



**X-IŞINLARI KIRINIM  
YÖNTEMİ İLE KRİSTAL  
YAPI ANALİZİ**

**İSMAİL ÇELİK  
DOKTORA TEZİ  
FİZİK ANABİLİM DALI  
Şubat 1997**

65702

T.C. İZMİR İLİ MİLLÎ EĞİTİM BAKANLIĞI  
DOKÜMANTASYON MERKEZİ

65202

**X-IŞINLARI KIRINIM  
YÖNTEMİ İLE KRİSTAL  
YAPI ANALİZİ**

**İSMAİL ÇELİK  
DOKTORA TEZİ  
FİZİK ANABİLİM DALI  
Şubat 1997**

**Danışman: Doç.Dr. MEHMET AKKURT**

## FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ MÜDÜRLÜĞÜ' NE

Bu çalışma jürimiz tarafından, Fizik Anabilim Dalı' nda Doktora tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan: Prof.Dr.Bünyamin Özbay

Üye: Prof. Dr.Yalçın Elerman

Üye: Doç.Dr. Mehmet Akkurt

*B. Özbay*  
*Y. Elerman*  
*M. Akkurt*

ONAY

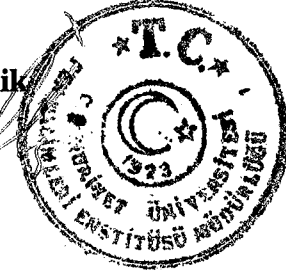
Yukardaki imzaların, adı geçen öğretim üyelerine ait olduğunu onaylıyorum.

12/11/1997

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ MÜDÜRÜ

Prof. Dr. Necati Çelik

*N. Çelik*

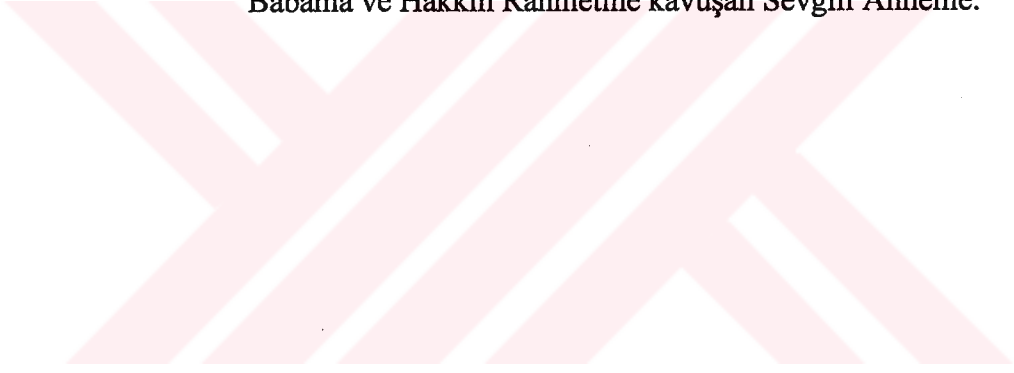


**Bu tez, Cumhuriyet Üniversitesi Senatosunun 05.01.1984 tarihli toplantısında kabul edilen ve daha sonra 30.12.1993 tarihinde C.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürlüğünce hazırlanan ve yayımlanan 'Yüksek Lisans ve Doktora tez yazım Klavuzu' adlı yönergeye göre hazırlanmıştır.**





**Babama ve Hakkın Rahmetine kavuşan Sevgili Anneme.**



## İÇİNDEKİLER

Sayfa No

ÖZET .....	III
SUMMARY .....	IV
TEŞEKKÜR.....	V
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	VI
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	VIII
<b>BÖLÜM.1. GİRİŞ</b> .....	1
<b>BÖLÜM.2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR</b> .....	2
2.1.Kristallerin Elde Edilmesi.....	2
2.1.1. Hidroksietilamonyum L-tartarat monohidrat.....	2
2.1.2. Exo-endo-exo-exo-2,3,5,6-tetrabromnorboman.....	2
2.1.3. 7-asetil-5-benzoil-6-fenil-8-metil-4,7-dihidropirazolo[1,5,c]-1H- pirimidin-2-on.....	3
2.2. $C_2H_8N^+ \cdot C_4H_5O_6^- \cdot H_2O$ Kristalinin Film Yöntemi ile İncelenmesi.....	5
2.2.1. Buerger Presesyon Yöntemi.....	5
2.2.2. Döner Kristal Yöntemi.....	11
2.2.3. Weissenberg Yöntemi .....	15
2.2.4. Birim Hücre Parametrelerinin Belirlenmesi.....	19
2.2.4.a. Kristal Yoğunluğu .....	19
2.2.4.b. Birim Hücredeki Molekül Sayısı .....	20
2.3. Bragg Yansımalarının Şiddeti.....	22
2.3.1. X-Işınlınının Birim Hücreden Saçılması .....	22
2.3.2.Yapı Faktörü.....	23
2.3.3. Fourier Sentezi.....	23
2.3.4. Şiddet İfadesi.....	24
2.4. Enraf -Nonius CAD-4 Difraktometresi .....	25
2.4.1.Difraktometre Geometrisi.....	25
2.4.2.Yansıma Verilerinin Toplanması.....	28
<b>BÖLÜM.3. FAZ SORUNU</b> .....	32
3.1. Faz Sorunu Nedir?.....	32
3.2. Direkt Yöntemler.....	32

3.2.1. Direkt Yöntemlerin Tarihsel gelişimi.....	33
3.2.2. Orijin Belirleme .....	35
3.2.3. Birimsel yapı Faktörü.....	36
3.2.4. Normalize Yapı Faktörü.....	37
3.2.5. $\Sigma_1$ Bağlılıları.....	38
3.2.6. Faz Belirlemede Kullanılan Bağlılılar.....	38
3.2.7. Sembolik Toplama Yöntemi .....	40
3.2.8. Sihirli Tam Sayılar.....	41
3.2.9. Figures of Merit (FOM) ler.....	43
3.3. Shelxs86 ve Direkt YöntemlerleYapı Analizi .....	46
<b>BÖLÜM.4. ARITIM.....</b>	<b>59</b>
4.1. Arıtım Yöntemleri .....	59
4.2. Kristal Yapıların Arıtımı.....	62
4.2.1. Hidroksietilamonyum L-Tartarat Monohidrat Kristalinin Yapı Arıtımı.....	62
4.2.2. Exo-endo-exo-exo-2,3,5,6-tetrabromnorboman Kristalinin Yapı Arıtımı....	63
4.2.3. 7-asetil-5-benzoil-6-fenil-8-metil-4,7-dihidropirazolo[1,5,c]-1H-pirimidin -2-on Kristalinin Yapı Arıtımı.....	63
4.3. Kristallere ait Deneysel Sonuçlar.....	63
4.4. Atomik Konumlar, ısısal ve Geometrik Parametreler.....	66
<b>BÖLÜM.5. SONUÇLAR VE TARTIŞMA.....</b>	<b>83</b>
<b>BÖLÜM.6. KAYNAKLAR DİZİNİ.....</b>	<b>101</b>
<b>ÖZGEÇMİŞ.....</b>	<b>106</b>
<b>EKLER.....</b>	<b>107</b>
Ek.1. $C_2H_8N^+.C_4H_5O_6^-.H_2O$ Kristaline Ait Atomların gözlenen ve hesaplanan yapı faktörü değerleri.....	107
Ek.2. $C_7H_8Br_4$ Kristaline Ait Atomların gözlenen ve hesaplanan yapı faktörü değerleri.....	112
Ek.3. $C_{22}H_{19}O_3N_3$ Kristaline Ait Atomların gözlenen ve hesaplanan yapı faktörü değerleri.....	120

## ÖZET

## Doktora Tezi

X-IŞINLARI KIRINIM YÖNTEMİ İLE ( $C_2H_8N^+.C_4H_5O_6^-.H_2O$ ),  
( $C_7H_8Br_4$ ) VE ( $C_{22}H_{19}O_3N_3$ ) KRİSTALLERİNİN YAPI ANALİZİ

**İsmail ÇELİK**

Cumhuriyet Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı

**Danışman: Doç.Dr. Mehmet Akkurt**

Bu çalışmada, Hidroksietilamonyum L-tartrate monohidrat,  $C_2H_8N^+.C_4H_5O_6^-.H_2O$ , exo-endo-exo-exo-2,3,5,6-tetrabromnorboman,  $C_7H_8Br_4$ , ve 7-asetil-5-benzoil-6-fenil-8-metil-4,7-dihidropirazolo[1,5,c]-1H-pirimidin-2-on,  $C_{22}H_{19}O_3N_3$ , kristallerinin yapısı çözüldü.

$C_2H_8N^+.C_4H_5O_6^-.H_2O$  kristaline ait veriler:  $M_r=229.19$  a.k.b., Monoklinik,  $P2_1$  (No:4),  $a=7.6031(6)$  Å,  $b=7.5028$  Å,  $c=8.7984$  Å,  $\beta=92.96(2)^\circ$ ,  $V=501.23$  Å<sup>3</sup>,  $Z=2$ ,  $D_x=1.519$  Mgm<sup>-3</sup>,  $D_m=1.45$  Mgm<sup>-3</sup>,  $\lambda(MoK\alpha)=0.71073$  Å,  $\mu=0.140$  mm<sup>-1</sup>,  $R_1(F)=0.0634$ ,  $wR_2(F^2)=0.1254$ ,  $GooF=S=1.062$ , 1093 yansıma ve 164 parametre arıtıldı.  $(\Delta/\sigma)_{max}=0.086$ ,  $\Delta\rho_{max}=0.359e\text{Å}^{-3}$ ,  $\Delta\rho_{min}=-0.357e\text{Å}^{-3}$ .

$C_7H_8Br_4$ , kristaline ait veriler:  $M_r=411.77$  a.k.b., Triklirik,  $P\bar{1}$ (No:2),  $a=6.280(2)$ Å,  $b=6.646(3)$ Å,  $c=12.385(6)$ Å,  $\alpha=96.58(4)^\circ$ ,  $\beta=90.50(3)^\circ$ ,  $\gamma=101.10(2)^\circ$ ,  $V=503.6(4)$ Å<sup>3</sup>,  $Z=2$ ,  $D_x=2.715$ Mgm<sup>-3</sup>,  $\lambda(MoK\alpha)=0.71073$ Å,  $\mu=15.92$ mm<sup>-1</sup>,  $R_1(F)=0.0476$ ,  $wR_2(F^2)=0.0910$ ,  $GooF=S=1.310$ , 2041 yansıma ve 125 parametre arıtıldı,  $(\Delta/\sigma)_{max}=0.144$ ,  $\Delta\rho_{max}=0.807e\text{Å}^{-3}$ ,  $\Delta\rho_{min}=-0.612e\text{Å}^{-3}$ .

$C_{22}H_{19}O_3N_3$ , kristaline ait veriler:  $M_r=373.40$  a.k.b., Triklirik,  $P\bar{1}$ (No:2),  $a=8.310(10)$  Å,  $b=9.890(10)$  Å,  $c=12.007(10)$ Å,  $\alpha=92.17(4)^\circ$ ,  $\beta=97.32(3)^\circ$ ,  $\gamma=106.72(2)^\circ$ ,  $V=934.5(2)$ Å<sup>3</sup>,  $Z=2$ ,  $D_x=1.327$ Mgm<sup>-3</sup>,  $D_m=1.33$  Mgm<sup>-3</sup>,  $\lambda(MoK\alpha)=0.71073$ Å,  $\mu=0.09$ mm<sup>-1</sup>,  $R_1(F)=0.0989$ ,  $wR_2(F^2)=0.1160$ ,  $GooF=S=1.555$ , 3392 yansıma ve 305 parametre arıtıldı,  $(\Delta/\sigma)_{max}=0.052$ ,  $\Delta\rho_{max}=0.223e\text{Å}^{-3}$ ,  $\Delta\rho_{min}=-0.234e\text{Å}^{-3}$ .

Kristallere ait şiddet verileri otomatik CAD-4 difraktometresinde toplandı. Lorentz ve kutuplanma düzeltmeleri yapıldıktan sonra  $\psi$ -scan yöntemi ile ampirik soğurma düzeltmesi uygulandı.  $C_2H_8N^+.C_4H_5O_6^-.H_2O$  ve  $C_{22}H_{19}O_3N_3$ , kristalleri direk yöntemlerle SHELXS86 programı kullanılarak çözüldü. SHELXL93 arıtım programı kullanılarak tam-matris en küçük kareler arıtımı uygulandı.  $C_7H_8Br_4$ , kristali ise Patterson ağır atom yöntemi ile, SHELXS86, programı kullanılarak çözüldü. Kristale SHELXL93 arıtım programı kullanılarak tam-matris en küçük kareler arıtımı uygulandı. Yapısı belirlenen kristallerin molekül çizimleri ORTEP çizim programı yardımı ile yapıldı. Ayrıca  $C_2H_8N^+.C_4H_5O_6^-.H_2O$  kristali film yöntemi ile incelenmiştir. Buerger ve Weissenberg kameraları kullanılarak, oda sıcaklığında yapının üst ve alt tabaka filmleri çekildi. Kristal sistemi, birim hücre parametreleri saptandı. Tabaka filmleri incelenerek sistematik sönüm şartları belirlendi. Kristal yoğunluğu ve hesaplanan birim hücredeki molekül sayısı (Z) yardımı ile uzay grubu belirlendi.

**Anahtar kelimeler :** X- Işını, Kırınım, Yapı analizi.

## SUMMARY

## Ph.D.Thesis

THE CRYSTAL STRUCTURE ANALYSIS OF  
( $C_2H_8N^+.C_4H_5O_6^-.H_2O$ ), ( $C_7H_8Br_4$ ) AND ( $C_{22}H_{19}O_3N_3$ )

İsmail ÇELİK

Cumhuriyet University,  
Graduate School of Natural and Applied Sciences,  
Department of Physics

Supervisor: Doç.Dr. Mehmet AKKURT

In this work, the crystal structure of hydroxyethylammonium L-tartrate monohydrate,  $C_2H_8N^+.C_4H_5O_6^-.H_2O$ , Exo-endo-exo-exo-2,3,5,6-tetrabromnorboman  $C_7H_8Br_4$  and 7-acetyl-5-benzoyl-6-phenyl-8-metyl-4,7-dihydropirazolo [1,5,c]-1H-pyrimidin-2-one,  $C_{22}H_{19}O_3N_3$  have been determined.

The data of  $C_2H_8N^+.C_4H_5O_6^-.H_2O$  crystal:  $M_r=229.19$  a.m.u., Monoclinic,  $P2_1$  (No:4),  $a=7.6031(6)$  Å,  $b=7.5028$  Å,  $c=8.7984$  Å,  $\beta=92.96(2)^\circ$ ,  $V=501.23$  Å<sup>3</sup>,  $Z=2$ ,  $D_x=1.519$  Mgm<sup>-3</sup>,  $D_m=1.45$  Mgm<sup>-3</sup>,  $\lambda(MoK\alpha)=0.71073$  Å,  $\mu=0.140$  mm<sup>-1</sup>,  $R_1(F)=0.0634$ ,  $wR_2(F^2)=0.1254$ ,  $GooF=S=1.062$ , 1093 reflections and 164 parameters are refined.  $(\Delta/\sigma)_{max}=0.086$ ,  $\Delta\rho_{max}=0.359$  eÅ<sup>-3</sup>,  $\Delta\rho_{min}=-0.357$  eÅ<sup>-3</sup>.

The data of  $C_7H_8Br_4$ , crystal:  $M_r=411.77$  a.m.u., Triclinic,  $P\bar{1}$ (No:2),  $a=6.280(2)$ Å,  $b=6.646(3)$ Å,  $c=12.385(6)$ Å,  $\alpha=96.58(4)^\circ$ ,  $\beta=90.50(3)^\circ$ ,  $\gamma=101.10(2)^\circ$ ,  $V=503.6(4)$ Å<sup>3</sup>,  $Z=2$ ,  $D_x=2.715$ Mgm<sup>-3</sup>,  $\lambda(MoK\alpha)=0.71073$  Å,  $\mu=15.92$ mm<sup>-1</sup>,  $R_1(F)=0.0476$ ,  $wR_2(F^2)=0.0910$ ,  $GooF=S=1.310$ , 2041 reflections and 125 parameters, are refined.  $(\Delta/\sigma)_{max}=0.144$ ,  $\Delta\rho_{max}=0.807$  eÅ<sup>-3</sup>,  $\Delta\rho_{min}=-0.612$  eÅ<sup>-3</sup>.

The data of  $C_{22}H_{19}O_3N_3$ , crystal:  $M_r=373.40$  a.m.u., Triclinic,  $P\bar{1}$ (No:2),  $a=8.310(10)$ Å,  $b=9.890(10)$ Å,  $c=12.007(10)$ Å,  $\alpha=96.58(4)^\circ$ ,  $\beta=90.50(3)^\circ$ ,  $\gamma=101.10(2)^\circ$ ,  $V=934.5(2)$ Å<sup>3</sup>,  $Z=2$ ,  $D_x=1.327$ Mgm<sup>-3</sup>,  $D_m=1.33$  Mgm<sup>-3</sup>,  $\lambda(MoK\alpha)=0.71073$ Å,  $\mu=0.09$ mm<sup>-1</sup>,  $R_1(F)=0.0989$ ,  $wR_2(F^2)=0.1160$ ,  $GooF=S=1.555$ , 3392 reflections and 305 parameters are refined.  $(\Delta/\sigma)_{max}=0.052$ ,  $\Delta\rho_{max}=0.223$  eÅ<sup>-3</sup>,  $\Delta\rho_{min}=-0.234$  eÅ<sup>-3</sup>.

Data collection, cell refinement, Lorentz and polarization corrections were performed by the use of CAD-4 diffractometer software. An empirical absorption correction based on  $\psi$ -scan method was applied. SHELXS86, structure solution program, was used to solve structure of  $C_2H_8N^+.C_4H_5O_6^-.H_2O$  and  $C_{22}H_{19}O_3N_3$  crystals by direct methods. Refinement was carried out by full-matrix least-squares methods by the use of SHELXL93. Besides SHELXS86 was used to solve structure of  $C_7H_8Br_4$  crystal by Patterson heavy atom methods. Refinement was carried out by full-matrix least-squares methods by the use of SHELXL93. Molecular graphics were prepared by ORTEP, plotting program. Besides  $C_2H_8N^+.C_4H_5O_6^-.H_2O$  crystal was studied crystallographically by x-ray diffraction technique at the room temperature. The zero level and the upper level of the structure were recorded by using Buerger and Weissenberg camera. The unit cell parameters have been determined. Interpretation of x-ray diffraction patterns, the extinctions have been defined. The space group were decided from using the crystal density and calculated molecules numbers (Z) in the unit cell.

**Key Words :** X- Ray, Diffraction, Structure Analysis.

## TEŞEKKÜR

Herşeyden önce bu çalışmam süresince yakın ilgilerini gördüğüm Prof. Dr. Sayın Bünyamin Özbay' a, Doç. Dr. Sayın Sezai Elagöz' e teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmalarım sırasında bana her türlü maddi ve manevi desteği sağlayan, yakın ilgi ve yardımlarını esirgemeyen değerli hocam Erciyes Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümünden Doç. Dr. Sayın Mehmet Akkurt' a en içten teşekkürlerimi sunmayı bir borç bilirim.

Difraktometrik verilerin toplanması ve değerlendirilmesi sırasında yardımlarını gördüğüm Hacettepe Üniversitesi, Fizik Mühendisliği Bölümünden Prof. Dr. Sayın Engin Kendi' ye, Doç. Dr. Sayın Süheyla Özbey' e, ve Dr. Sayın Semra İde' ye teşekkür ederim.

Tez yazımı esnasında bilgi ve deneyimlerinden yararlandığım Prof. Dr. Sayın Refik Özkan' a, Tokat G.O.P. Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, öğretim üyesi, Doç. Dr. Sayın Osman Çakmak' a, Erciyes Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, öğretim üyesi, Doç. Dr. Sayın Behzat Altural' a, ve Arş. Gör. Sayın Zülbiye Kökbudak' a teşekkür ederim.

