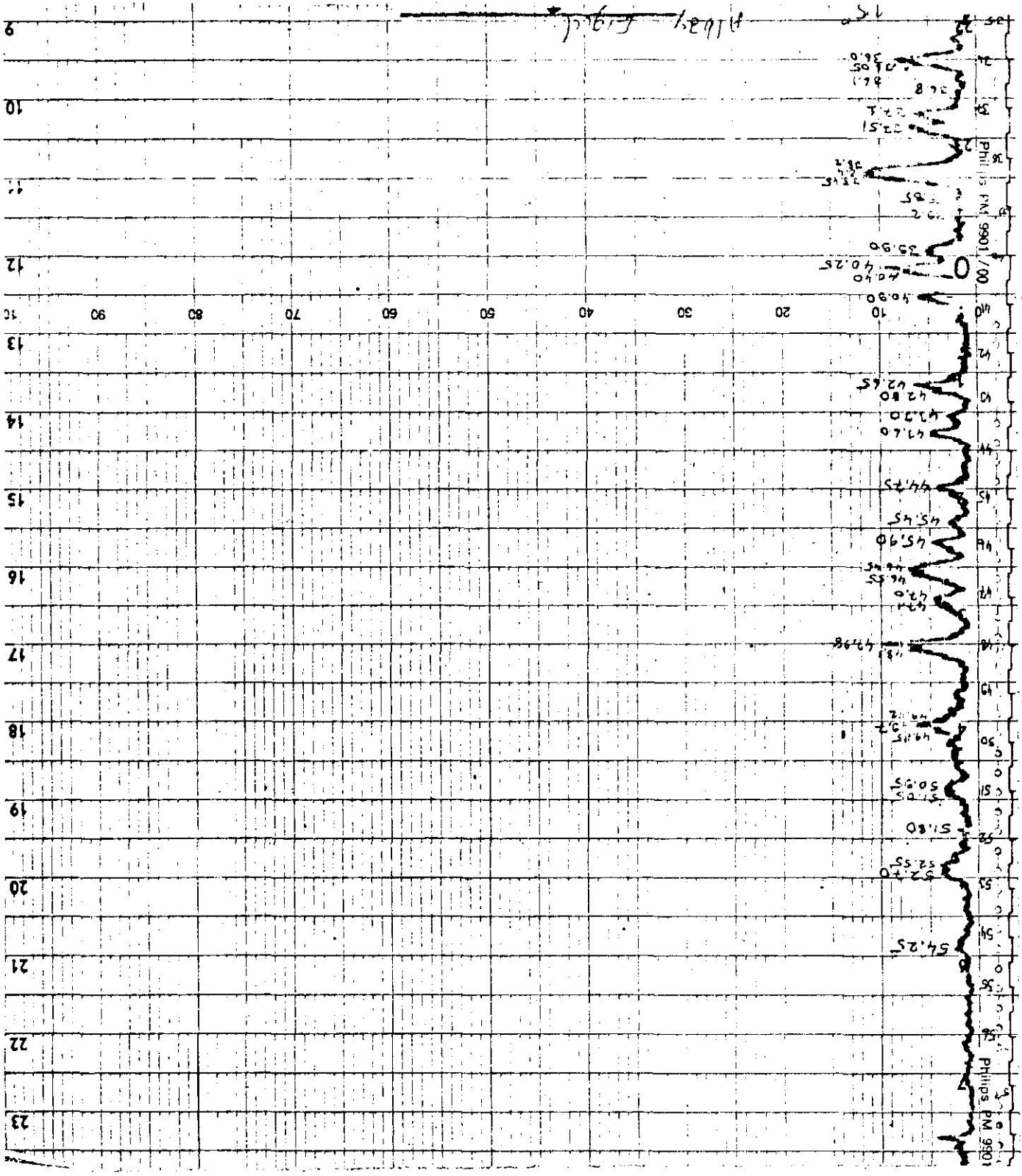
$(2\theta)^\circ$	(d) A	I/I_0	Madde No		
14.45	6.1295	25	6	9	10
15.04	5.8904	100	1		10
15.42	5.7461	24	1		
18.50	4.7958	2	1		
19.75	4.4950	4	1	6	10
20.25	4.3851	8		6	9
21.75	4.0860	2		6	
23.73	3.7493	5	1		
24.50	3.6332	42	1	6	10
26.48	3.3659	2	1	4	6
26.95	3.3082	2		6	
29.00	3.0789	6	1	4	6
29.75	3.0029	6	1	4	
30.25	2.9544	91	1		10
30.82	2.9011	10	1		
31.63	2.8286	8	1		10
31.80	2.8139	7	1	6	
32.38	2.7648	18		4	9
33.00	2.7143	1		4	
36.05	2.4913	22	1	4	10
36.85	2.4390	4	1		10
37.40	2.4044	10	1		9
38.35	2.3470	31	1		
38.55	2.3353	51	1	4	10

TABLO 4.6.'nin devamı .

(2 θ) ^o	(d) A	I/I _o		Madde No	
39.20	2.2981	2	1		
39.85	2.2621	9	1		10
40.30	2.2378	13	1		
40.40	2.2325	9			9
40.90	2.2064	9	1	4	9 10
42.70.	2.1175	6	1		10
43.40	2.0849	4	1		9 10
43.70	2.0713	10	1		
43.80	2.0668	8		4	10
44.75	2.0251	31	1	4	9 10
45.90	1.9770	19	1		
46.45	1.9549	9	1		
46.60	1.9489	10	1		9
47.05	1.9313	10	1		10
47.25	1.9236	7	1	4	
48.00	1.8953	9	1		
48.35	1.8824	6			9
49.20	1.8519	2	1	4	10
49.45	1.8431	6	1	4	10
49.80	1.8309	7			
50.10	1.8207	7	1		9
51.05	1.7890	3	1	4	10
52.70	1.7368	8	1	4	10
52.75	1.7353	7		4	
54.20	1.6922	2	1		9 10



ŞEKİL 4.7. Ergun Belirgen'in Böbrek Taşı Toz Difraksiyon Deseni •



ŞEKİL 4.7.'nin devamı •

TABLO 4.7. Ergun Belingen'in Böbrek Taşı Analiz Tablosu.

(2 θ) ^o	(d) A	I/I _o	Madde No	
14.40	6.1507	64	6	10
15.00	5.9060	88	1	10
15.40	5.7535	11	1	
17.77	4.9911	3	1	11
19.23	4.6154	3	1	
19.49	4.5544	2	1	
19.74	4.4973	2		10
20.18	4.4002	26	6	
21.21	4.1888	2		10 11
21.35	4.1616	2		11
22.77	3.9052	11	6	10
23.62	3.7666	11	1	
23.99	3.7093	3	6	11
24.50	3.6332	100	1	10
26.37	3.3797	5	1	6 11
28.37	3.1458	5	1	6 11
28.98	3.0810	22	6	
29.77	3.0010	4	1	10
30.22	2.9573	64	1	11
30.75	2.9075	3	1	10
30.85	2.8983	4	1	
31.50	2.8400	8	1	10 11
31.83	2.8113	2	6	11
32.34	2.7681	74	6	10

TABLO 4.7.'nin devamı .

(2 θ) ^o	(d) A	I/I _o	Madde No		
36.00	2.4947	24	1	10	
36.05	2.4913	23	1		
36.10	2.4880	17			11
36.80	2.4422	3	1	10	
37.10	2.4232	17	1	6	
37.51	2.3976	12	1		
38.20	2.3559	35		6 10	11
38.40	2.3441	38	1		
38.45	2.3411	27	1	6 10	
38.85	2.3180	3	1		
39.20	2.2981	3	1	6	
39.90	2.2593	14	1	10	11
40.25	2.2505	30		6	
40.40	2.2325	23			11
40.90	2.2064	15	1	6 10	
42.65	2.1198	18	1	10	11
42.80	2.1127	11		6	
43.30	2.0895	5	1	10	
43.60	2.0758	12	1		11
44.75	2.0251	9		6 10	
45.45	1.9955	5	1	6 10	11
45.90	1.9770	12	1		
46.45	1.9549	20	1		11
46.55	1.9509	18		6	

TABLO 4.7.'nin devamı .

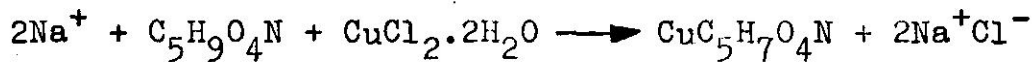
(2θ) ^o	(d) A	I/I _o	Madde No			
47.00	1.9333	11	1	10		
47.10	1.9294	11	1			
47.98	1.8964	30		6	11	
48.10	1.8916	20	1			
49.52	1.8406	11	1	10	11	
49.70	1.8344	18	1	10	11	
49.85	1.8292	9	1	6	11	
50.95	1.7923	6	1	10		
51.05	1.7890	6		6		
51.80	1.7649	2		10		
52.55	1.7414	8		6		
52.70	1.7368	8	1	10	11	
54.25	1.6908	3	1	6	10	11