Ayrıca, sevgili eşim Canan' a ve biricik oğlumuz Alperen bu tezin oluşumu sırasında bana sağladıkları sevgi ve moral desteklerinden ötürü sonsuz derecede minnet borçluyum.

## ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa No

<b>Şekil.2.1</b> Hidroksietilamonyum L-tartarat monohidrat kristalinin kimyasal diyagramı.....	2
<b>Şekil.2.2</b> Exo-endo-exo-exo-2,3,5,6-tetrabromnorboman kristalinin kimyasal diyagramı.....	3
<b>Şekil.2.3</b> 7-asetil-5-benzoil-6-fenil-8-metil-4,7-dihidropirazolo [1,5,c]-1H-pirimidin-2-on kristalinin kimyasal diyagramı .....	4
<b>Şekil.2.4</b> Buerger Presesyon Yönteminin Geometrisi.....	5
<b>Şekil.2.5</b> (h0ℓ)Tabakasının Buerger Fotoğrafi, 45kV, 20mA, $\mu=25^\circ$ , CuK $\alpha$ , Filtresiz , Işınlama süresi 5 saat.....	7
<b>Şekil.2.6</b> (0kℓ) Tabakasının Buerger Fotoğrafi, 45 kV , 20 mA , $\mu=25^\circ$ , CuK $\alpha$ , Filtresiz, Işınlama Süresi 5 saat.....	7
<b>Şekil.2.7</b> (hk0) Tabakasının Buerger Fotoğrafi , 45 kV, 20 mA , $\mu=25^\circ$ , CuK $\alpha$ , Filtresiz , Işınlama süresi 5 saat.....	8
<b>Şekil.2.8</b> (1kℓ) Üst tabaka Buerger presesyon fotoğrafı, 45 kV, 20 mA, $\mu=25^\circ$ , CuK $\alpha$ , Filtresiz, Işın süresi 5 saat.....	10
<b>Şekil.2.9</b> (hk1) Üst tabaka Buerger Presesyon fotoğrafı, 45 kV, 20 mA, $\mu=25^\circ$ , CuK $\alpha$ , Filtresiz , Işınlama süresi 5 saat.....	10
<b>Şekil.2.10</b> Döner Kristal Yönteminde Ters örgü Tabakalarının Kaydedilmesi.....	11
<b>Şekil.2.11.</b> Döner Kristal Yönteminin Basit Bir Geometrisi.....	12
<b>Şekil.2.12</b> Döner Kristal Yöntemi ile elde edilen fotoğraf, $\mu = 18^\circ$ , CuK $\alpha$ , Filtresiz, ışınlama süresi 9 saat.....	13
<b>Şekil.2.13</b> Normal Demet Weissenberg Yöntemi ile Bragg Yansımalarının tesbiti.....	15
<b>Şekil.2.14</b> Eş-Eğimli Weissenberg Yöntemi ile Bragg yansımalarının tesbiti.....	16
<b>Şekil.2.15</b> (h0ℓ) Tabakasının Normal demet Weissenberg fotoğrafı, 45kV, 20mA, CuK $\alpha$ , filtresiz, ışınlama süresi 5 saat.....	18

<b>Şekil.2.16</b> $P_2$ Uzay grubunun simetri elemanları.....	21
<b>Şekil.2.17</b> Dört çemberli tek kristal difraktometresinin geometrisi.....	26
<b>Şekil.2.18</b> İki farklı geometride kristalin hareketi.....	28
a) Dört çemberli difraktometre,.....	28
b) Kappa difraktometresi.....	28
<b>Şekil.3.1</b> $P'$ ye en yakın nokta $Q$ olmak üzere, $\phi_1 = 3x$ , $\phi_2 = 4x$ 'in grafiği' nin mod (1)'e göre faz uzayında gösterimi ( $0 \leq x < 1$ ).....	42
<b>Şekil. 4.1</b> $C_2H_8N^+ \cdot C_4H_5O_6^- \cdot H_2O$ molekülünün %30 olasılıklı ısısal elipsoidlerle elde edilen ORTEP çizimi.....	69
<b>Şekil 4.2</b> $C_2H_8N^+ \cdot C_4H_5O_6^- \cdot H_2O$ molekülünün, birim hücrenin stereo gösterimi.....	70
<b>Şekil. 4.3</b> $C_2H_8N^+ \cdot C_4H_5O_6^- \cdot H_2O$ molekülünün, hacim doldurma modeli.....	71
<b>Şekil. 4.4</b> $C_7H_8Br_4$ molekülünün %30 olasılıklı termal elipsoidlerle elde edilen ORTEP çizimi.....	74
<b>Şekil. 4.5</b> $C_7H_8Br_4$ molekülünün birim hücrenin stereo gösterimi.....	75
<b>Şekil. 4.6</b> $C_7H_8Br_4$ molekülünün hacim doldurma modeli.....	76
<b>Şekil. 4.7</b> $C_{22}H_{19}O_3N_3$ molekülünün %30 olasılıklı termal elipsoidlerle elde edilen ORTEP çizimi.....	80
<b>Şekil. 4.8</b> $C_{22}H_{19}O_3N_3$ molekülünün birim hücrenin stereo gösterimi.....	81
<b>Şekil. 4.9</b> $C_{22}H_{19}O_3N_3$ molekülünün hacim doldurma modeli.....	82
<b>Şekil. 5.1</b> Tartarat Anyonunun Düzlemsel yapısı .....	84



## ÇİZELGELER DİZİNİ

Sayfa No

<b>Çizelge.2.1.</b> Şekil.2.2. deki ( $h0\ell$ ) filminden ölçülen değerler ve a birim hücre parametresinin hesaplanması.....	8
<b>Çizelge.2.2.</b> Şekil.2.3.deki ( $0k\ell$ ) filminden ölçülen değerler ve b birim hücre parametresinin hesaplanması.....	9
<b>Çizelge.2.3.</b> Şekil.2.4. ( $hk0$ ) Filminden ölçülen değerler ve c birim hücre parametresinin hesaplanması.....	9
<b>Çizelge.2.4.</b> Şekil.2.9.daki Döner kristal filminden ölçülen değerler ve a birim hücre parametresinin hesabı.....	13
<b>Çizelge.2.5.</b> Şekil. 2.9. daki Döner kristal filminden ölçülen değerler ve b birim hücre parametresinin hesabı.....	14
<b>Çizelge. 2.6</b> Şekil.2.12.deki ( $h0\ell$ ) Weissenberg filminden ölçülen değerler ve a birim hücre parametresinin hesaplanması.....	19
<b>Çizelge. 2.7.</b> Şekil.2.12.deki ( $h0\ell$ ) Weissenberg filminden ölçülen değerler ve c birim hücre parametresinin hesaplanması.....	19
<b>Çizelge.2.8.</b> Dört çemberli bir difraktometrede bir yansımanın gözlenmesi için gerekli açı grupları.....	27
<b>Çizelge.2.9.</b> Enraf-Nonius CAD4 difraktometresi ile veri toplamada izlenen aşamalar.....	29
<b>Çizelge.2.10.</b> Birim hücre artımı ile belirlenen parametre değerleri.....	31
<b>Çizelge.3.1.</b> Direkt yöntemlerin tarihsel gelişimi.....	33
<b>Çizelge.3.1 (Devam)</b> direkt yöntemlerin tarihsel gelişimi.....	34
<b>Çizelge.3.1.( Devam)</b> direkt yöntemlerin tarihsel gelişimi.....	35
<b>Çizelge.3.2.</b> SHELXS86 programı ile direkt yöntemler kullanılarak çözüme ulaşmak için izlenen yol.....	47
<b>Çizelge 3.3.</b> İncelenen I. kristal için program çıktısının I.kesimi .....	48
<b>Çizelge 3.4.</b> İncelenen I. kristal için program çıktısının II.kesimi.....	49
<b>Çizelge 3.5.</b> Program çıktısının III.kesimi.....	50
<b>Çizelge 3.6.</b> İncelenen I. kristal için program çıktısının IV.kesimi.....	52
<b>Çizelge 3.7.</b> İncelenen I. kristal için program çıktısının V.kesimi.....	53
<b>Çizelge.3.8.</b> İncelenen I. kristal için program çıktısının VI. kesimi.....	55

<b>Çizelge.3.9.</b> (Devam) İncelenen I.kristal için program çıktısının VI.kesimi.....	56
<b>Çizelge.3.10.</b> (Devam) İncelenen I. kristal için program çıktısının VII. kesimi.....	57
<b>Çizelge.4.1.</b> $C_2H_8N^+.C_4H_5O_6^-.H_2O$ Kristaline Ait deneysel Sonuçlar.....	64
<b>Çizelge.4.2.</b> $C_7H_8Br_4$ Kristaline Ait deneysel Sonuçlar.....	65
<b>Çizelge.4.3.</b> $C_{22}H_{19}O_3N_3$ Kristaline Ait deneysel Sonuçlar.....	66
<b>Çizelge.4.4.</b> $C_2H_8N^+.C_4H_5O_6^-.H_2O$ Kristaline Ait Atomların Kesirsel Koordinatları ve Eşdeğer İzotropik Sıcaklık Parametreleri.....	67
<b>Çizelge.4.5.</b> $C_2H_8N^+.C_4H_5O_6^-.H_2O$ Kristaline Ait Atomların Anizotrop Sıcaklık Parametreleri .....	68
<b>Çizelge.4.6.</b> $C_7H_8Br_4$ Kristaline Ait Atomların Kesirsel Koordinatları ve Eşdeğer İzotropik Sıcaklık Parametreleri.....	72
<b>Çizelge.4.7.</b> $C_7H_8Br_4$ Kristaline Ait Atomların Anizotrop SıcaklıkParametreleri .....	73
<b>Çizelge.4.8.</b> $C_{22}H_{19}O_3N_3$ Kristaline Ait Atomların Kesirsel Koordinatları ve Eşdeğer İzotropik Sıcaklık Parametreleri.....	77
<b>Çizelge.4.8.</b> (Devam) $C_{22}H_{19}O_3N_3$ Kristaline Ait Atomların Kesirsel Koordinatları ve Eşdeğer İzotropik Sıcaklık Parametreleri.....	78
<b>Çizelge.4.9.</b> $C_{22}H_{19}O_3N_3$ Kristaline Ait Atomların Anizotrop Sıcaklık Parametreleri.....	79
<b>Çizelge. 5.1.</b> Tartarat Anyonundaki Atomların oluşturduğu düzlemler a) Düzlemler, Düzlem Denklemleri,.....	84
b) Düzlemlerarası Açılar .....	84
c) Atomların Düzlemden Sapma Miktarları .....	85
d) 2.Düzlem/3.Düzlem Açısının Çeşitli Yapılardaki Değerleri.....	85
<b>Çizelge. 5.2.</b> Tartarat Anyonundaki Bağ Uzunluklarının ve Bağ açılarının diğer Çalışmalarla karşılaştırılması .....	86
<b>Çizelge. 5.3.</b> Hidroksietilamonyum katyonundaki Bağ Uzunluklarının ve Bağ Açılarının diğer çalışmalarla karşılaştırılması.....	86
<b>Çizelge.5.4.</b> $C_2H_8N^+.C_4H_5O_6^-.H_2O$ Kristalinde Atomlararası Bağ Uzunluklar.....	87

<b>Çizelge.5.5.</b> $C_2H_8N^+ \cdot C_4H_5O_6^- \cdot H_2O$ Kristalinde Atomlararası Bağ	
Açıları .....	88
<b>Çizelge.5.6.</b> $C_2H_8N^+ \cdot C_4H_5O_6^- \cdot H_2O$ Kristalinde Atomlararası Torsiyon	
Açıları.....	89
<b>Çizelge. 5.7.</b> Tetrabromnorboman Atomlarının oluşturduğu düzlemler	
a) Düzlemler, Düzlem Denklemleri.....	90
b) Düzlemlerarası Açılar.....	90
c) Atomların Düzlemden Sapma Miktarları.....	90
<b>Çizelge.5.8.</b> $C_7H_8Br_4$ Kristalinde Atomlararası Bağ Uzunlukları.....	91
<b>Çizelge.5.9.</b> $C_7H_8Br_4$ Kristalinde Atomlararası Bağ açıları.....	92
<b>Çizelge.5.10.</b> $C_7H_8Br_4$ Kristalinde Atomlararası Torsiyon Açılıarı.....	93
<b>Çizelge 5.11.</b> $(C_{22}H_{19}N_3O_3)$ molekülünü içeren Atomlarının oluşturduğu düzlemler	
a) Düzlemler, Düzlem Denklemleri.....	94
b) Düzlemlerarası Açılar .....	94
c) Atomların Düzlemden Sapma Miktarları.....	95
<b>Çizelge.5.12.</b> $C_{22}H_{19}O_3N_3$ Kristalinde Atomlararası Bağ Uzunlukları.....	96
<b>Çizelge.5.13.</b> $C_{22}H_{19}O_3N_3$ Kristalinde Atomlararası Bağ Açılıarı.....	97
<b>Çizelge.5.14.</b> (Devam) $C_{22}H_{19}O_3N_3$ Kristalinde Atomlararası Bağ Açılıarı.....	98
<b>Çizelge.5.15.</b> $C_{22}H_{19}O_3N_3$ Kristalinde Atomlararası Torsiyon Açılıarı.....	99

## BÖLÜM. 1 GİRİŞ

Katıhal fiziğinde ferroelektrik davranışlı maddelerin yapımında ve şarap yapım teknolojisinde yaygın bir kullanım alanı bulunan tartarik asit tuzlarının yapısı ve özellikleri bilim adamları için önem taşımaktadır (Aakeröy, 1994).

Yapısı çözülen exo-endo-exo-exo-2,3,5,6-tetrabromnornornan molekülü, norbornadien türevidir. Norbornadien türevleri, güneş enerjisini depolama, fotokimyasal reaksiyonlar, singlet oksijen dahil çeşitli katılma reaksiyonlarının incelenmesi ince sterik ve elektronik etkilerin araştırılması yönünden büyük öneme sahiptir. Norbornadien molekülünün iskelet yapısının birçok doğal türünde bulunması, bu bileşiğe olan ilgiyi daha da artırmaktadır (Tutar, 1996).

İncelediğimiz üçüncü kristal, 7-asetil-5-benzoil-6-fenil-8-metil-4,7-dihidropirazolo[1,5,c]-1H-pirimidin-2-on molekülü, bir organik bileşik olup sıvı ve katı fazda farklı davranış göstermektedir. Sıvı faz IR ve NMR ile açıklanmış olup, katı kristal faz hakkında herhangi bir bilgi mevcut değildir.

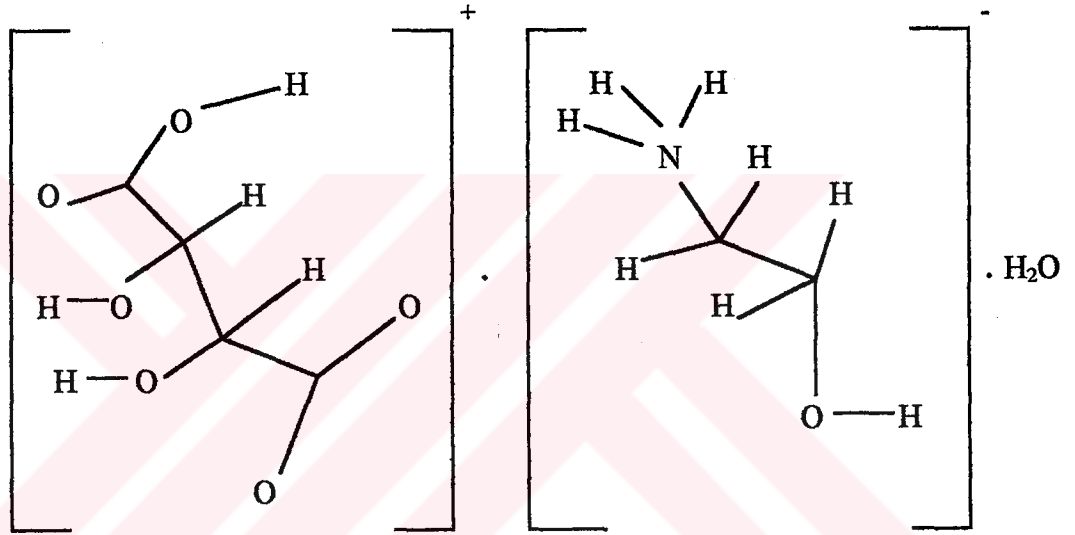
Bahsedilen önemleri dolayısıyla bu çalışmada, kristal yapıları bilinmeyen bu bileşiklerin x-ışınları ile yapı çözümlerinin ortaya konması hedeflenmiştir.

## BÖLÜM.2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

### 2.1. Kristallerin Elde Edilmesi

#### 2.1.1. Hidroksietilamonyum L-tartarat monohidrat

Molar olarak eşit miktardaki etanolamin ( $C_2H_7ON$ ), L-tartarik asit ( $C_4H_6O_6$ ) ile karıştırılarak çözüldü ve oda sıcaklığında yavaş buharlaşmaya bırakıldı. Yaklaşık 15 gün içinde sarımtırak renkli prizmatik kristaller oluştu. Molekülün kimyasal diyagramı şekil 2.1' de gösterilmiştir.