5. SONUÇLARIN TARTIŞILMASI

5.1. (I.) ve (II.) Kristallerin Kristal Yapı Araştırması

Bu araştırmada Na-Co-Glutamat için önerilen² 2.1.1 ve 2.1.2 tepkime denklemleri kullanılarak , (I.) ve (II.) kristalleri elde edilip kristal yapıları incelendi. (I.) kristalin h0l , Okl , hll ve (II.) kristalin h0l ve Okl tabakalarının Buerger Presesyon yöntemi ile fotoğrafları çekildi. Filimlerden iki kristalin aynı " ortorombik " kristal sistemine sahip ve birim hücre parametrelerinde aynı değerde ; a = 11.057 Å , b = 10.341 Å , c = 7.245 Å oldukları bulundu. Sistematik sönümlerinin ve ölçülen yoğunluk değerlerindeki aynı olması , iki kristalin aynı kristaller olabilecekleri düşüncesini kuvvetlendirdi.

Erciyes Üniversitesi Tıp Fakültesi Biyokimya Laboratuvarında Backmann (flame) atomik absorpsiyon aleti ile yapılan analizde (I.) kristalde Na ve (II.) kristalde de K'a rastlanmadı. Kayseri-Çinkur Tesisleri Kimya Laboratuvarında Perkin Elmer-403 (Flame) atomik absorpsiyon cihazı ile (I.) kristalde Na << 0.001 bulundu. Bu değer reaksiyon sonucu beklenen molekülün (formülünden $(Na_2CuC_{10}H_{14}O_8N_2)$ hesaplanan sodyum yüzdesi % 11.51 'den çok küçüktür. Sonuç olarak sodyumun kristal yapıya girmediğine karar verildi. Analizle bulunan sodyum yüzdesi kristaldeki safsızlığı (impurity) göstermektedir. Oluşan kristaller Cu-Glutamat kristalleridir. Cd-Glutamat tetrahidratın oluşmasına benzer olarak tepkime aşağıdaki gibi olmuştur⁶.



Sodyum yapıya girmediği için, Na^+ iyonu olarak çözelti içinde mevcuttur. Cu-Glutamat ($\text{CuC}_5\text{H}_7\text{O}_4\text{N}$) molekül formülünden hesaplanan bakır yüzdesi % 30.47 bulunur , bu analizin verdiği sonuçla uyuşmaktadır. Cd ve Zn Glutamat iki su ile kristalleşirler.⁶⁻⁹ Cu-Glutamatında iki su ile kristalleştiğini kabul ederek , $-(\text{CuC}_5\text{H}_7\text{O}_4\text{N}) \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ hesaplanan bakır yüzdesi % 25.97 bulunur ve bizim bulduğumuz % 25.2 değeri ile uyuşur. Sapma deneysel hatalardan gelmektedir.

(II.) kristalde $K \ll 0.001$ bulundu , bu molekül formülünden hesaplanan % 11.97 'den çok küçüktür. O halde bu kristalde potasyum yer almıyor. Bulunan bakır yüzdesi % 25.4 'ün (I.) kristalle uyuşmasından ve bulunan birim hücre parametreleri ile uzay grubunun da aynı olmasından (I.) ve (II.) kristaller aynı cins kristallerdir sonucunu çıkarırız. Referansta Cu-Glutamat için $a = 11.084 \text{ \AA}$, $b = 10.350 \text{ \AA}$ ve $c = 7.238 \text{ \AA}$ değerleri veriliyor.⁸ 0.05 mm duyarlıklı kumpasla ölçü yaptığımız için değerlerin 0.1 'ler basamağından kesinlikle emin olabiliriz. Bu durumda birim hücre boyutlarının büyüklüğü, bulduğumuz sonuçlara uyar. Kristal için ; ortorombik , $Z = 4$ ve $P 2_1 2_1 2_1$ olarak bulunan verilerde Cu-Glutamatınkilere uyar. Sonuçta kristallerimizin kesinlikle $(\text{CuC}_5\text{H}_7\text{O}_4\text{N}) \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ kristalleri olduğu sonucuna vardım.

5.2. Böbrek , Üreter ve Mesane Taşları Analizi

Böbrek, üreter ve mesane taşlarının yapısına giren maddeler ; bu taşın alındığı hastanın yaşadığı bölgenin iklim özellikleri , hastanın bünyesi ve çokça aldığı besinlere bağlıdır. Çalışmamda Türkiye çapında , bölge , hasta bünyesi ve alınan besine göre taşlarda saptanan maddelerin dağılımının bulunmasını amaçladım. Ayrıca böbrek , üreter ve mesane taşlarının yapılarında yer alan maddeler

açısından farklılıkların olup olmadığını tesbitine çalıştım.