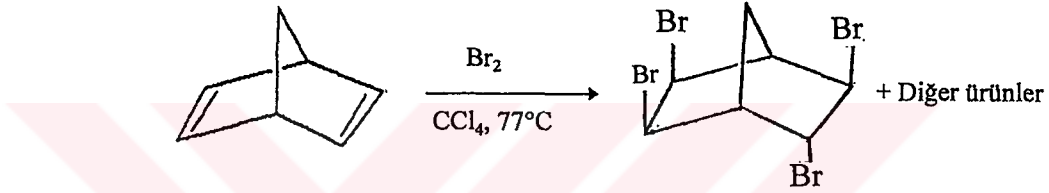


Şekil.2.1. Hidroksietilamonyum L-tartarat Monohidrat Kristalinin Kimyasal Diyagramı

#### 2.1.2. Exo-endo-exo-exo-2,3,5,6-tetrabromnorboman

100 ml' lik balonda 30 ml. destile  $CCl_4$  içinde, 3.2 g (34.73mmol) norbornandien çözüldü. Çözelti balonu üzerine 2 boyunlu bir adaptörle (Claisen adaptörü) etkin bir geri soğutucu ve damlatma hunisi monte edildi. Çözeltiyeye  $CCl_4$ ' ün kaynama sıcaklığında ( $77^\circ C$ ) 11.049g (69.14mmol)  $Br_2$ ' un 10ml., destile  $CCl_4$ ' deki çözeltisi ilave edildi. Elde edilen ürün karışımının  $CH_2Cl_2$ -petrol eterinde (1:1) kristallenmeye tabi tutulmasıyla oluşan ürünlerden birisi izole edildi. Geride kalan vakum destilasyonuna tabi tutularak karışımındaki dibromür siklopropan yapısındaki

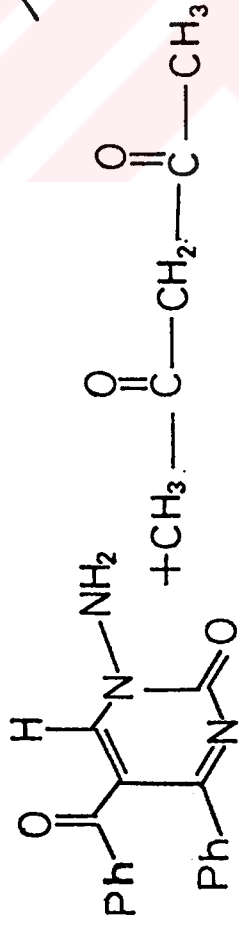
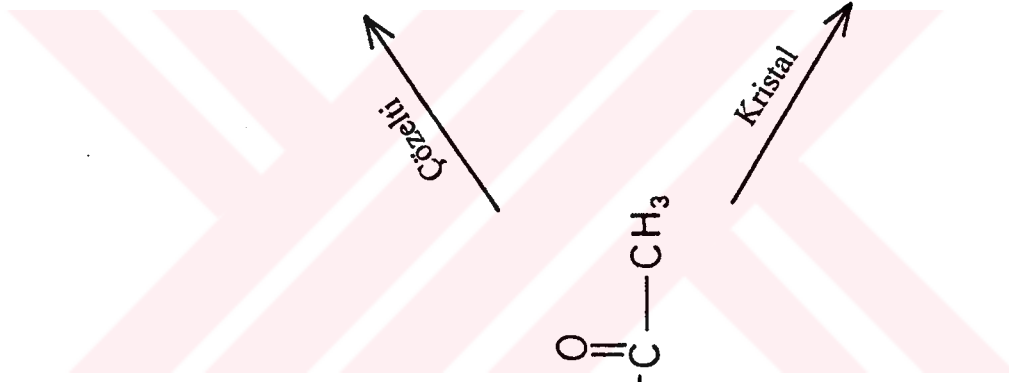
düzenlenmiş ürünler, normal katılma ürünü tetrabromnorbordan stereoizomerlerinden ayrıldı. Tetrabromnorbordan stereoizomer ürünlerin (1.78g karışım) silikajel kolon kromatografisi vasıtasıyla ve hegzan ile ayrıştırılarak herbirinin saf olarak izolesi sağlandı. Ana ürün olarak %32 (1200mg) verimle exo-endo-exo-exo-2,3,5,6-tetrabromnorbordan bileşiği  $\text{CCl}_4$ -hegzan da kristallendirildi (Erime noktası: 67-68 °C). Molekülün kimyasal diyagramı şekil.2.2. de gösterilmiştir



**Şekil 2.2** Exo-endo-exo-exo-2,3,5,6-tetrabromnorbordan Kristalinin Kimyasal Diyagramı

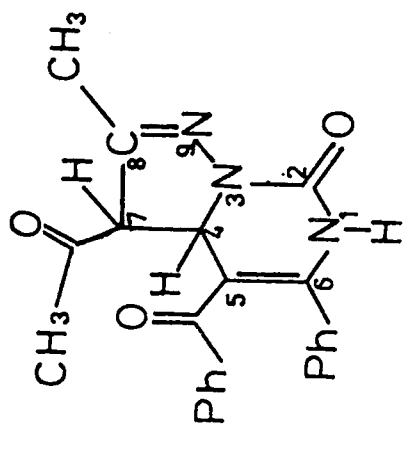
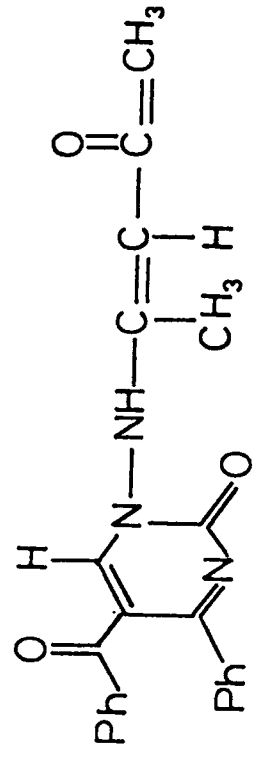
### 2.1.3. 7-asetil-5-benzoil-6-fenil-8-metil-4,7-dihidropirazolo[1,5,c]-1H-pirimidin-2-on.

0.2 gram (1-Amino-5-benzoil-4-fenil-1H-primidin-2-one) ve 1.5 ml asetil aseton reaksiyon balonuna alındı. Üzerine 0.1 gram paratoluen sülfonik asit katalizör olarak ilave edildi.  $\text{CCl}_4$  kurutma başlığı takılarak 110 dereceye ayarlanmış etüvde 0.5 saat direkt reaksiyon yapıldı. Daha sonra etüvden alınıp, oda sıcaklığında soğutuldu. Asetil asetonun fazlası rotavapordan atıldı. Yağmımsı madde üzerine mutlak eter ilave edilip 3-4 saat magnetik karıştırıcıda karıştırıldı. Çöken ham ürün süzülerek n-butanol ile kristallendirildi (Erime noktası: 240°C). Molekülün kimyasal diyagramı şekil 2.3' de gösterilmiştir



Çözelti

Kristal



Şekil 2.3 C<sub>22</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub> Kristalinin Kimyasal Diyagramı





Ters örgünün film üzerine kaydedilmesi için ayar yapılarak  $\mu$  eğim açısının sıfır değerinde ters örgü tabakalarından birinin X-ışını demetine dik durumda olması sağlanır. Ters örgü tabakalarından sadece birine ait olan kırınım deseninin film üzerine düşürülmesi için diğer tabakalardan gelen ışınların ayrılması gerekir. Buda kristalden  $s$  uzaklığına konulan  $r_s$  yarıçaplı tabaka seçici ekran (screen) ile yapılır. Böylece istenilen tabakanın filme ulaşması istenir. Şekil 2.4' de görüldüğü gibi,

$$\cot v = s / r_s \quad (2.1)$$

$$n \cdot d^* = \cos \mu - \cos v \quad (2.2)$$

bu iki ifadeden,

$$s = r_s \cot v \text{ ve } v = \cos^{-1} (\cos \mu - nd^*) \quad (2.3)$$

$$s = r_s \cot \cos^{-1} (\cos \mu - nd^*)$$

bağıntısı elde edilir (Woolfson, 1970). Burada ,

$s$ : tabaka seçici ekranın kristale uzaklığı

$r_s$ : tabaka seçicinin ortasındaki açıklığın yarıçapı

$\mu$ : Presesyon (eğim) açısı

$v$ : Yansıma konisinin tepe yarım açısı

$d^* = \lambda/d$  olup ters örgü birimidir

$n$ : ters örgünün kaçınıcı tabakaya ait olduğunu gösterir.

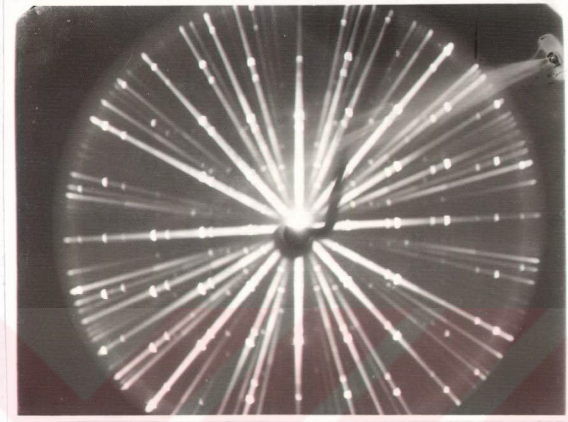
Yapılan çalışmada presesyon açısı tüm tabakalar için  $\mu=25$  derece alınarak ve  $\lambda(\text{CuK}\alpha) = 1.54182$  Angström(Å) dalgaboylu ışınlar kullanılmıştır.

0.(sıfırıncı) tabaka filmi  $n=0$ , yarıçap  $r_s = 15$  mm olan tabaka seçici kullanılmış, kristalin tabaka seçiciye uzaklığı  $s$  olmak üzere ,

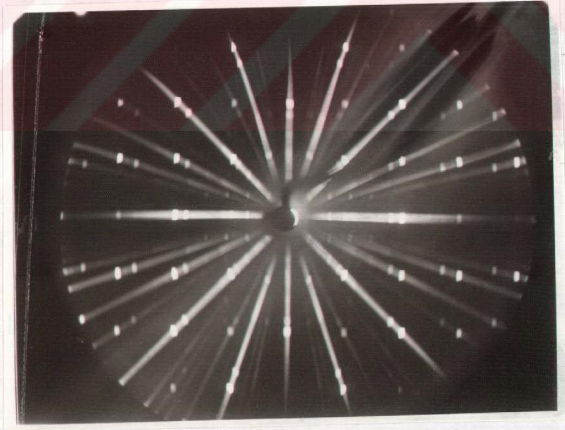
$$s = r_s \cot \cos^{-1} (\cos \mu - nd^*) \text{ ifadesinden,}$$

$$s = 15 \cot \cos^{-1} (\cos 25) = 32.2 \text{ mm elde edilir.}$$

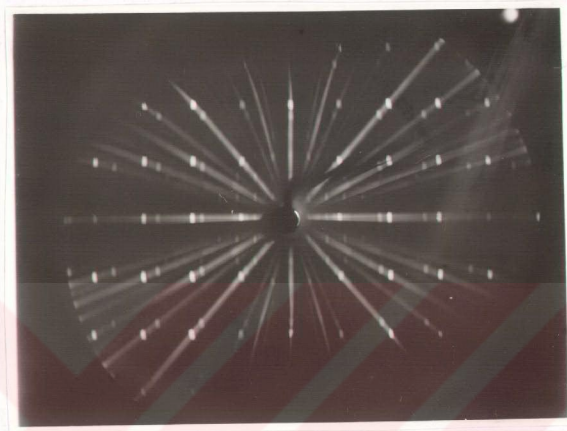
$s$  uzaklığı ayarlanarak çekimler yapılır. Bu fotoğrafik çalışmada  $\text{C}_6\text{H}_{15}\text{O}_8\text{N}$  kristali incelenmiştir. Şekil 2.5., 2.6., ve 2.7' de 0.(sıfırıncı) tabaka filmleri, şekil 2.8 ve 2.9 ' da üst tabaka filmleri görülmektedir.



Şekil 2.5.(h0l) Tabakasının Buerger Fotoğrafi, 45 kV, 20 mA,  $\mu=25^\circ$ ,  
CuK $\alpha$ , Filtresiz, Işınlama süresi 5 saat.



Şekil 2.6.(0kl) Tabakasının Buerger Fotoğrafi, 45 kV , 20 mA ,  $\mu=25^\circ$ ,  
CuK $\alpha$ , Filtresiz, Işınlama Süresi 5 saat.



**Şekil 2.7.** (hk0) Tabakasının Buerger Fotoğrafi , 45 kV, 20 mA ,  $\mu=25^\circ$ ,  
CuK $\alpha$ , Filtresiz , Işınlama süresi 5 saat.

Sıra No	Aralık Sayısı(n)	$x_1$ (mm)	$x_2$ (mm)	$\Delta x=x_2-x_1$ (mm)	$a^*=\Delta x/n$ (mm)	$a=\lambda F/a^*\sin\beta$ (Å)
1	5	75.30	128.00	52.70	10.54	8.79
2	6	74.00	137.11	63.11	10.52	8.81
3	8	51.00	135.13	84.13	10.52	8.81
4	8	51.65	136.00	84.35	10.54	8.79
5	8	52.17	136.49	84.35	10.54	8.79
6	8	53.58	137.83	84.25	10.53	8.80

$$a = 8.80 \pm 0.01 \text{ \AA}$$

**Çizelge 2.1.** Şekil 2.5 ' deki (h0l) Filminden Ölçülen Değerler ve a Birim Hücre Parametresinin Hesaplanması.

Sıra No	Aralık Sayısı(n)	y <sub>1</sub> (mm)	y <sub>2</sub> (mm)	$\Delta y=y_2-y_1$ (mm)	b*= $\Delta y/n$ (mm)	b= $\lambda F/b^* \sin \beta$ (Å)
1	5	69.85	130.11	60.26	12.05	7.68
2	6	57.63	130.71	73.08	12.18	7.60
3	6	57.61	130.65	73.04	12.17	7.60
4	7	57.64	142.93	84.91	12.18	7.59
5	7	57.73	142.64	84.91	12.13	7.63

$$b = 7.62 \pm 0.04 \text{ \AA}$$

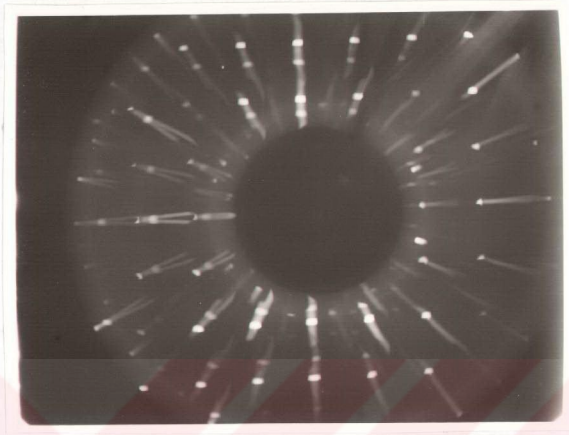
**Çizelge 2.2.** Şekil 2.6' daki (0kℓ) Filminden Ölçülen Değerler ve b Birim Hücre Parametresinin Hesaplanması.

Sıra No	Aralık Sayısı(n)	z <sub>1</sub> (mm)	z <sub>2</sub> (mm)	$\Delta z=z_2-z_1$ (mm)	c*= $\Delta z/n$ (mm)	c= $\lambda F/c^*$ (Å)
1	4	56.75	106.00	49.25	12.31	7.52
2	4	56.79	106.05	49.26	12.32	7.52
3	5	56.77	118.45	61.68	12.34	7.51
4	6	44.59	118.53	73.94	12.32	7.52
5	6	44.57	118.50	73.93	12.32	7.52

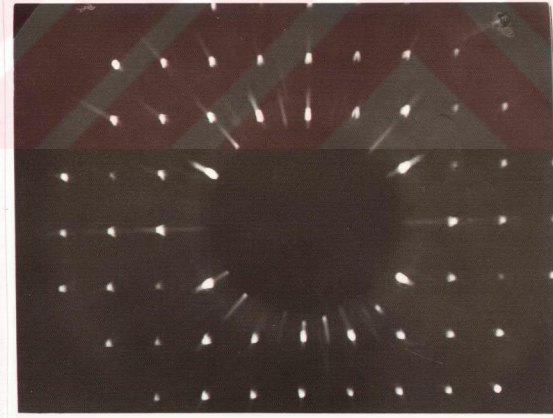
$$c = 7.52 \pm 0.01 \text{ \AA}$$

**Çizelge 2.3.** Şekil 2.7 (hk0) Filminden Ölçülen Değerler ve c Birim Hücre Parametresinin Hesaplanması.





Şekil 2.8 (1kℓ) Üst Tabaka Buerger Presesyon Fotoğrafi, 45 kV, 20 mA,  
 $\mu=25^\circ$ , CuK $\alpha$ , Filtresiz, Işın süresi 5 saat.

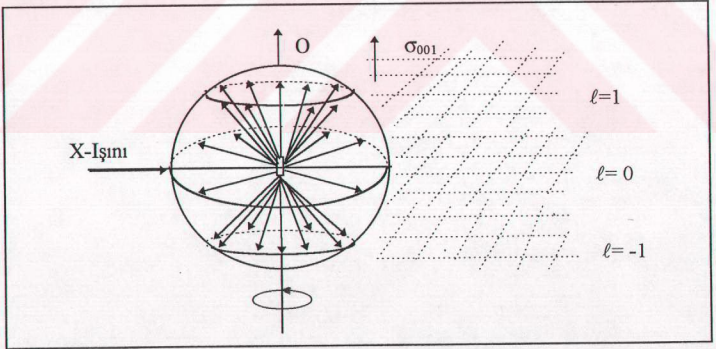


Şekil 2.9 (h1ℓ) Üst Tabaka Buerger Presesyon Fotoğrafi, 45 kV, 20 mA,  
 $\mu=25^\circ$ , CuK $\alpha$ , Ni Filtre, Işınlama süresi 5 saat.

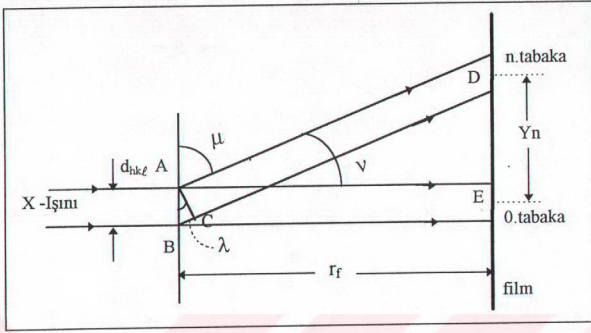
### 2.2.2. Döner Kristal Yöntemi

Kristal, gelen X-ışını doğrultusuna dik bir eksen etrafında döndürülürse “Normal Demet Yöntemi” olarak adlandırılır. Ters örgünün her bir noktası Ewald küresini paralel daireler boyunca keser. Bir  $(hk\ell)$  ters örgü noktasının Ewald küresini kestiği her durumda, kristalden yansıyan X-ışını küre üzerinde oluşan bu noktadan geçer ve kristal, küre merkezinde olduğundan dolayı ters örgü noktasına karşılık gelen  $(hk\ell)$  düzlemi için Bragg şartı sağlanır (Azaroff, 1968).

Normal demetle ters örgü düzlemine dik, bir eksen etrafında dönen kristal, aynı eksensel bir seri koni yüzeyinde kırınım demetleri oluşturur, Şekil.2.10. Maksimum sayıda yansıma kaydetmek için film, kristalin dönme ekseninin çevresine silindirik olarak yerleştirilir. Böylece tek tek yansımalar tabaka çizgisi denilen yatay doğrular boyunca, noktalar şeklinde kaydedilir. Bu yatay doğrular arasındaki uzaklık, ters örgü tabakaları arasındaki uzaklıkla orantılıdır.



Şekil 2.10 Döner Kristal Yönteminde Ters örgü Tabakalarının Kaydedilmesi.



**Şekil:2.11.** Döner Kristal Yönteminin Basit Bir Geometrisi.

Şekil 2.11' den,

$$\tan \nu = Y_n / r_f \quad (2.4)$$

olur. Burada,  $Y_n$ : n. tabaka yansımalarının sıfıncı tabaka yansımalarına olan uzaklığı,  $r_f$ : film kamerasının yarıçapı (28.65mm) dir.

Bragg şartına uygun yansıma olabilmesi için A ve B' den kırınıma uğrayan ışınlar arasındaki yol farkının, dalgaboyunun tam katlarına eşit olması gerekir.

$$|C| = n \cdot \lambda$$

$$|C| = d_{hk\ell} \sin \nu$$

$$d_{hk\ell} = n \cdot \lambda / \sin \nu \quad (2.5)$$

ve

$$\nu = \tan^{-1} ( Y_n / r_f ) \quad (2.6)$$

ifadelerinden,

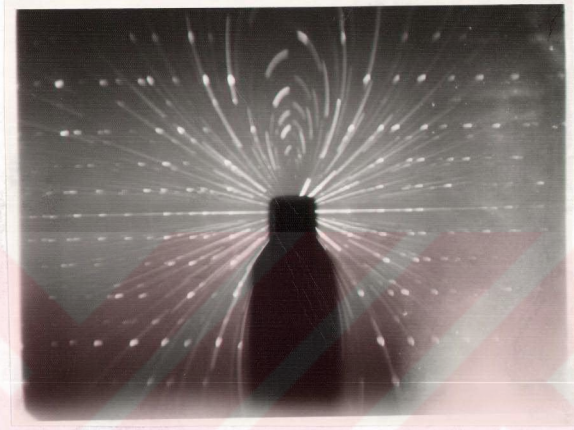
$$d_{hk\ell} = n \cdot \lambda / \sin \tan^{-1} ( Y_n / r_f ) \quad (2.7)$$

bağıntısı elde edilir. (Buerger, 1964).

Gonyometre başlığına takılı kristalin ark ayarları yapılarak, örgü tabakaları  $18^\circ$  osilasyonla 11 saat ışınlama sonunda şekil 2.12 elde edilmiştir. Bu fotoğrafta



dönme doğrultusundaki  $a$  ekseninin boyutu çizelge 2.4' deki verilerle ve denk.2.5 yardımı ile hesaplanmıştır.



**Şekil 2.12** Döner Kristal Yöntemi ile Elde Edilen Fotoğraf,  $\mu = 18^\circ$ ,  
CuK $\alpha$ , Filtresiz, Işınlama süresi 11 saat.

Sıra No	Aralık Sayısı(n)	$x_1$ (mm)	$x_2$ (mm)	$\Delta x = x_2 - x_1 / 2$ (mm)	$a = n\lambda / \text{sintan}^{-1}(\Delta x/r_f)$ (Å)
1	1	88.70	98.85	5.07	8.84
2	2	83.00	104.55	10.77	8.76
3	3	75.89	111.53	17.82	8.76
4	4	66.30	121.50	27.60	8.89

$$a = 8.81 \pm 0.06 \text{ \AA}$$

**Çizelge 2.4** Şekil 2.12' deki Döner Kristal Filminden Ölçülen Değerler ve  $a$  Birim Hücre Parametresinin Hesabı.



b ekseninden takılı kristal ile elde edilen döner filminden b eksenini bulmak için yapılan işlemler çizelge 2.5' de verilmiştir.

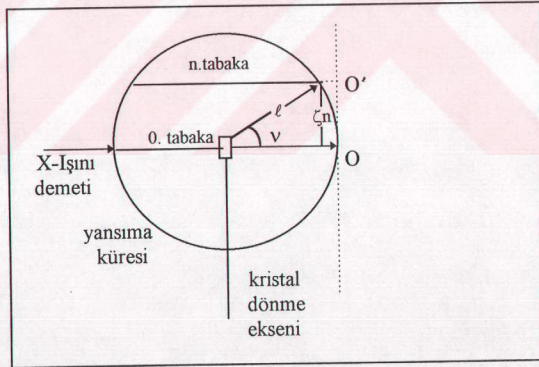
Sıra No	Aralık Sayısı(n)	$y_1$ (mm)	$y_2$ (mm)	$\Delta y = y_2 - y_1$ (mm)	$b = n\lambda / \sin \theta^{-1}(\Delta y / r_f)$ (Å)
1	1	91.66	103.67	12.01	7.52
2	2	84.82	111.00	26.18	7.42
3	3	75.59	120.84	45.25	7.46
4	4	57.26	141.30	84.04	7.46

$$b = 7.47 \pm 0.04 \text{ Å}$$

**Çizelge 2.5** Şekil 2.12' deki Döner Kristal Filminden Ölçülen Değerler ve b Birim Hücre Parametresinin Hesabı.

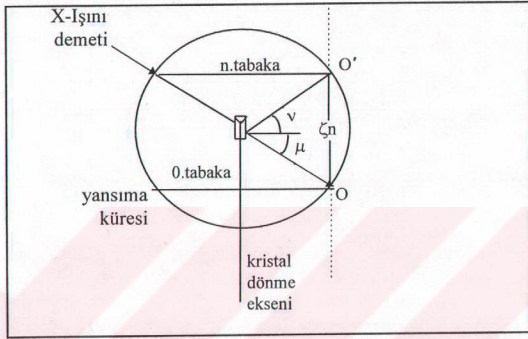
### 2.2.3. Weissenberg Yöntemi

Bu yöntemde kristal bir eksen etrafında salınırken, kristalin etrafındaki silindirik film kasetide kristalin salınım eksenini doğrultusunda salınım hareketi ile eşzamanlı olarak, öteleme hareketi yapar. Gelen X-ışını doğrultusu dönme eksenine dik olduğunda zaman "Normal Demet" Weissenberg yöntemi olarak adlandırılır. Bir tek tabakanın tümüyle tek bir film üzerine kaydedilmesi indismeyi ve hesaplamaları kolaylaştırdığından, film içerisine tabaka seçici yerleştirilir. Şekil 2.13'de Bragg yansımalarının normal demet Weissenberg yöntemi ile tesbiti görülmektedir. Gelen X-ışını demetinin doğrultusunun dik olduğu, normal demet metodunda, herhangi bir üst tabaka civarında kör bölge oluşur. Bu kör bölge üst tabakalara gidildikçe büyür. Bu nedenle üst tabaka filmlerinde üst tabakaların orijini civarındaki bazı yansımalar film üzerine kaydedilmeyebilir. Bu yöntemle elde edilen diyagramlarda merkezi diziler doğrusal çizgiler şeklinde olmayıp değişik şekiller gösteren eğriler şeklindedir. Bu nedenle diyagramların indislenmesi oldukça zordur.



Şekil 2.13 Normal Demet Weissenberg yöntemi ile Bragg Yansımalarının Tesbiti.

Buerger, herhangi bir tabakanın orijini yansıma küresi üzerine getirmekle "Eş-Eğimli" Weissenberg yöntemini geliştirmiştir. Bu yöntemde yansımaların tesbit edilmesi şekil 2.14' de gösterilmiştir.



**Şekil 2.14** Eş-Eğimli Weissenberg yöntemi ile Bragg Yansımalarının Tesbiti

Bu yöntemle yansımalar belirlenirken  $\mu = v$  eğimli x-ışınları kullanılmaktadır. Gelen ve yansıyan demet ters örgü tabakalarına göre eşit eğimlidir. Üst tabakaların belirlenmesi için  $\mu$  eğim açısının ve tabaka seçicinin dönme eksenine paralel doğrultudaki ilk konumdan itibaren öteleme miktarının bilinmesi gerekir.

Şekil 2.14' den,

$$\sin \mu = \zeta_n / 2 \quad (2.8)$$

Burada  $\zeta_n$ , n. ve sıfırıncı ters örgü tabakaları arasındaki uzaklıktır.  $\zeta_n$ ' in maksimum değeri normal demet metodunda 1, eş-eğim metodunda ise 2 dir.  $\zeta_n$ ' in 2 olması  $\mu$ ' nün 90 derece olmasını gerektirir. Oysa sistemin mekanik kısıtlanmaları sistemin bu değeri almasını engeller.  $\mu$  eğim açısının alabileceği en büyük değer şu şekilde hesaplanır.

Döner kristal limitinden (2.4) eşitliği kullanılarak,

$$v = \tan^{-1} (Y_n / r_f) \quad (2.9)$$



dir. Denk.(2.8) ifadesinden,

$$\mu = \sin^{-1} (\zeta_n / 2) \quad (2.10)$$

şekil 2.13' den,

$$\sin v = \zeta_n \quad (2.11)$$

dir. Denk.( 2.8 ), ( 2.9) ve ( 2.10) dan,

$$\mu = \sin^{-1} \{ (\sin^{-1} [ Y_n / r_f ] ) / 2 \} \quad (2.12)$$

elde edilir. Pratikte n. tabakanın sıfırncı tabakaya olan uzaklığı olan  $Y_n$ ' in maksimum değeri sonsuzdur. Bu duruma karşılık gelen  $\mu = 30^\circ$  derecedir. Weissenberg filminde ise  $Y_n$ ' nin maksimum değeri filmin boyu kadardır. Maksimum salınım  $200^\circ$ , filmin ötelenmesi 100 mm ve  $Y_n$ ' in maksimum değeri 50 mm dir. Buna karşılık  $\mu$ ' nün maksimum değeri  $25^\circ 42'$  civarındadır (Glasser,1983).

Sıfırncı tabakaya ait filmdeki parametreleri hesaplamak için şekil 2.14' ü inceleyelim. Bragg şartından  $2d\sin\theta = n\lambda$

$$2\sin\theta = n\lambda / d = n d^* \quad (2.13)$$

**a\*** ters örgü eksenini boyunca

$$2\sin\theta = h\lambda / a = h a^* \quad (2.14)$$

**b\*** ters örgü eksenini boyunca

$$2\sin\theta = k\lambda / b = k b^* \quad (2.15)$$

**c\*** ters örgü eksenini boyunca ise,

$$2\sin\theta = \ell\lambda / c = \ell c^* \quad (2.16)$$

bağıntıları kullanılır (Jeffery,1983).

Normal demet Weissenberg yöntemi ile kristalin b eksenini boyunca elde edilen fotoğraf şekil 2.15' de gösterilmiştir. Çekilen fotoğraf değerlendirilerek a ve c eksenleri bulunur. Verilen son eşitliklerden,

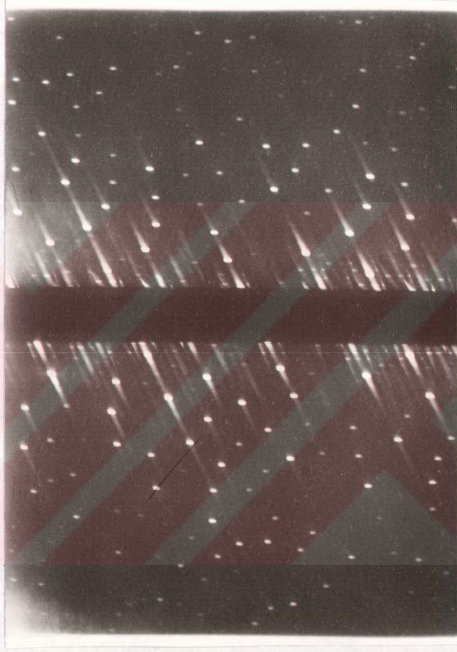
$$d = n\lambda / 2\sin\theta = n\lambda / 2\sin(Z / \sqrt{5}) = n\lambda / 2\sin Y_n \quad (2.17)$$

elde edilir. Buradan,

$$a = h \lambda / 2\sin X_h \quad (2.18)$$

$$c = \ell \lambda / 2\sin Z_\ell \quad (2.19)$$

bağıntıları elde edilir. Bu bağıntılar kullanılarak, şekil 2.15' den elde edilen verilerden çizelge 2.6 ve çizelge 2.7 oluşturulmuştur.



**Şekil 2.15.** (h0l) Tabakasının Normal Demet Weissenberg Fotoğrafi,  
45kV, 20mA, CuK $\alpha$ , Filtresiz, Işınlama süresi 5 saat.

Sıra No	Aralık Sayısı(h)	$x_1$ (mm)	$x_2$ (mm)	$x_h = x_2 - x_1$ (mm)	$a = h\lambda / 2\sin(x_h)$ (Å)
1	2	103.20	113.20	10.00	8.88
2	3	103.20	118.31	15.11	8.87
3	4	103.20	123.65	20.45	8.82
4	5	103.20	129.19	25.99	8.79

$$a = 8.84 \mp 0.04 \text{ \AA}$$

**Çizelge 2.6** Şekil 2.15' deki ( $h0\ell$ ) Weissenberg Filminden Ölçülen Değerler ve a Birim Hücre Parametresinin Hesaplanması.

Sıra No	Aralık Sayısı( $\ell$ )	$z_1$ (mm)	$z_2$ (mm)	$z_\ell = z_2 - z_1$ (mm)	$c = \ell\lambda / 2\sin(z_\ell)$ (Å)
1	2	103.20	115.21	12.01	7.41
2	3	103.20	121.11	17.91	7.52
3	4	103.20	127.40	24.20	7.52
4	6	103.20	141.17	37.97	7.52

$$c = 7.49 \pm 0.06 \text{ \AA}$$

**Çizelge 2.7** Şekil 2.15' deki ( $h0\ell$ ) Weissenberg Filminden Ölçülen Değerler ve c Birim Hücre Parametresinin Hesaplanması

#### 2.2.4. Birim Hücre Parametrelerinin Belirlenmesi

Buerger presesyon, döner kristal ve normal demet Weissenberg yöntemleri ile elde edilen birim hücre parametrelerinin ortalaması alındığında,

$$a = 8.80(1) \text{ \AA}, \quad b = 7.53(3) \text{ \AA}, \quad c = 7.63(1) \text{ \AA},$$

$$\alpha = \gamma = 90^\circ, \text{ ve } \beta = 93.05(5)^\circ,$$

sonuçları elde edilmiştir. Buna göre incelenen kristal monoklinik sistemdedir.

#### 2.2.4.a. Kristal yoğunluğu

Kristal yoğunluğunun tesbiti için yüzdürme metodu kullanılmıştır. Yoğunluğu  $1.59 \text{ gcm}^{-3}$  olan karbon tetra klorür ( $\text{CCl}_4$ ) ile yoğunluğu  $0.87 \text{ gcm}^{-3}$  olan toluen ( $\text{C}_7\text{H}_8$ ) kullanılır.

#### 2.2.4.b. Birim Hücredeki Molekül Sayısı

Kristalin molekül ağırlığı (International Tables, Vol.A,1983)

$$M = 6(12.011) + 15(1.0080) + 1(14.008) + 8(16.000)$$

$$M = 229.194 \text{ a.k.b.}$$

$$M = (229.194) \cdot (1.66 \cdot 10^{-24})$$

$$M = 3.80 \cdot 10^{-22} \text{ gr.}$$

Kristal hacmi monoklinik sistem için,

$$V = abc \sin\beta$$

$$V = 501.90 \text{ \AA}^3$$

olarak bulunur. Birim hücredeki molekül sayısı,

$$Z = d_s \cdot V / M$$

$$Z = (1.514) \cdot (5.0190 \cdot 10^{-22}) / 3.80 \cdot 10^{-22}$$

$$Z = 1.99 \approx 2 \text{ elde edilir.}$$

#### Kristalin Uzay grubu

Birim hücre parametrelerinden monoklinik sistemde olduğu belirlenen kristalin sönüm ve yansıma şartlarını incelemek için  $(0k\ell)$ ,  $(h0\ell)$ ,  $(hk0)$ ,  $(1k\ell)$ ,  $(hk1)$ , ve  $(h1\ell)$  düzlemlerinde sönümler araştırılarak,

$$0k0 \text{ için } k = 2n$$

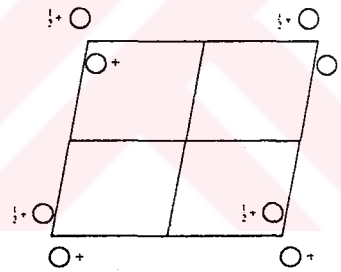
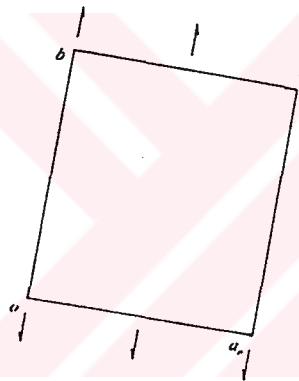
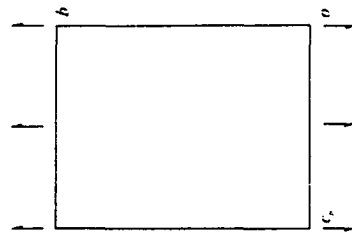
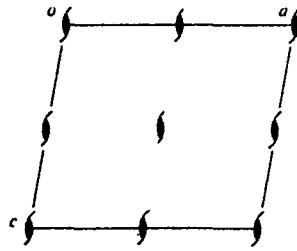
durumunda sönümler olduğu tesbit edilmiştir. Kristal sistemi, sönüm şartları ve birim hücredeki molekül sayısı dikkate alınarak incelenen kristalin uzay grubunun prensip eksenine b olmak üzere  $P2_1$  (No:4) olduğu görülmüştür. Şekil 2.16' da uzay grubunun simetri elemanları gösterilmiştir.

$P 2_1$  $C_2^2$ 

2

Monoclinic

No. 4

 $P 1 2_1 1$ Patterson symmetry  $P 1 2/m 1$ UNIQUE AXIS  $b$ Origin on  $2_1$ Asymmetric unit  $0 \leq x \leq 1; 0 \leq y \leq 1; 0 \leq z \leq \frac{1}{2}$ 

Symmetry operations

(1) 1 (2)  $2(0, \frac{1}{2}, 0) 0, y, 0$ Şekil 2.16  $P 2_1$  Uzay Grubunun Simetri Elemanları



### 2.3. Bragg Yansımalarının Şiddeti

#### 2.3.1. X-Işınlarnın Birim Hücrede Saçılması

Kesirsel koordinatları,  $x_j$ ,  $y_j$ , ve  $z_j$  ( $j=1,2,\dots,N$ ) olan,  $N$  atomdan oluşmuş bir yapı gözönüne alındığında,  $N$  atomdan saçılan dalgaların üst üste binmesi sonucunda,

$$F = \sum_{j=1}^N f_j e^{i\phi_j} \quad (2.20)$$

dalgası elde edilir. Bu dalga daha sade olarak,

$$F = |F| e^{i\phi} \quad (2.21)$$

şeklinde ifade edilebilir. Bu ifadede dalganın genliği

$$|F| = (A^2 + B^2)^{1/2} \quad (2.22)$$

olarak yazılabilir.  $A$  ve  $B$  sırasıyla  $F$ 'in gerçel ve sanal kısımları olmak üzere,

$$A = \sum_{j=1}^N f_j \cos \phi_j$$

$$B = \sum_{j=1}^N f_j \sin \phi_j$$

şeklinde verilir.  $\phi$  ise net dalganın fazıdır ve  $\tan \phi = B/A$  ile belirlenir.

$j$ . atom tarafından Bragg yansımasına uğrayan dalgaların toplam yol farkı  $\delta_j$ , Denk.2.23' deki gibidir (Ladd and Palmer, 1977).

$$\delta_j = \lambda (hx_j + ky_j + lz_j) \quad (2.23)$$

Bu yol farkından kaynaklanan faz farkı ise,

$$\phi_j = (2\pi / \lambda) \delta_j \quad (2.24)$$

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

şeklinde ifade edilir. Buna göre yapı faktörü,

$$F_{hkl} = \sum_{j=1}^N f_j e^{2\pi i(hx_j + ky_j + lz_j)} \quad (2.25)$$

bağıntısı ile verilir.

Denk.2.20' deki  $f_j$  atomik saçılma faktörü kavramı gözönüne alınırsa, bu faktör atomun cinsine, ışının saçılma doğrultusuna, atomun ısısal titreşimine ve x-ışınının dalga boyuna bağlıdır. Tanım olarak, bir atomun saçtığı dalga genliğinin, bir elektronun saçtığı dalga genliğine oranı anlamına gelmektedir. Saçılma açısının büyümesi, x-ışınının dalgaboyunun azalması durumlarında, girişim artar ve  $\sin\theta / \lambda'$  nin fonksiyonu olarak  $f$  azalır.

### 2.3.2. Yapı Faktörü

Denk.2.25' deki  $F_{hkl}$  kristallografide yapı faktörü olarak bilinmektedir. Tanım olarak, birim hücredeki bütün atomlar tarafından saçılan dalga genliğinin, bir tek elektronun saçtığı dalga genliğine oranıdır. Kristal yapının birim hücresinde N atom bulunuyorsa, bu atomların her biri, dolayısıyla çevresindeki elektron bulutu, birer saçıcı merkez oluşturur. Yapı faktörü ifadesini, elektron yoğunluğuna bağlamak da mümkündür.  $\rho(x,y,z)$ , x, y, z noktasındaki elektron yoğunluğu olmak üzere, her hangi bir dv hacmindeki elektron yoğunluğu,

$$\rho(x,y,z) dv \quad (2.26)$$

olarak alınır. Bu hacim elemanından saçılan net dalga, üstel formda,

$$\rho(x,y,z) e^{2\pi i(hx + ky + \ell z)} dv \quad (2.27)$$

olur. Birim hücre içindeki bütün dv hacim elemanları üzerinden toplam alındığında, yapı faktörü elektron yoğunluğu cinsinden,

$$F_{hkl} = \int_v \rho(x,y,z) e^{2\pi i(hx + ky + \ell z)} dv \quad (2.28)$$

elde edilir.

### 2.3.3. Fourier Sentezi

Fourier serileri, düzenli periyodik fonksiyonları tanımlamak için kullanılır. Atomlar, dolayısıyla elektron yoğunlukları, kristal yapı içinde, üç boyutta, periyodik olarak dizildiklerinden, elektron yoğunluklarını tanımlamada, Fourier serileri kullanılabilir. Üç boyutlu elektron yoğunluğu, Fourier serileri cinsinden yazılıp, Denk.2.28' de yerine konularak, integral alınırsa sonuçta,

$$\rho(x,y,z) = (1/V) \sum_h \sum_k \sum_\ell F_{hkl} e^{-2\pi i(hx + ky + \ell z)} \quad (2.29)$$

denklemini elde edilir (Stout and Jensen, 1989).