Çalışmamda Kayseri bölgesindeki hastalara ait , Erciyes Üniversitesi Tıp Fakültesi Üroloji Bilim Dalından aldığım iki böbrek, iki üreter ve üç mesane taşının x-ışınları toz difraksiyonu yöntemi ile analizlerini yaptım. Analiz sonucu bulduğum maddeler hasta adlarına göre aşağıda verilmiştir.

- | | |
|-----------------------|--|
| I. Mahmut Öztekin | Whewellite , Calcium Oxalate Hydrate (Form B),
(sağ üreter taşı) Uric Acid-Phase-I . |
| II. Rahmi Genç | Calcium Oxalate Hydrate (Form B), Weddellite,
(sağ böbrek taşı) Carbonat Apatite , Hydroxyapatite . |
| III. Hüseyin Üstündağ | Struvite , Carbonat Apatite , Newberyite ,
(mesane taşı) Hydroxyapatite . |
| IV. Recep Meyve | Whewellite , Calcium Oxalate Hydrate .
(mesane taşı) |
| V. Süleyman Topçu | Carbonat Apatite , Struvite , Calcium Oxalate
(mesane taşı) Hydrate (Form C) . |
| VI. Ali Türkmen | Whewellite , Weddellite , Carbonat Apatite ,
(üreter taşı) α -Calcium Oxalate, Calcium Oxalate (Form C). |
| VII. Ergun Belirgen | Weddellite , Lead Phosphate Hydrate , Whewellite,
(böbrek taşı) α -Calcium Oxalate . |

Taşların analizi sonucu daha çok kalsiyum bileşiklerine rastlandı. Üreter taşında , böbrek ve mesane taşlarından farklı olarak ürik asite rastlandı. Burdan ürik asitin, taş yapısına üreter ve taşın üreterden sonraki takip ettiği yolda girdiği sonucuna vardım . Ayrıca bir böbrek taşında az miktarda kurşun fosfata rastlandı . Bu , metal bileşiklerinin böbrekte taşın yapısına girdiğini gösteren bir örnektir.

Deneylerimi, ancak Ankara'da Hacettepe Üniversitesi Mühendislik Fakültesinin Fizik Mühendisliği Bölümü X-ışınları Laboratuvarı ve Yer Bilimleri Enstitüsünde ; eğitimin olmadığı zamanlar belli sürelerle izin alarak yapabilmem yüzünden , uzun zaman alan deneysel çalışmalar ve analizlerden amaçladıklarımı tam olarak gerçekleştiremedim. Buna rağmen yinede böbrek taşında metal bileşiğin bulunması, üreter ve mesane taşında rastlanmaması taş yapısına metal bileşiğin böbrekte girdiğini göstermektedir. Yine yalnızca üreterde ürik asitte rastlanması , ürik asitin üreterde taş yapısına girdiğinin bir delilidir.

Deneysel çalışmalarımı Hacettepe Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Fizik Mühendisliği Bölümü X-ışınları Laboratuvarında yapma imkan sağlayan ve hiçbir yardımını esirgemeyen Hacettepe Üniversitesi Öğretim Üyesi Değerli Hocam Sayın Doç.Dr.Hüseyin SOYLU'ya ve ayrıca gerekli iznin verilmesi için her türlü kolaylığı sağlayan başta Sayın Prof.Dr.Ulviye ÖZER ve Tıp Fakültesi Yönetim Kurulunun Sayın Üyelerine minnet ve şükranlarımı sunmayı bir borç bilirim.

KAYNAKLAR

1. SOYLU , H.,(Mangan Tartarat Tetrahidratın X-ışınları Difraksiyonu İle Kristal Yapı Analizi) , H.Ü.Müh.Fak.Fizik Müh. Böl. Doçentlik Tezi , (Mart 1977) .
2. DİNÇER , S. ve ÜLKÜ , G., (Mühendislik Tezi) H.Ü.Kimya Fakültesi , (1974) .
3. BUERGER , M.J., (The Precession Method In X-Ray Crystallography) John Wiley and Sons Inc.,N.Y., (1964) .
4. (International Tables For X-Ray Crystallography) Vol.I. , Kynoch Press , Birmingham , (1968) .
5. CULLITY , B.D., (Element of X-Ray Diffraction) Add.Wesley , Pub.Com. Inc. Mass , (1956) .
6. SOYLU , H., (Kadmiyum Glutamat Tetrahidratın Kristal Yapı Analizi) , (Doktora Tezi) , H.Ü. Fizik Böl., (1973) .
7. LEDGER , R. ve STEWART , F.H. , Aust. J. Chem. , 18 ; (1965) , 1477 - 84 .
8. GRAMACCIOLİ , C.M. ve Marsh , R.E. , Acta Cryst. , 21 , (1966) , 594 - 600 .
9. GRAMACCIOLİ , C.M. , Acta Cryst. , 21 , (1966) , 600 .