Bu deklemler ile denk.2.25 karşılaştırıldığında aralarındaki benzerlik açıkça görülmektedir. Bu benzerliğe göre, “gerçek uzaydaki elektron yoğunlukları, ters örgü uzayındaki yapı faktörlerine karşılık gelmektedir” şeklinde ifade edilebilir. Bu durumda  $\rho(x,y,z)$  elektron yoğunluğu ile,  $F_{hkl}$  yapı faktörü birbirinin Fourier dönüşümü olarak ele alınır. Fakat denk.2.29 bire bir dönüşümü sağlamadığı için üç boyutlu Fourier serisine bir alternatif açılım,

$$\rho(x,y,z) = (1/V) \sum_h \sum_k \sum_\ell |F_{hkl}| \cos 2\pi(hx+ky+\ell z - \phi_{hkl}) \quad (2.30)$$

ile verilir. (2.30) bağıntısında kırınım desenlerinin simetri merkezli olma özelliğini ifade eden Friedel yasası ve Fourier dönüşümünde, Fourier katsayılarının işareti de gözönüne alınmıştır. (2.30) bağıntısına göre herhangi bir düzlem takımından yansıyan çeşitli mertebelerden yansımaların şiddetleri, bu düzlemler arasında bulunan atomların dağılımlarına bağlıdır.

Sonuçta, bir kristale ait  $|F_{hkl}|$  yapı faktörleri ile  $\phi_{hkl}$  fazları biliniyorsa,  $\rho(x,y,z)$  değerleri, Denk.2.30.’daki bağıntıdan hesaplanarak, üç boyutlu elektron yoğunluğu haritaları oluşturulur. Bu haritalarda elde edilen piklerin yerleri atom konumlarını belirlemede kullanılır.

#### 2.3.4. Şiddet ifadesi

Birim hücreden saçılan dalganın şiddeti ile yapı faktörünün karesi arasında bir doğru orantı söz konusudur. Bu orantıyı, eşitliğe dönüştürmek için deneysel şartlara bağımlı olan, bir takım geometrik ve fiziksel faktörleri gözönüne almak gerekir. Bu faktörler, Lorentz (**L**), kutuplanma (**P**), sıcaklık (**T**), skala (**K**) ve soğurma (**A**) faktörleridir (Bunn, 1961). Bu durumda yapı faktörü ile kristalin ( $hkl$ ) düzleminden yansıyan x-ışınlarının şiddeti arasındaki bağıntı denk.2.31 ile verilir.

$$I(hkl) = L.P.T.K.A |F(hkl)|^2 \quad (2.31)$$

Deneysel çalışmalarda, kristalin, dönme hareketi süresince açılmal hızı sabit olduğundan, farklı ters örgü noktaları yansıma küresini farklı sürelerde geçer.

Yani; yansıma konumunda kalma süresi bütün ters örgü noktaları için aynı değildir. Bu düzeltme Lorentz faktörü ile yapılır (Stout and Jensen, 1989).

Bilindiği üzere, kristal üzerine düşürülen x-ışını ile yansıyan ışın arasında en belirgin fark, ışığın kutuplanmasıdır. Kristale gönderilen x-ışını kısmen kutuplanmamış, oysa yansıyan x-ışını kısmen kutuplanmıştır. Dolayısıyla, ışının kısmen kutuplanması, şiddetinde bir azalmaya yol açacaktır. Bu farkın giderilmesi için kutuplanma faktörü kullanılır (Marton, 1962).

Isıl etkilenme sonucunda, kristali oluşturan atomlar titreşim hareketi yaparlar. Bu titreşim hareketi üç boyutlu olup, bir elipsoid hacim içinde gerçekleşir. Bu elipsoidler her atom için özdeş değildir. Farklı büyüklüklerde ve farklı yönelimlerde olabilirler. Isısal titreşimin, şiddet ölçümlerine etkisi sıcaklık faktörü ile düzeltilir ( Jeffery, 1971).

Skala faktörü ise, ölçülen şiddetlerin mutlak skalaya getirilmesi gerektiğinden gözönüne alınır. Soğurma faktörü, incelenen kristalin kalınlığı ile doğrudan ilgilidir. x-ışını demetinin kristal üzerine gönderildiği doğrultu boyunca, demet, bir miktar soğurulacaktır. Dolayısı ile, kristal içinden ışının geçtiği yol arttıkça, soğurulma da artacaktır. Şiddet verilerindeki soğurma etkisi, soğurma faktörü ile düzeltilir (North, 1968).

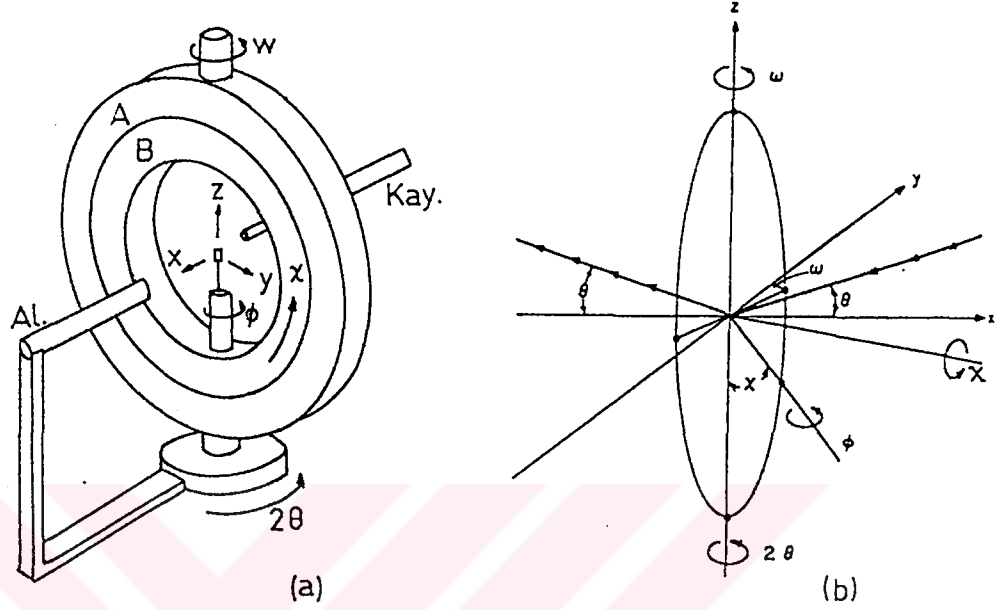
## **2.4.Enraf-Nonius CAD-4 Difraktometresi**

### **2.4.1.Difraktometre Geometrisi**

Tek kristal kırınım verilerinin toplanmasında kullanılan difraktometrenin geometrisi hakkında edinilen bilgi ne kadar iyi olursa, toplanan verilerin kaliteside o denli artırılabilir. Enraf-Nonius CAD-4 difraktometresi dört çemberli bir difraktometredir. Oldukça yaygın kullanıma sahip olan dört çemberli difraktometrelerin geometrisi, genel hatları ile şekil 2.17' de görülmektedir. (Sayre, 1981; Inter. Tables, Vol.IV; McKie and McKie, 1986).

İncelenen kristallere ait veriler CAD-4 difraktometresinde toplanarak Lorentz ve kutuplanma düzeltmeleri otomatik olarak yapılır (Enraf-Nonius, 1993). Şekil 2.17' den görüldüğü gibi difraktometrenin hareketi dört ( $\chi, \theta, \omega, \phi$ ) farklı açı

ile sağlanır. Bu yüzden difraktometrenin adlandırılmasında, ‘dört çemberli’ ifadesi kullanılmaktadır.



**Şekil:2.17. Dört Çemberli Tek Kristal Difraktometresinin Geometrisi**  
 a) Gelen x-ışını demeti ile kırınımına uğramış demet xy düzleminde bulunur. B halkası, sabit konumlu A halkası içinde  $\chi$  açısı yönünde dönebilmektedir.  
 b) Aletin temel eksenleri.

Aletin geometrisini tanıma açısından, bazı düzlemlerin, eksenlerin ve açıların tanımlanmasında yarar vardır. Öncelikle, x-ışını kaynağı, kristal ve sayaç ‘kırınım düzlemi’ olarak adlandırılan bir düzlemde bulunmalıdır. Ayrıca, kristalin bulunduğu noktadan geçen ve kırınım düzlemine dik olan eksen, aletin ‘temel eksen’i olarak tanımlanır. Kaynak ve algıç arasındaki açı  $180-2\theta$  kadardır.  $2\theta$ , Bragg yansıma açısının iki katıdır ve  $180-2\theta$  açısının açı ortayı ‘kırınım vektörü’ nün doğrultusunu tanımlamaktadır. Algıç, sabit yarıçaplı bir çember üzerinde,  $2\theta$  eksenini olarak adlandırılan eksen etrafında dönmektedir.

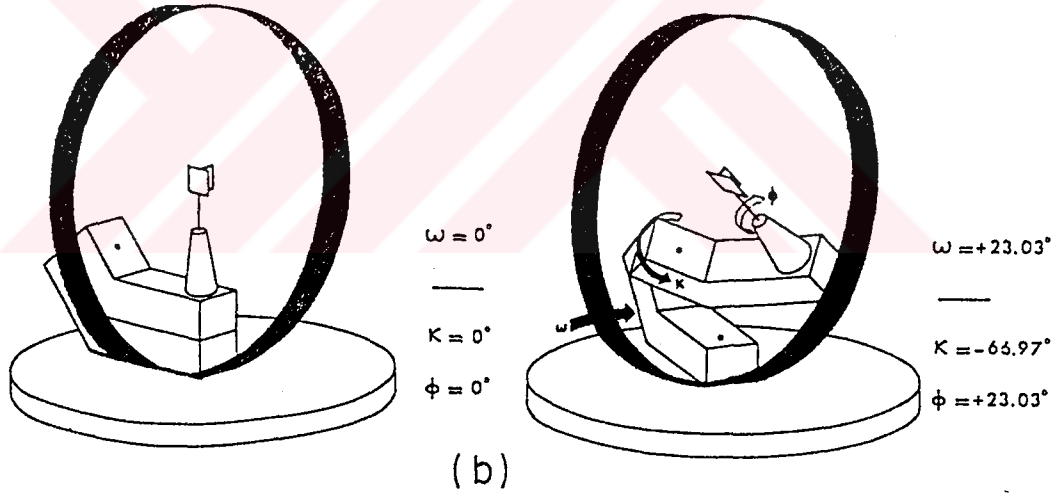
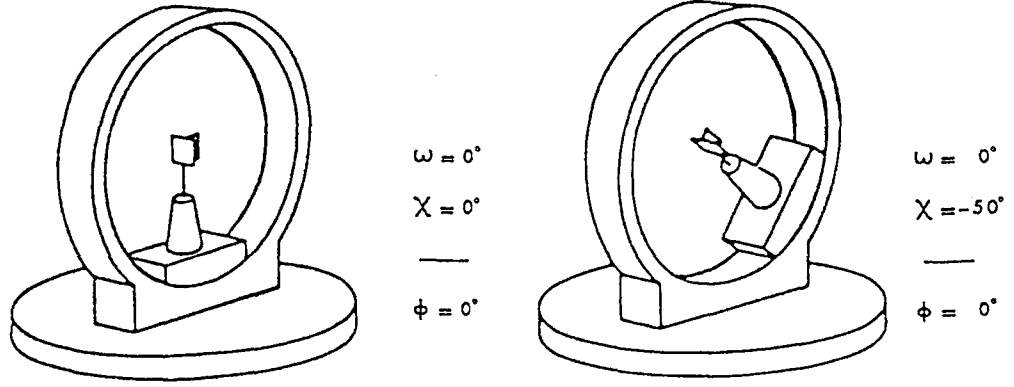
$\chi$  eksenini, kırınım düzlemine paralel olup, kristalin bulunduğu noktadan geçen ve  $\chi$  açısının taradığı çembere dik eksenidir. Üçüncü eksen, gonyometre başlığının, iğne doğrultusuna karşılık gelen ‘ $\phi$  eksen’i dir.  $\phi$  eksenini olarak adlandırılan bir çember üzerinde hareket eder.  $\chi$  değıştikçe, çember,  $\chi$  eksenine dik kalmaktadır. Dördüncü açı, kırınım vektörü ve  $\chi$  çemberinin olduğu düzlem

arasındaki açığa karşılık gelir. Bu açı ise,  $w$  olarak tanımlanmıştır. Üç çemberli difraktometrelerde,  $w$  daima sıfırdır.  $\chi$  çemberi ise kırınım vektörünü içeren düzleme daima diktir.  $\chi$ ,  $\theta$ ,  $w$  ve  $\phi$  açılarından başka, birde,  $\psi$  açısı tanımlanmaktadır. Bu açı, kırınım vektörü etrafındaki azimutal açıdır. Dört çemberli difraktometrelerde,  $\psi$  eksenini etrafındaki dönü hareketi, diğer açı hareketlerinin kombinasyonu ile sağlanabilmektedir. Dört çemberli difraktometrelerde, bir yansımanın gözlenebilmesi için, sekiz farklı açı durumunda mümkün olabilir. Bu farklı açı durumları çizelge 2.8'de görülmektedir. Çizelge 2.8'deki sekiz açı grubunun her biri  $hkl$  yansımasının gözlenebilmesi içindir.  $2\theta$ 'nin işareti değiştirilerek ve  $w$ 'ye  $180^\circ$  ilave edilerek, her açı grubunda  $hkl$  yansıması da elde edilebilir. Enraf-Nonius CAD-4 (Kappa Axis Diffractometer) difraktometresi, dört çemberli difraktometre olmasına karşılık, geometrisi, buraya kadar anlatılan geometriden biraz farklıdır. Bu fark,  $\chi$  açısı yerine,  $K$  açısının tanımlı olmasından kaynaklanmaktadır. Bu durumda difraktometre '*Kappa Difraktometresi*' olarak adlandırılır.

**Çizelge.2.8.** Dört Çemberli Bir Difraktometrede Bir Yansımanın Gözlenmesi İçin Gerekli Açı Grupları.

No	$\chi$	$\phi$	$2\theta$	$w$
1	$\chi$	$\phi$	$2\theta$	$w$
2	$-\chi$	$\pi+\phi$	$2\theta$	$\pi+w$
3	$\pi+\chi$	$\phi$	$-2\theta$	$-w$
4	$\pi-\chi$	$\pi+\phi$	$-2\theta$	$\pi-w$
5	$\pi-\chi$	$\pi+\phi$	$2\theta$	$-w$
6	$\pi+\chi$	$\phi$	$2\theta$	$\pi-w$
7	$-\chi$	$\pi+\phi$	$-2\theta$	$w$
8	$\chi$	$\phi$	$-2\theta$	$\pi+w$

İki difraktometre geometrisi arasındaki fark, kristali aynı yansıma konumuna getirmek için yapılan açı ayarları ile birlikte şekil 2.18'de görülmektedir.



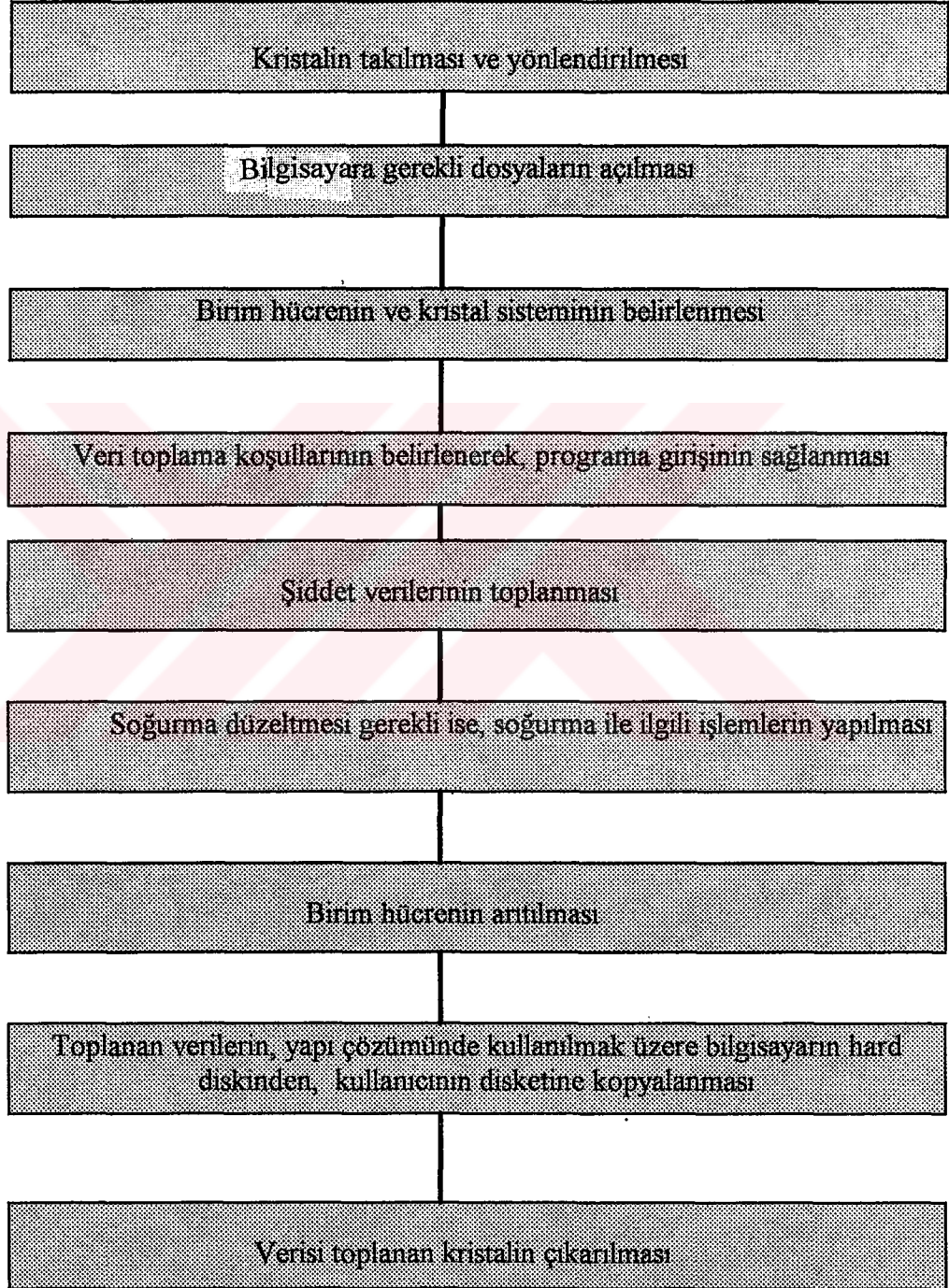
**Şekil 2.18** İki Farklı Geometride Kristalin Hareketi  
 a) Dört çemberli difraktometre,  
 b) Kappa difraktometresi.

#### 2.4.2. Kırınım Verilerinin Toplanması

Çalışmanın bu aşamasında Enraf-Nonius CAD-4 tipi difraktometre ile  $C_2H_8ON^+.C_4H_5O_6.H_2O$  kristalinin kırınım verileri toplandı. Bu işlem için izlenen yol çizelge 2.9' da özetlenmiştir.



**Çizelge 2.9.** Enraf-Nonius CAD4 Difraktometresi İle Veri Toplamada İzlenen Aşamalar.



İlk aşamada, kristalin takılı olduğu gonyometre başlığı alete yerleştirilir ve  $\phi=0^\circ$ - 180 ile  $90^\circ$ -270° değerlerinde kristal incelenerek, merkezlenmesi sağlanır. İkinci aşamada, bilgisayarda **.CRYST**, **.DAT** ve **.HKL** dosyaları açılır. **.CRYST** dosyası kristal verisini ve veri toplama parametrelerini içerir. **.DAT** , şiddet verilerini, **.HKL** ise veri toplama işlemi yapılırken 'file' modunda kullanılacak olan indislerin listesini kapsar.

Bundan sonraki aşamalarda; **SEARCH**, **SETANG**, **INDEX**, **TRANS**, **OTPLOT**, **DATCIN**, **DATCOL**, **DATCON**, ve **DATAR** komutları kullanılarak devam edilir. **SEARCH** ile birim hücrenin belirlenmesinde kullanılacak 25 yansıma toplanır. Toplanan yansımaların şiddetli olmalarına, özdeş olmamalarına ve farklı bölgelere ait olmalarına dikkat edilir. Bu aşamada Çizelge 2.8' deki açılı bilgileri gözönüne alınır. Bu 25 yansımayı veren açılıların yeniden merkezlenebilmeleri için açılı statüleri değiştirilir. Bu işlemin ardından **SETANG** ile merkezlenen açılıların arıtım işlemi başlatılır. **INDEX** ile kristalin yönelim matrisi ve birim hücre parametreleri hesaplanarak 25 yansıma indislenir.

Bu işlemler sonucunda, kristal sistemi belirlenir. **TRANS** ile birim hücrenin dönüşümü yapılarak yeni birim hücrenin seçilmesi sonucu, 25 yansıma yeniden indislenir. İndislenen yansımalar tekrar tek tek incelenir. Aynı indisli iki ya da daha fazla yansımadan biri alınarak diğerleri silinir. Bu eksik yansımaların yerini doldurmak üzere **SEARCH** işlemine geri dönülür ve tutarlı bir sonuç elde edilinceye kadar bu döngüye devam edilir.

**OTPLOT** ile yansımaların profili çıkarılarak, yansıma piklerinin merkezlenmesinin ve simetrisinin iyi olup olmadığı incelenir. Ayrıca, veri toplama şartlarını oluşturmada kullanılmak üzere, piklerin açılısal genişliği tesbit edilir. **TH** komutu ile yansımaların  $\theta$  açılı aralığı verilerek, h, k,  $\ell$  indislerinin maksimum, minimum değerleri ve toplam yansıma sayıları elde edilir.

Ayrıca şiddet ölçüm, şiddet kontrol, azimutal açı parametreleri gibi bilgiler de, sistemin otomatik veri toplama işleminin kontrol edilebilmesi için bilgisayara yüklenir. Bu işlemlerin ardından veri toplama sırasında, şiddet ve yönelim kontrolünde kullanılmak üzere, üç adet şiddetli ve farklı indisli yansıma seçilerek **OTPLOT** işleminden sonra, elde edilen bütün bu bilgiler, **DATCIN** ile oluşturulur. **DATCOL** ile veri toplama başlatılır. Veri toplama süresince şiddet ve yönelim kontrolü yapılır. Şiddet verisi toplanan kristal yapısında, ağır atom olup olmadığına bakılır ve varsa **DATAR** komutu ile soğurma düzeltilmesi yapılır. **CELDIM** ile birim hücre artımı yapılarak, Çizelge 2.10' daki sonuçlar elde edilmiştir.

**Çizelge 2.10** Birim Hücre Artımı İle Belirlenen Parametre Değerleri

$a = 7.6031 \pm 0.0006 \text{ \AA}$	
$b = 7.5028 \pm 0.0002 \text{ \AA}$	
$c = 8.7984 \pm 0.0006 \text{ \AA}$	
$\beta = 92.962 \pm 0.006^\circ$	$\alpha = \gamma = 90^\circ$
$V = 501.231 \pm 0.005 \text{ \AA}^3$	

Toplanan yansıma verileri, yapı çözümünde kullanılmak üzere disketlere kopyalanır ve kristal aletten çıkarılır. Ayrıca toplanan veriler SHELXS86 program girişinde kullanılan formata uygun biçime MolEN programı (Fair,1990) yardımı ile getirilir. Veri toplama süreci incelenen her kristal için tekrarlanır.

## BÖLÜM. 3. FAZ PROBLEMİ

### 3.1. Faz Problemi Nedir?

Eğer yapı faktörleri ile fazlar biliniyorsa, birim hücredeki elektron yoğunluğu, Eş.3.1. yardımı ile hesaplanabilir.

$$\rho(x,y,z) = \frac{1}{V} \sum_h \sum_k \sum_\ell |F_{hkl}| \cos 2\pi(hx+ky+\ell z - \phi_{hkl}) \quad (3.1)$$

Bu ifadeye göre,  $\rho$  elektron yoğunluğu;  $|F_{hkl}|$  genlikli, uzaysal doğrultuda yayılan,  $h, k, \ell$  ile belirlenen dalga boyuna sahip,  $\phi_{hkl}$  fazları ile belirlenen orijinde maksimum değere ulaşan, kosinüs formulu, düzlemsel dalgaların üst üste binmesi ile oluşmuştur.

$\rho(x,y,z)$  elektron yoğunluğunu, Fourier toplamları ile ifade edebilmek için,  $|F_{hkl}|$  ve  $\phi_{hkl}$  değerlerinin bilinmesi gerekmektedir. Ancak bu verilerle, “*örnek elektron yoğunluğu*” değerleri hesaplanabilir. Oysa, X-ışınları kırınım yöntemi ile deneysel olarak elde edilebilen veriler,  $I_{hkl}$ , dolayısı ile  $|F_{hkl}|^2$  değerleridir. Yani, Eş.3.1’ den elektron yoğunluğu değerlerinin hesaplanabilmesi için,  $\phi_{hkl}$  faz bilgisi eksik kalmaktadır. Deneysel yöntemlerle ölçülemeyen bu faz değerlerinin, bazı yollardan türetilmeleri gerekmektedir. Kristallografide “*Faz sorunu*” olarak bilinen bu problem çözülmeden, örnek yapı belirlenemez. Bu nedenle, bu sorunun çözümünü temel alan pek çok yöntem geliştirilmiştir.

### 3.2. Direkt Yöntemler

Direkt yöntemler, bazı faz bağıntıları yardımı ile, şiddet verilerinden “*direkt*” olarak, matematiksel yollarla,  $\phi_{hkl}$  fazlarını hesaplamaya çalışır.

Yöntemde, öncelikle güçlü yansımaların, yapı faktörleri arasında oluşturulan bağıntılar yardımı ile faz farkları arasında bazı bağıntılar elde edilir. Bu bağıntıların sayısı ne kadar fazla olursa, sonuca o denli kolay ulaşılır. Daha sonraki adımda, birkaç uygun yansıma seçilerek, bunların fazları ile orijin sabit



tutulur. Sonuçta, elde edilen faz bağıntıları kullanılarak, yeni fazlar hesaplanabilir. Genelde, başlangıç yansımalarının sayısı artırılarak çok sayıda faz setleri elde edilir.

Bu yöntem Schenk' in tanımlaması ile aynen bir kartopu şeklinde gelişmektedir. Orijin belirleyen yansımalar, çok iyi seçildiğinde, bilinmeyen yansımaların fazları, seçilenler üzerine kurulu bir şekilde elde edilmektedir (Schenk, 1990 ).

### 3.2.1. Direkt yöntemlerin tarihsel gelişimi

Yöntemin tarihsel gelişiminde önemli rol oynayan çalışmalar, aşağıda verilmeye çalışılmıştır..

#### Çizelge 3.1 Direkt Yöntemlerin Tarihsel Gelişimi

Patterson (1935)	Birimsel yapı faktörü tanımlanarak atomların birer noktasal saçıcı olduğu kabul edildi.
Simetri merkezli kristaller için ölçülen yapı faktörleri arasında basit, eşitsizlik bağıntıları oluşturuldu.	Harker, Kasper (1948)
Karle, Hauptman (1950)	Elektron yoğunluğu fonksiyonunun negatif olamayacağı gerçeğinden yola çıkarak, determinant şeklinde tam bir eşitsizlik seti oluşturuldu. Böylece simetri ile ilgili sınırlamalar ortadan kaldırıldı.
Atomların tamamı ile özdeş ve birbiri ile etkileşmediği durumda, elektron yoğunluğunun karesinin değişmez kaldığı esasına dayanarak, yapı faktörleri arasında geçerli "Sayre eşitliği" ortaya atıldı.	Sayre (1952)
Cochran (1952)	Sayre'nin sonuçlarından yararlanarak, kısmi Fourier serileri yardımı ile, yapı faktörlerinin işaretleri arasında çok basit bir olasılık bağıntısı oluşturuldu.

### Çizelge 3.1 (Devam) Direkt Yöntemlerin Tarihsel Gelişimi

1950 yılına kadar yapılan çalışmalarda yöntemin temelleri atılarak, elektron yoğunluğunun kristalin her yerinde pozitif olduğu ve kristalin aynı şekilli küresel simetrik atomlardan meydana geldiği kabul edilmiştir.

Cochran ile aynı yıllarda farklı çalışmalar yapılarak, Sayre eşitliğinin, aslında bir olasılık bağıntısı olduğu gözönüne alındı.

Zachariasen (1952)

Hauptman, Karle (1953)

Faz bağıntıları ile ilgili çalışmalar yaparak orijin seçimi üzerinde durdular. Böylece fazların tamamının yapı tarafından kontrol edilmediğini, orijin seçimine de bağlı olduğunu gösterdiler. Normalize yapı faktörü tanımını kullanarak, normalize yapı faktörlerinin işaretleri arasındaki bağıntıları,  $\Sigma$  bağıntıları ile ifade ettiler.

Belirlenen faz bağıntılarının geçerli olma olasılığını veren eşitlikler elde ederek, yapı ne kadar çok atomdan oluşuyorsa olasılık değerinin o kadar küçük olacağı sonucuna ulaşılar.

Cochran, Woolfson (1955)

Karle, Hauptman (1956)

Simetri merkezi olmayan kristallerde fazların hesaplanmasında kullanılan tanjant formülünü oluşturdular.

Simetri merkezi olan ve olmayan kristaller için, fazları belirlemede, teorik temele dayalı, oldukça pratik bir yöntem olan sembolik toplama yöntemi belirlendi. Ayrıca  $P2_12_1$  uzay grubuna sahip L-Arginine Dihydrate' in yapısı üzerinde bu yöntem denenerek olumlu sonuçlar alındı. Olasılık dağılımı ifadelerinden yola çıkarak, elde edilen fazların varyansları hesaplandı.

Karle, Karle (1963, 1964, 1966)

**Çizelge 3.1 ( Devam) Direkt Yöntemlerin Tarihsel Gelişimi**

Schenk (1971, 1972, 1973)

Sembolik toplama yönteminde bilinmeyen sembollerin hızlı bir şekilde belirlenmesi üzerinde çalıştı. Ayrıca simetri merkezli olan ve olmayan yapılar üzerinde  $\Sigma_2$  ve tanjant formüllerinin uygulanması ile ilgili araştırmalar yaptı. Triplet ve kuartet faz bağıntıları ile uğraştı.

Elde edilen ve sayıları oldukça fazla olan faz setlerinden en olası çözümü belirlemek için "*Figures of Merit*" ler araştırılmaya başlandı.

Karle, Main, Woolfson (1970' li yıllar)

### 3.2.2. Orijin Belirleme

Kristal yapıyı bütünü ile tanımlayabilmek için bazı referans noktalarına göre, atom konumlarını, tanımlamak gerekmektedir. Bunun yapılabilmesi için, bir eksen takımını, birim hücrede orijin olarak tanımlanan bir noktaya yerleştirmek gerekir. Birim hücreye bakıldığında, aynı çevreye sahip orijin olabilecek birden fazla konum belirlemek mümkündür. Bu konumlar farklı uzay grupları için International tables, Vol.IV'de verilmiştir. Ancak, bu konumlardan birinin orijin olarak seçilmesi gerekmektedir. Eğer orijin, simetri merkezinde ise, yapı faktörlerinin fazlarının tamamı,  $0^\circ$  ya da  $180^\circ$  olacaktır. Her fazı, bu iki değerden birine sınırlayarak, orijinin simetri merkezlerinden birinde bulunması sağlanabilir. Ayrıca orijin konumunu, bir simetri merkezinden diğerine kaydığımızda bu durum yapı faktörlerinin fazlarını etkileyecektir. Buna göre, yapı faktörlerinin fazlarının hesaplanmasındaki doğruluk, tek bir orijinin iyi bir şekilde belirlenmesi sağlanır.

Bu durumda, olası konumların her birine orijin taşınarak, yapı faktörlerinin orijin ötelenmesinden nasıl etkilendiğine bakılır. Orijin değişiminden



etkilenmeyen ve sadece yapı tarafından kontrol edilen fazlara ve bu fazlar arasındaki lineer kombinasyonlara '*yapı değişmezleri*' denir. Orijin seçiminden bağımsız, fakat orijin ötelenmelerinden etkilenen fazlara ve bu fazların lineer kombinasyonlarına '*yapı yarı değişmezi*' adı verilir.

### 3.2.3. Birimsel Yapı Faktörü (U)

Saçılma açısı sıfır olduğunda, atomik saçılma faktörünün değeri maksimuma ulaşır ve Z atom numarasına eşit olur. Böylece hiç bir saçılan dalganın genliği, Z'den büyük olamaz. Cauchy-Schwarz eşitsizliğinden yola çıkılarak elde edilen matematiksel ifade ile,

$$|F_{hke}|^2 \leq Z^2 \quad (3.1)$$

yazılabilir.

Direkt yöntemlerle ilgili matematiksel ifadelerin geliştirildiği dönemlerde kristal yapının, birbiri ile özdeş atomlardan meydana gelmesi kabulü gibi kolaylıklar kullanılmamıştır. Ama gerçekte bunun böyle olmadığı hesaba katıldığında, yapı faktörü ile ilgili matematiksel bağıntılar, daha karmaşık hale gelmiştir (Stout and Jensen, 1989). Bu karmaşıklığı daha yalın hale getirerek, yapılan hesaplamaları kolaylaştırmak amacı ile birimsel yapı faktörü tanımlanmıştır.

$$U_{hke} = \frac{F_{hke}}{Z} \quad (3.2)$$

eşitlik 3.8' den yararlanarak,

$$|U_{hke}|^2 \leq 1 \quad (3.3)$$

yazılabilir. Ayrıca, birimsel yapı faktörü,  $F_{hke}$  yapı faktörünün bilinen formülü şeklinde de yazılabilmektedir.

$$U_H = \sum_{j=1} n_j \exp 2\pi i \mathbf{H} \cdot \mathbf{X}_j \quad (3.4)$$

Bu ifadedeki  $n_j$ , birimsel saçılma faktörü olarak tanımlanarak,

$$n_j = f_j / \sum_{j=1}^N f_j \quad (3.5)$$

ifadesi ile verilir. Simetri merkezli yapılar için Cauchy eşitsizliği Eş.3.4'e uygulandığında,

$$|U_{hk\ell}|^2 \leq 1/2 (1 + U_{2h2k2\ell}) \quad (3.6)$$

elde edilir.

### 3.2.4. Normalize Yapı Faktörü (E)

Teorik çalışmaların uygulanma sürecinde, bazı dağılım fonksiyonlarını basitleştirmek amacı ile, normalize yapı faktörü tanımlanmıştır (Karle, Hauptmann, 1956)

$$|E_h|^2 = \frac{|F_h|^2}{\sum_{j=1}^N f_j^2} \quad (3.7)$$

Eş.3.7.'de '*normalize yapı faktörü*' olarak tanımlanan  $E_h$ , yapı faktörünün içerdiği fiziği bozmadan bütün yansıma sınıflarının normalizasyonuna izin vererek,  $\theta$  ya bağımlılığın ortadan kaldırılmasını sağlar.  $\epsilon$ , uzay grubu sönümleri için düzeltme faktörüne karşılık gelmektedir. Bütün nokta grupları için bu değerler, Ivasaki, ve Ito tarafından verilen tablolar yardımı ile belirlenebilir (Ivasaki, Ito, 1977).

Normalize yapı faktörlerinin dağılımı, simetri merkezli ve simetri merkezi olmayan kristaller için farklı şekillerdedir. Bu yüzden kristalin simetri merkezinin olup olmadığı, E değerlerinin dağılımı incelenerek de belirlenebilir. Normalize yapı faktörünün dağılımı simetri merkezli kristaller için,

$$P_1(E) = (2\pi)^{-1/2} \exp(-E^2/2) \quad (3.8)$$

simetri merkezi olmayan kristaller için ise,

$$P_1(|E|) = 2|E| \exp(-|E|^2) \quad (3.9)$$

fonksiyonları şeklinde verilmektedir.

### 3.2.5. $\Sigma_1$ Bağlıları

Karle ve Hauptman, 1953 yılında, normalize yapı faktörlerinin, simetri merkezli ve simetri merkezli olmayan kristaller için tanımlanan dağılım fonksiyonlarından yararlanarak, tamamen istatistiksel yollarla sigma-1, sigma-2, sigma-3,... vb. şekilde adlandırılan sigma bağıntılarını oluşturmuşlardır.

### 3.2.6. Faz belirlemede kullanılan bağıntılar

Simetri merkezli olan ve olmayan kristaller için yapı değişmezleri arasında en önemli bağıntı,

$$\phi_n = \phi_{h1} + \phi_{h2} + \dots + \phi_{hn} \quad (3.10)$$

formundadır. Bu bağıntıda,

$$h_1 + h_2 + \dots + h_n = 0 = (0,0,0) \quad (3.11)$$

olmalıdır. Diğer bir ifade ile, indislerin toplamı sıfıra eşit olan, n yansımanın fazlarının toplamı, orijin seçimine bakılmaksızın, verilen bir yapı için sabittir. Dikkate alınabilecek ilk örnek, fazların üçlü durumudur.

$$\phi_3 = \phi_{h1} + \phi_{h2} + \phi_{h1+h2} \quad (3.12)$$

Normalize yapı faktörlerinin büyüklükleri dikkate alınmadan, orijin seçiminden bağımsız, bu fazların toplamı  $\phi_3$  sabit değerine eşittir. Simetri merkezli uzay grupları için Eş.3.12, normalize yapı faktörlerinin işaretlerinin çarpımı olarak yeniden yazılabilir.

$$S(E_{h,k,\ell}) \cdot S(E_{h',k',\ell'}) \cdot S(E_{h-h',k-k',\ell-\ell'}) \approx +1 \quad (3.13)$$

Denk.3.13' de "≈" işareti bu ifadenin bir yaklaşıklık ifadesi olduğunu göstermektedir. Simetri merkezli kristaller için, bu bağıntının pozitif olma olasılığı ise Cochran ve Woolfson tarafından,

$$P_+ = 1/2 + 1/2 \tanh\{ N^{-1/2} | E_{hk\ell} E_{h'k'\ell'} E_{h-h',k-k',\ell-\ell'} | \} \quad (3.14)$$

bağıntısı ile verilmiştir. Bu bağıntının elde edilmesinde, atomlar birbiri ile özdeş kabul edilmişlerdir (Cochran and Woolfson, 1955).

Denk.3.14' e göre birim hücredeki atom sayısı N büyürse, olasılık ifadesinin değeri azalacaktır. Bu yüzden, çok sayıda atom içeren yapılarda, direkt yöntemler başarısızlığa uğramaktadır. Aynı zamanda,  $E_{h,k,\ell}$ ,  $E_{h',k',\ell'}$ ,  $E_{h-h',k-k',\ell-\ell'}$

değerlerinin büyük olması ise olasılık ifadesinin doğruluğunu güçlendirecektir. Kısaca direkt yöntemlerin, yapı çözümünde başarılı olabilmesi, faz belirlemede güçlü yansımaların seçilmesine ve yapının çok fazla büyük olmamasına bağlıdır.

Simetri merkezli olmayan kristaller için denk.3.12,

$$\phi(h) \approx \phi(h') + \phi(h-h') \quad (3.15)$$

ya da,

$$\phi(h) + \phi(h') + \phi(\bar{h} + \bar{h}') = \phi_3 \approx 0 \quad (3.16)$$

ile verilir. Bu eşitliğin olasılık dağılımı ise,

$$P\{\phi(h)\} = \exp[K(h, h') \cos\{\phi(h) - [\phi(h') + \phi(h-h')]\}] / 2\pi I_0[K(h, h')] \quad (3.17)$$

ile verilmektedir. burada,

$$K(h, h') = 2(N^{-1/2}) |E(h)E(h')E(h+h')| \quad (3.18)$$

olup,  $I_0$ , modifiye edilmiş Bessel fonksiyonuna karşılık gelmektedir. Karle ve Karle, 1966' da denk. 3.17'deki olasılık dağılımını kullanarak, fazların varyansını hesaplamışlar ve aynı zamanda  $\phi(h)$  fazının geçerliliğinin bir ölçüsü olarak, denk.3.18' deki  $K$  niceliğini kapsayan, bir  $\alpha(h)$  ifadesi tanımlamışlardır. Sonuçta  $\alpha$  değerinin büyük olması, varyansı küçültmektedir. Dolayısı ile faz ne kadar doğrulukla hesaplanırsa  $\alpha(h)$ 'ın değeri de o kadar büyük olacaktır. Simetri merkezli kristaller için geçerli olan ve  $\Sigma_2$  bağıntısı olarak da adlandırılan

$$S(h, k, \ell) = \sum_{h'k'\ell'} S(h'k'\ell') S(h-h', k-k', \ell-\ell') \quad (3.19)$$

bağıntısının, simetri merkezi olmayan yapılardaki karşılığı "*tanjant formülü*" olarak bilinen,

$$\tan [\phi(h)] = \frac{\sum_h K(h, h') \sin(\phi(h') + \phi(h - h'))}{\sum_h K(h, h') \cos(\phi(h') + \phi(h - h'))} \quad (3.20)$$

bağıntısıdır (Karle, Hauptmann, 1956). Ayrıca, simetri merkezi olmayan yapılar için Eş.3.16, triplet faz bağıntısının ya da  $\Sigma_2$  bağıntısının genel hali olarak bilinmektedir. Bu triplet faz bağıntısına göre elektron yoğunlukları,  $h$  ve  $h'$  düzlemlerinin ara kesitlerine yakın yerlerde bulunmaktadır.

Triplet faz bağıntısından başka, yapı çözümünde  $\Sigma_3$  bağıntısı olarak da bilinen, üç boyutlu, kuartet faz bağıntısı da kullanılmaktadır. Kuartet faz bağıntısı, triplet faz bağıntısının benzeri olarak,

$$\phi(h) + \phi(h') + \phi(h'') + \phi(\bar{h} + \bar{h}' + \bar{h}'') = \phi_4 \quad (3.21)$$

şeklinde yazılır.  $\phi_4$ , sıfıra yakın değerler alırsa, bağıntı pozitif kuartet;  $\pi'$  ye yakın değerler alırsa, negatif kuartet olarak adlandırılır. Negatif kuartetlerin sayısı,  $\Sigma_2$ , tripletlerinin sayısına kıyasla oldukça azdır. Ayrıca Eş.3.21' in güvenilirliği,  $N^{-1}[E(h) E(h') E(h'') E(h+h'+h'')]$  ifadesi ile verilir. Eş.3.18' deki triplet faz bağıntısının güvenilirliğinin bir ölçüsü olan,  $N^{-1/2}$  çarpanı daima  $N^{-1}$  çarpanından büyük olacağı için, triplet faz bağıntısı, kuartet bağıntıdan daha güvenilir bir sonuç verecektir. Ancak bazı uzay gruplarında, çoklu çözüm yöntemi ile elde edilen faz setlerinden, doğru olan seti seçmede negatif kuartetler kullanılabilir (Schenk, 1974).

### 3.2.7. Sembolik toplama yöntemi

Uygulamada, çok başarılı bir yöntem olan sembolik toplama yöntemi (Karle ve Karle, 1963), fazların gösteriminde, harfleri sembol olarak kullanır. Bu yöntemle fazların belirlenebilmesi için öncelikle orijin belirlenir. Daha sonra,  $\Sigma_1$  ve  $\Sigma_2$  bağıntıları kullanılarak, belirlenebilen fazlar elde edilir. Sonuçta sayısı 5 ile 10 adet civarında olan ilk fazlar saptanır. Ayrıca bütün olası, güçlü triplet bağıntılar sınanır. Böylece, elde edilen yansımalarından biri seçilerek, bu seçilen yansıma, örneğin, A sembolü verilir. Bu sembolü kullanarak,  $\Sigma_2$  bağıntısı yardımı ile yeni fazlar üretilir. Eğer güçlü yansımaların tamamına bu yolla ulaşılamazsa, bir diğer yansıma seçilerek, onun fazı da B sembolü ile gösterilebilir. Bu işlem, gerektiği durumda, C ve D gibi semboller kullanılarak da devam ettirilebilir. Faz üretiminin sonunda, bütün güçlü yansımaların fazları, semboller cinsinden elde edilir.

Yöntemin son aşamasında, sembolik fazlar, örneğin,  $\mp (\pi/4) \mp (3/4) \pi$  açı değerlerinin bütün permütasyonları kullanılarak sayısal değerlere dönüştürülür. Pratikte, kullanılan semboller arasında bir bağıntıda bulunabilir. Örneğin, bir

triplet bağıntıdan bir yansımanın fazı A olarak belirlenmişse  $A=B$  alınarak, olası çözümlerin sayısı azaltılabilir. Bundan başka,  $\Sigma_3$  bağıntıları ya da, bütün fazların sifira eşit olamayacağı gibi özellikler çözümlerin sayısını azaltmada kullanılır. Böylece, pek çok faz seti elde edilebilir. Dolayısı ile, birden fazla çözüm ortaya çıkar. Bu durumda Fourier sentezleri sonunda, hangi setin anlamlı sonuca ulaştırdığı, elektron yoğunluğu haritaları incelenerek belirlenebilir. Sembolik toplama yöntemi hem simetri merkezli, hem de simetri merkezli olmayan yapılarda iyi sonuçlar vermektedir. Daha çabuk sonuca ulaşmada, bilinmeyen sembollerin daha hızlı belirlenmesi üzerine yapılan çalışmalar 1970'li yıllarda başlamıştır (Schenk, 1971).

### 3.2.8. Sihirli Tamsayılar

Başlangıçta belirlenen fazların, sayılarının artırılmasında, sihirli tamsayıların kullanılmasına, 1975 yılında, White, Woolfson, Declercq, Germain ve Taylor tarafından, çeşitli çalışmalarda başlanmıştır. Sihirli tamsayılarla, fazların artırılmasında, genel olarak,

$$\phi_i = m_i x \pmod{1} \quad i = 1, \dots, n \quad (3.22)$$

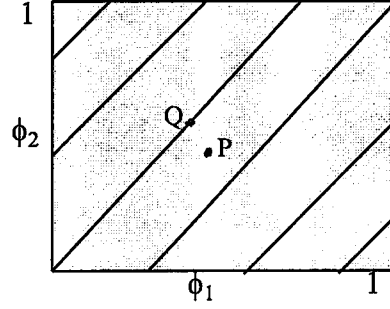
bağıntısı kullanılmaktadır (Declercq, et. al., 1975). Burada fazlar  $\phi_i$  ile, sihirli tam sayılar ise  $m_i$  ile gösterilmektedir.  $x$ , sihirli tam sayı değişkeni olarak tanımlanır. Faz açıları ve değişkenler aşağıdaki şartları sağlamalıdır.

$$0 \leq \phi < 1$$

$$0 \leq x < 1 \quad (3.23)$$

Main, 1978 yılında, Eş.3.22' yi  $n$  boyutlu faz uzayında bir düzgün çizginin denklemi olarak ele almış. En basit durumda  $n=1$  alınır,  $\phi_1 = x$  olacak ve tek boyutlu faz uzayı  $\phi_1 = x$  çizgileri ile tamamen dolacaktır. Sonuçta, herhangi bir hata olmaksızın faz,  $x$  değerine eşit olacaktır.  $n=2$  olarak alınır, iki boyutlu faz uzayındaki çizgiler  $\phi_1 = m_1 x$  ve  $\phi_2 = m_2 x$  denklemleri ile verilecektir.  $m_1$  ve  $m_2$  sihirli tam sayılarının değerleri, sırası ile, 3 ve 4 olarak alınır  $\pmod{1}$ ' e göre iki boyutlu faz uzayındaki çizgiler şekil 3.1' deki gibi olacaktır.





**Şekil 3.1.** P' ye en yakın nokta Q olmak üzere,  $\phi_1 = 3x$ ,  $\phi_2 = 4x$ 'in grafiğinin mod (1)'e göre faz uzayında gösterimi ( $0 \leq x < 1$ ).

Şekil 3.1'den de görüldüğü gibi faz uzayındaki herhangi bir  $P \equiv (\phi_1, \phi_2)$  noktası, herhangi bir çizginin, P'ye en yakın noktası anlamına gelen, 3 ve 4 sihirli tamsayıları cinsinden tanımlanabilir. Uzaklık ne kadar büyükse faz belirlemedeki hata da o kadar artar. Bu durumda, değeri daha büyük olan  $m_i$  sihirli tamsayıları, faz uzayını daha sık örten düzgün çizgileri oluşturarak, hata miktarını azaltır. Bu açıklamalar, daha genel anlamda şöyle ifade edilebilir. n boyutlu faz uzayında, herhangi bir  $P \equiv (\phi_1, \phi_2, \dots, \phi_n)$  noktasının sihirli tam sayılarla ifadesi, P' ye en yakın çizginin üzerinde bulunan Q noktası ile belirlenir. QP uzaklığının karesi, faz hatalarının karesinin toplamına eşittir.

Bu aşamada, orijini ve enantimorfı belirleyen, önceden bilinen ya da sihirli tamsayılar cinsinden tanımlanabilen fazların setine '*birincil set*', birincil setten iki faz içeren ve  $\sum_2$  bağıntısı ile belirlenen diğer sete de '*ikincil set*' tanımlaması getirilir. Öncelikle, fazlar arasında bilinen bütün tripletler kullanılarak fazların birincil ve ikincil setleri elde edilir. Kullanılan tripletlerin genel formu,

$$mx + ny + pz + b \equiv 0 \pmod{1} \quad (3.24)$$

şeklindedir. Burada b, simetri ötelenmesinden elde edilen faz sabitidir. Bilinmeyen x, y, z değişkenlerinin en iyi değerleri aşağıda belirtilen  $\psi(x, y, z)$  fonksiyonunu maksimum yapan değerlerdir (White and Woolfson, 1975).

$$\psi(x, y, z) = \sum |E_1 E_2 E_3| \cos 2\pi (mx + ny + pz + b) \quad (3.25)$$

$$0 \leq x, y, z < 1$$

Eş.3.25 aynı zamanda,  $\Sigma_2$  bağıntısı ile uyum içinde olan, x, y, z gibi az sayıda değişken cinsinden tanımlanabilen çok sayıda faz için geçerli bir FOM dur.  $\psi$  haritası yardımı ile x, y, z değişkenleri için çeşitli çözümleri veren bazı pikler elde edilir. En uygun çözümü belirlemek için  $\psi$  haritaları en az üç kez hesaplanarak, sihirli tamsayıların değeri büyük olduğunda hata azalırken, küçük olduğunda, fonksiyonun boyutu azalacak ve hesaplamalar kolaylaşacaktır. Bu durumda, sihirli tam sayıların, sayısı ve değerleri oldukça önem kazanmaktadır. Fibonacci serileri, kuadrant permütasyon (QP) ve sihirli tamsayı permütasyonu gibi tanımlamalara ve bunların uygulamalarına çeşitli yayınlarda rastlamak mümkündür (Lessinger and Margulis, 1978; Giacovazzo, 1980; Main, 1978).

### 3.2.9. Figures of merit (FOM) ler

Elde edilen ve sayıları oldukça fazla olan faz setlerinden en olası çözümü bulmak için uygun kriterin (*Figures of merit (FOM) lerin*) araştırılması genel bir ihtiyaçtan doğmuştur. FOM' ların türetilmesindeki teorinin, faz bağıntılarının elde edilmesindeki teori ile, aynı olasılık teorisine dayanması işi bir miktar kolaylaştırmaktadır. En olası  $\phi_h$  fazını belirlemede en uygun çözüm,  $\sum_h \alpha_h$  nın maksimum olduğu duruma karşılık gelir (Giacovazzo, 1980). Burada,

$$\alpha_h = 2\sigma_3\sigma_2^{-3/2} |E(h)| \left| \sum_{h'} E(h')E(h-h') \right| \quad (3.26)$$

dir.  $\sigma_2$  ve  $\sigma_3$  terimleri Eş.3.27' deki bağıntılar ile tanımlanır.

$$\sigma_2 = \sum_{j=1}^N n_j^2, \quad \sigma_3 = \sum_{j=1}^N n_j^3 \quad (3.27)$$

$\sum_h \alpha_h^2$  'nın maksimum olduğu duruma karşılık gelen pek çok ifade türetilerek çeşitli FOM lar elde edilmiştir. Bunlardan ilki, 1966 yılında Karle ve Karle tarafından tanımlanan ' $R_{Karle}$ ' kriteridir. Bu kriter göre

$$R_{Karle} = \frac{\sum_h \|E_h\| - \|E_{h_c}\|}{\sum_h E_h} \quad (3.28)$$

dir.  $R_{Karle}$ ' nin büyük değerleri için çözümler geçersizdir. Diğer taraftan, 0.2-0.3 arasındaki  $R_{Karle}$  değerleri için çözüm doğru kabul edilir. Diğer bir kriter ' $t_h$ ' kriteridir (Schenk, 1971; Riche, 1973; Hasek, 1974 ).

$$\begin{aligned} A_h &= \sum_j |E_{k_j}| - |E_{h-k_j}| \cos(\phi_{k_j} + \phi_{h-k_j}) \\ B_h &= \sum_j |E_{k_j}| - |E_{h-k_j}| \sin(\phi_{k_j} + \phi_{h-k_j}) \end{aligned} \quad (3.29)$$

olmak üzere,  $t_h$ ,

$$t_h = \frac{(A_h^2 + B_h^2)^{1/2}}{\sum_j |E_{k_j} E_{h-k_j}|}, \quad 0 \leq t_h \leq 1 \quad (3.30)$$

bağıntısı ile verilir. Doğru çözüm için  $\langle t_h \rangle_h$  maksimum olmalıdır.  $\langle t_h \rangle_h \approx 0.7-0.8$  değerleri için çözüm, doğru olarak kabul edilebilir. Simetri merkezli uzay grupları için kullanılan bir diğer FOM, ' $Q_c$ ' dir.

$$Q_c = \frac{\left| \sum_h E_h \sum_k E_k E_{h-k} \right|}{\sum_h |E_h| \sum_k |E_k E_{h-k}|} \quad (3.31)$$

Eğer  $k$  değiştiğinde, her  $h$  için bütün  $E_k E_{h-k}$  terimlerinin işaretleri sabitse  $Q_c = 1$  olacaktır. Doğru çözüm ise  $Q_c$ 'nin büyük değerlerine karşılık gelmektedir. Karmaşık istatistik bilgilerinin ustaca kullanımı sonucunda Germain, Woolfson ve Main, 1971 yılında, FOM olarak  $M$  kriterini belirlemişlerdir.

$$M = \frac{Z - Z_{rastlantisal}}{Z_{beklenen} - Z_{rastlantisal}} \quad (3.32)$$

Burada  $Z$ ,  $Z = \sum_h \alpha_h$ ,  $Z_{rastlantisal} = \sum_h \langle \alpha_h^2 \rangle^{1/2}$ , gelişigüzel fazların  $\alpha_h$  değerlerinin toplamı,  $Z_{beklenen} = \sum_h \langle \alpha_h^2 \rangle_{beklenen}^{1/2}$ ,  $\alpha_h$ 'nın beklenen değerlerinin toplamıdır. Eğer çözüm doğru ise,  $Z \approx Z_{beklenen}$  olacağından,  $M = 1$  olacaktır.

Pratikte,  $M = 1.3 \pm 0.3$  olduğunda çözüm doğrudur. Gelişigüzel fazlar için ise,  $M = 0$  dır. Bir diğer FOM olarak,  $R(\alpha)$  residüsü tanımlanmıştır.  $R(\alpha)$  değeri,

$$R(\alpha) = \frac{\left\{ \sum_h |E_h| - k \left| \sum_{h'} E_{h'} E_{h-h'} \right| \right\}}{\left\{ \sum_h |E_h| \right\}} \quad (3.33)$$

bağıntısı ile verilir. Burada skala sabiti olarak bilinen  $k$  değeri,

$$k = \left\{ \sum_h |E_h| \right\} / \left\{ \sum_h \left| \sum_{h'} E_h E_{h-h'} \right| \right\} \quad (3.34)$$

eşitliği ile ifade edilir (Glusker and Trueblood, 1985). Eş.3.28'deki  $\alpha_h$ ' lar cinsinden,  $R(\alpha)$ ,

$$R(\alpha) = \sum_h \left| \alpha_h - \langle \alpha_h \rangle_{\text{beklenen}} \right| / \sum_h \langle \alpha_h \rangle_{\text{beklenen}} \quad (3.35)$$

şeklinde yazılabilir (Cascarano et al., 1992).

$M(\text{abs})$ ,  $\Psi(0)$ ,  $N(\text{QUAL})$  gibi diğer önemli FOM lar aşağıdaki şekilde tanımlanmıştır.

$$M(\text{abs}) = \sum_h \alpha_h / \sum_h \langle \alpha_h \rangle_{\text{beklenen}} \quad (3.36)$$

$$\Psi(0) = \sum_h \alpha_h / \sum_h V_h^{1/2} \quad (3.37)$$

Burada,

$$\alpha_h = \left[ \left( \sum_{j=1}^r A_j \cos \theta_j \right)^2 + \left( \sum_{j=1}^r A_j \sin \theta_j \right)^2 \right]^{1/2} \quad (3.38)$$

$$V_h = \sum_h A_j^2 \quad (3.39)$$

$$A_j = |E_{k_j} - E_{h-k_j}| / N^{1/2} \quad (3.40)$$

dir.

$$NQUAL = \frac{\sum [ \sum (E_1 * E_2) * \sum (E_3 * E_4 * E_5) ]}{\sum [ | \sum (E_1 * E_2) | * | \sum (E_3 * E_4 * E_5) | ]} \quad (3.41)$$

Burada dış toplamlar, artırılmış yansımalar üzerinden, iç toplamlar ise negatif kuartet bağıntılarla tripletler üzerinden alınmaktadır. Doğru çözüm için NQUAL, -1'e yaklaşmalıdır. Gelişigüzel fazlar için, bu değer sifıra eşittir.

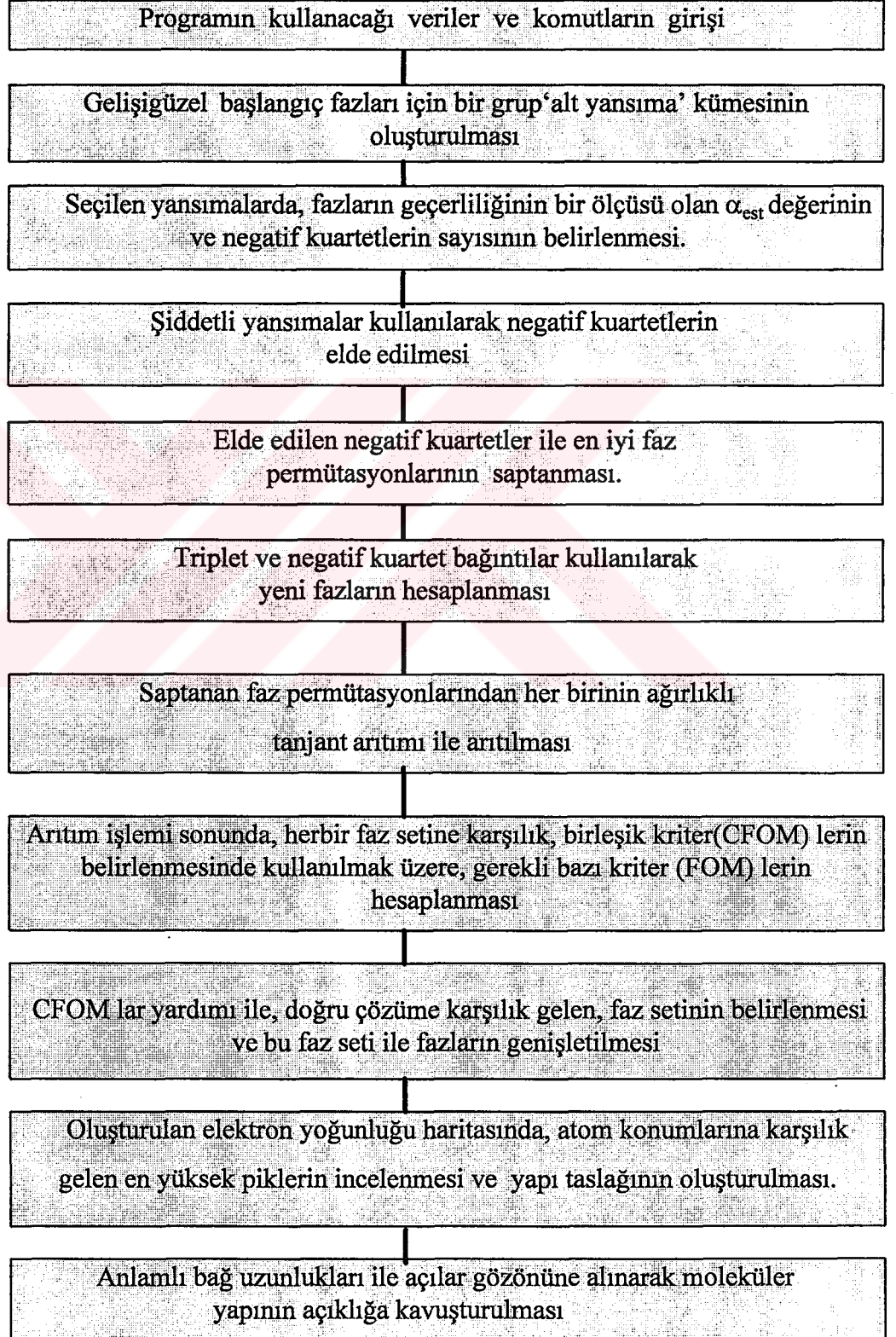
Farklı şekillerde tanımlanmış bu FOM'ların ayrı ayrı etkinliği, tek başına yeterli olamadığı için, birden fazla FOM, ağırlıklı bağıntılarla biraraya getirilerek, CFOM adı altında *Combined Figures of Merit* ler oluşturulmuştur. Her bir FOM gibi, CFOM lerde farklı bağıntılar halinde, bir çok tanımlamaya sahiptir. Doğru çözüm daima CFOM ile elde edilir. Doğru ve yanlış çözüm arasındaki fark, çoğu durumda, ayırım yapılabilecek kadar belirgin olmaktadır.

### 3.3. SHELXS86 ve Direkt Yöntemlerle Yapı Analizi

Bu çalışmada, SHELXS86 (Sheldrick, 1985) programı kapsamında bulunan direkt yöntemlerle çalışılmıştır. Programda, deneysel olarak elde edilen  $h$ ,  $k$ ,  $l$ ,  $F$ ,  $\sigma(F)$  ya da  $h$ ,  $k$ ,  $l$ ,  $F^2$ ,  $\sigma(F^2)$  verileri girdi olarak kullanılır. Fazların elde edilmesinde, program, çoklu deneme tek çözüm prensibine dayanarak çalışır. Yani gelişigüzel başlangıçla çoklu çözüm denemeleri yapılır ve bu çözümlerden en doğru olanı, çeşitli kriterler kullanılarak seçilir. Direkt yöntemler kullanılarak çözüme ulaşmada izlenen yol, ana hatları ile çizelge.3.2'de verilmiştir.

Program girişinde,  $h$ ,  $k$ ,  $l$ ,  $F$ ,  $\sigma(F)$  ya da  $h$ ,  $k$ ,  $l$ ,  $F^2$ ,  $\sigma(F^2)$  verilerinin yanısıra **TITLE**, **CELL**, **LATT**, **SYMM**, **SFAC**, **UNIT**, **TREF**, **HKLF** ve **END** komutları da kullanılmıştır. Çizelge 3.3'den görüldüğü gibi, **TITLE**' dan **UNIT**' e kadar olan giriş komutları ile, programa birim hücre ile ilgili bilgiler verilerek, uzay grubu tanımlanır. Bu aşamada dikkat edilecek önemli komutlardan biri, **SFAC** komutudur. **SFAC** ile, bileşiği oluşturan atomlar tanımlanmakta ve program bu atomlar için belleğinde bulunan elementlerin tümü, bellekte tanımlanmamış olduğundan, tanımlı olmayan elementlere ait, saçılma faktörleri, lineer soğurma katsayıları, atomik yarıçap ve atomik ağırlık gibi bilgilerin, dışardan, programa yüklenmesi gerekir. Bu bilgiler bazı yayınlarda toplu halde verilmektedir (Mann and Cramer, 1968; Doyle and Turner, 1968).

**Çizelge 3.2. SHELXS86 Programı İle Direkt Yöntemler Çözümüne Ulaşmak İçin İzlenen Yol**





**Çizelge 3.3. İncelenen I. Kristal İçin Program Çıktısının 1. Kesimi (1).**

```

+++++
+ SHELXS-86 - CRYSTAL STRUCTURE SOLUTION +
+
+++++

TITLE ak (C2H8ON+.C4H5O6-.H2O) P21 Z=2 (x,y,z ; -x, 0.5+y, -z)
CELL .71073 7.6031 7.5028 8.7984 90. 92.962 90.
LATT -1
SYMM -X, 0.5+Y, -Z
SFAC C H N O
UNIT 12 30 2 16

V = 501.23 AT VOL = 16.7 F(000) = 244.0 MU = 0.13 MM-1

MAX SINGLE PATTERSON VECTOR =40.4 CELLWT=458.37 RHO=1 .519

TREF 50
HKLF 3

```

**TREF** komutu kullanılarak programın direkt yöntemlerle çalışması sağlanmıştır. Yapının büyük olması, ya da yeterli sayıda negatif kuartetin bulunamaması gibi durumlarda, değişik **TREF** komutlarının kullanılabilmesi, programın çoklu çözüm felsefesine bir örnek oluşturmaktadır. Bu komut ile birlikte kullanılan 50 sayısı ise başlangıçta kullanılacak en iyi faz setlerinin sayısını belirler. Program deneysel verileri, ya doğrudan ölçülen şiddetler yada yapı faktörlerinin genlikleri şeklinde kabul eder ve kullanılır. Deneysel verilerin hangi şekilde verileceği, **HKLF** komutu ile belirlenir. **HKLF 3** komutu, h, k, l, F,  $\sigma(F)$  verilerinin, **HKLF 4** komutu, h, k, l, I,  $\sigma(I)$  verilerinin kullanılacağını gösterir. Bu veriler, (3L,2F8.2) formatına uygun olarak kullanılmışlardır. Çizelge 3.4' den kolayca takip edildiği gibi, incelenen kristal için, 1093 bağımsız yansıma verisi ile programa giriş yapılmış, bu yansılardan  $F > 4\sigma(F)$  şartını sağlayan 1042 adet yansıma ile yapı çözülmüştür. İncelenen kristallerin yapı çözümü **SHELXS86** (Sheldrick, 1990) programı yardımı ile yapıldı.

(1) Program çıktısı uzun olduğu için, çeşitli kesimlere ayrılarak açıklanmaya çalışılmıştır.

**Çizelge 3.4.** İncelenen I. Kristal için Program Çıktısının II. Kesimi.

1093 REFLECTIONS READ, OF WHICH	0 REJECTED
MAXIMUM H, K, L AND 2-THETA =	9. 9. 10. 52.57
1093 UNIQUE REFLECTIONS, OF WHICH	1042 OBSERVED
R(INT) = 0.0000 R(SIGMA) = 0.0155	FRIEDEL OPPOSITES MERGED
NUMBER OF UNIQUE DATA AS A FUNCTION OF RESOLUTION IN A	ANGSTROMS
RESOLUTION INF5.0 3.50 2.50 2.00 1.70 1.50 1.40 1.30 1.20 1.10	
1.00 0.900	
N(OBSERVED)	6. 9. 27. 38. 44. 49. 47. 46. 66. 95. 40. 201. 274.
N(MEASURED)	6. 9. 27. 38. 44. 49. 48. 47. 71. 97. 143. 208. 306.
N(THEORY)	6. 9. 27. 38. 44. 49. 48. 47. 71. 97. 143. 208. 315.
TWO-THETA 0.0 8.2 11.7 16.3 20.5 24.1 27.4 29.4 31.7 34.5 37.7	
41 46.5 52.7	
OBSERVED E GT.1.200 1.300 1.400 1.500 1.600 1.700 1.800 1.900	
2.00 2.100	
NUMBER	314 252 210 173 135 95 77 62 49 35
CENTRIC ACENTRIC OKL HOL HKO REST	
MEAN ABS (E*E-1)	0.968 0.736 0.788 0.917 0.805 0.733
HIGHEST MEMORY FOR DATA REDUCTION =	1401 + 1045 + 5465

Ayrıca, kırınım verilerinin iyi kalitede olup olmadığının bir göstergesi olan  $R(\text{int})$  ve  $R(\text{sigma})$  değerleri incelenerek, kristal verisinin kaliteli olduğu sonucuna ulaşılmıştır. Bu değerler,

$$R(\text{int}) = \frac{\sum |F^2 - (F^2)_{\text{ort}}|}{\sum F^2} \quad (3.42.a)$$

$$R(\text{sigma}) = \frac{\sum \sigma(F^2)}{\sum F^2} \quad (3.42.b)$$

biçiminde ifade edilir.

2 $\theta$  açısının aldığı maksimum ve minimum değerlere karşılık ayırma gücü saptanmış ve ayırma gücünün fonksiyonu olarak, bağımsız veri sayıları çıktıda belirlenmiştir. Çıktının bu bölümü incelenerek ayırma gücünün zayıf olduğu saptanırsa, kırınım verileri yeniden daha büyük bir kristalle, CuK $\alpha$  ışını kullanılarak, daha uzun ölçüm süresinde ve düşük sıcaklıkta toplanır.

Bu çalışmada,  $E > 1.2$  olan yansımalar gözönüne alınmış, E değerleri ve onlara karşılık gelen yansıma sayıları belirlenmiştir. İncelediğimiz I. kristale ait veriler çizelge 3.5' de görülmektedir.

**Çizelge 3.5.** Program Çıktısının III. Kesimi.

SUMMARY OF PARAMETERS FOR (C <sub>2</sub> H <sub>8</sub> ON <sup>+</sup> .C <sub>4</sub> H <sub>5</sub> O <sub>6</sub> <sup>-</sup> .H <sub>2</sub> O)										
ESEL	EMIN	1.200	EMAX	5.000	DELU	0.005	RENORM	0.700	AXIS	0
OMIT	S	4.00	2THETA(MAX)	180.0						
TREF	NP	50.	NE	234	NTAN	-7	TW	0.100	WN	-0.800
SUBS	TYPE	4	NS	-137						
FMAP	CODE	7								
PLAN	NPEAKS	22	DEL1	0.500	DEL2	1.500				
TIME	T	999999.								
137 SUBSET REFLECTIONS AND 873. UNIQUE TPR FOR FILTER										
234 LARGE E-VALUES REFINED USING 3999. UNIQUE TPR										
314 REFLECTIONS AND 7015. UNIQUE TPR FOR R(ALPHA)										
892 NEGATIVE QUARTETS FOUND, 892 USED										
HIGHEST MEMORY USED TO DERIVE PHASE RELATIONS = 20280										

$E_{min}$  değeri, büyük E değerlerinin listelenmesi için program tarafından hafızada saklanır.  $E_{max}$ ,  $\delta U$ , renorm ve axis ise E değerlerinin normalizasyonunu kontrol eden parametrelerdir. omit komutu, "gözlenmeyen yansımalar" olarak yansımaların işaretlenmesinde bir sınır oluşturur. Omit girişi verilmezse,  $F < 4\sigma$  (F) şartını sağlayan bütün yansımalar (gözlenmeyen yansımalar olarak) işaretlenir. Toplam 234 (NE) yansıma ve 7(NTAN) tanjant artıtımı daha kullanılarak, 50 (NP) adet en iyi faz seti artılmıştır. 137 (NS) alt yansıma dışında

kalan yansımalar için 0.100 (TW), diğerleri için 1 değeri başlangıç ağırlığı olarak alınmıştır. -0.800 (WN) değeri ise program kapsamındaki **CFOM** bağıntısında kullanılan bir değerdir.

$$\text{CFOM} = R_{\alpha} + [0 \text{ ya da } (\text{NQUAL-WN})]^2 \quad (3.43)$$

Eşitlik 3.43' de 0 ya da (NQUAL- WN) değerlerinden hangisi daha büyükse, o kullanılır. NQUAL değerleri denk. 3.41.' de olduğu gibi hesaplanır. 137 adet yansımanın oluşturduğu alt yansıma kümesinde bulunan yansıma fazlarının permütasyonları saptanarak bunların %10'u en iyi çözüm olarak belirlenir. Bu çözümü belirlemek için  $R_{\alpha}$  ve **NQUEST FOM'** larını içeren bir '*filtre*' kullanılır. NQUEST FOM denk.3.43. ile verilir.

$$\text{NQUEST} = \frac{\sum_h |E_h E_k E_l E_m| \cos(\phi_h + \phi_k + \phi_l + \phi_m)}{\sum_h |E_h + E_k + E_l + E_m|} \quad (3.44)$$

Doğru çözüm, **NQUEST'** in -1 olduğu duruma karşılık gelir. Programda kullanılan filtre,

$$\text{Filtre} = R_{\alpha} + [0 \text{ ya da } (0.25 + \text{NQUEST})]^2 \quad (3.45)$$

bağıntısı ile hesaplanır. Bu bağıntıda, 0 ile (0.25 + NQUEST) terimlerinden hangisi büyükse, köşeli parantez içinde sadece o terimin varlığı kabul edilir. İncelediğimiz kristal için, yapı çözümünde, 137 alt yansıma ve 873 triplet faz bağıntısı kullanılarak filtre değerleri hesaplanmıştır. 3999 triplet faz bağıntısı yardımı ile 234 büyük E değerleri artırılmıştır. Eşitlik 3.45' de kullanılan  $R_{\alpha}$ , ise 314 yansıma ve 7015 triplet faz bağıntısı ile hesaplanmıştır. Ayrıca 892 negatif kuartet bulunarak, hepsi yapı çözümünde kullanılmıştır. 14 adet yapı yarı değişmezi ile bunlara uygulanan faz permütasyonları sonucu elde edilen 23 adet faz seti, çizelge 3.6' da sunulmuştur. Bu çizelge de **TRY**, yansıma kodunu göstermektedir. Sonuçta belirlenen 23 faz setinden en iyi olanı, **CFOM** 'un en küçük değerine karşılık gelen 353245 kodlu settir. En iyi çözümü veren set, hesaplanan **CFOM** değerinin yanına bir yıldız işareti konularak belirlenmiştir (bkz. çizelge 3.6).

Sonuçların daha iyi izlenebilmesi için CFOM değerleri belli bölgelere ayrılarak, bu bölgelere düşen faz setlerinin frekansları program tarafından belirlenir. Bu sonuç ise çizelge 3.7' de görülmektedir.

**Çizelge 3.6. İncelenen I. Kristal İçin Program Çıktısının IV. Kesimi.**

100/50 PARALLEL REFINEMENTS, HIGHEST MEMORY = 34803										
STRUCTURE SOLUTION FOR ak										
ONE-PHASE SEMINVARIANTS					TRY	FILTER	RALPHA	NQUAL	M(ABS)	CFOM
					SEMINVARIANTS					
H	K	L	E							
				889169.	0.066	0.090	-0.619	0.820	0.123	-----+-----
2	0	0	1.79	1704301.	0.048	0.039	-0.880	0.874	0.039	-----+-----
2	0	2	1.623	846109.	0.085	0.139	-0.279	0.751	0.411	+-----+-----
				796837.	0.084	0.080	0.141	0.933	0.967	+-----+-----
-4	0	2	1.650	837089.	0.071	0.078	0.100	0.926	0.888	+-----+-----
4	0	6	1.91	335145.	0.109	0.102	-0.058	0.822	0.652	+-----+-----
-4	0	8	1.673	340469.	0.054	0.039	-0.877	0.873	0.039	-----+-----
				736117.	0.084	0.114	-0.486	0.792	0.213	-----+-----
4	0	4	1.57	1214929.	0.080	0.076	0.107	0.925	0.899	+-----+-----
6	0	4	1.59	1869689.	0.057	0.116	-0.329	0.811	0.337	+-----+-----
8	0	0	1.72	1331289.	0.046	0.039	-0.878	0.874	0.039	-----+-----
6	0	6	1.55	1932061.	0.057	0.040	-0.878	0.874	0.040	-----+-----
-2	0	8	1.293	418477.	0.021	0.040	-0.877	0.873	0.040	-----+-----
				66289.	0.082	0.075	0.102	0.925	0.889	+-----+-----
-2	0	4	1.305	106916.	0.094	0.117	-0.087	0.828	0.625	+-----+-----
2	0	10	1.617	63222.	0.021	0.040	-0.875	0.875	0.040	-----+-----
-6	0	2	1.286	819217.	0.019	0.040	-0.877	0.872	0.040	-----+-----
-6	0	6	1.284	46741.	0.102	0.114	-0.041	0.833	0.691	-----+-----
				1030465.	0.094	0.115	-0.124	0.818	0.572	+-----+-----
				274277.	0.096	0.122	0.094	0.789	0.921	+-----+-----
				287225.	0.078	0.080	0.157	0.935	0.997	+-----+-----
				1411501.	0.105	0.038	-0.880	0.874	0.038	-----+-----
				353245.	0.105	0.038	-0.878	0.874	0.038*	-----+-----

Çizelge 3.7. İncelenen I. Kristal İçin Program Çıktısının V. Kesimi

CFOM RANGE	FREQUENCY	
0.000 - 0.020	0	
0.020 - 0.040	15	
0.040 - 0.060	2	
0.060 - 0.080	1	
0.080 - 0.100	0	FMAP AND GRID SET BY PROGRAM
0.100 - 0.120	0	
0.120 - 0.140	1	FMAP 7 2 15
0.140 - 0.160	0	GRID -4.167 -2 -2 4.167 2 2
0.160 - 0.180	0	
0.180 - 0.200	0	FOURIER FOR ak P21 Z=2 (x,y,z ;
0.200 - 0.220	2	MAXIMUM= 377.60, MINIMUM = -113.54
		HIGHEST MEMORY USED = 13141
0.220 - 0.240	1	
0.240 - 0.260	1	PEAK LIST OPTIMISATION
0.260 - 0.280	1	RE = 0.198 FOR 14 SURVIVING ATOMS
		AND 314 E-VALUES
0.280 - 0.300	2	HIGHEST MEMORY USED = 1539 + 2826
0.300 - 0.320	2	
0.320 - 0.340	1	FOURIER FOR ak P21 Z=2 (x,y,z ;
0.340 - 0.360	0	MAXIMUM= 349.10, MINIMUM= -92.57
		HIGHEST MEMORY USED = 13141
0.360 - 0.380	0	
0.380 - 0.400	0	
0.400 - 0.420	1	
0.420 - 0.440	0	
0.440 - 0.460	0	
0.460 - 0.480	1	
0.480 - 0.500	0	
0.500 - 0.520	0	
0.520 - 0.540	0	
0.540 - 0.560	1	
0.560 - 0.580	3	
0.580 - 0.600	0	
0.600 - 9.999	15	
		50. PHASE SETS REFINED-BEST SOLUTION IS CODE 353245. WITH
		CFOM = 0.0381
		TANGENT EXPANDED TO 14 OUT OF 314 E GREATER THAN 1.200
		HIGHEST MEMORY USED = 3112

Program çıktısından da görüldüğü gibi 30 faz setinden 15 tanesi 0.02- 0.04 CFOM değeri aralığındaki değerlere sahiptir. Bunlardan doğru çözümü veren 353245 kodlu set için CFOM değeri, 0.0381 olarak belirlenmiştir.



Daha sonra en iyi çözüm, ileri tanjant açılımı ile genişletilir. Yeni fazların hesaplanmasında, simetri merkezli yapılar için ,

$$\phi = [ \sum ( E1 * E2 ) - wq * t * \sum ( E3 * E4 * E5 ) ] \quad (3.46)$$

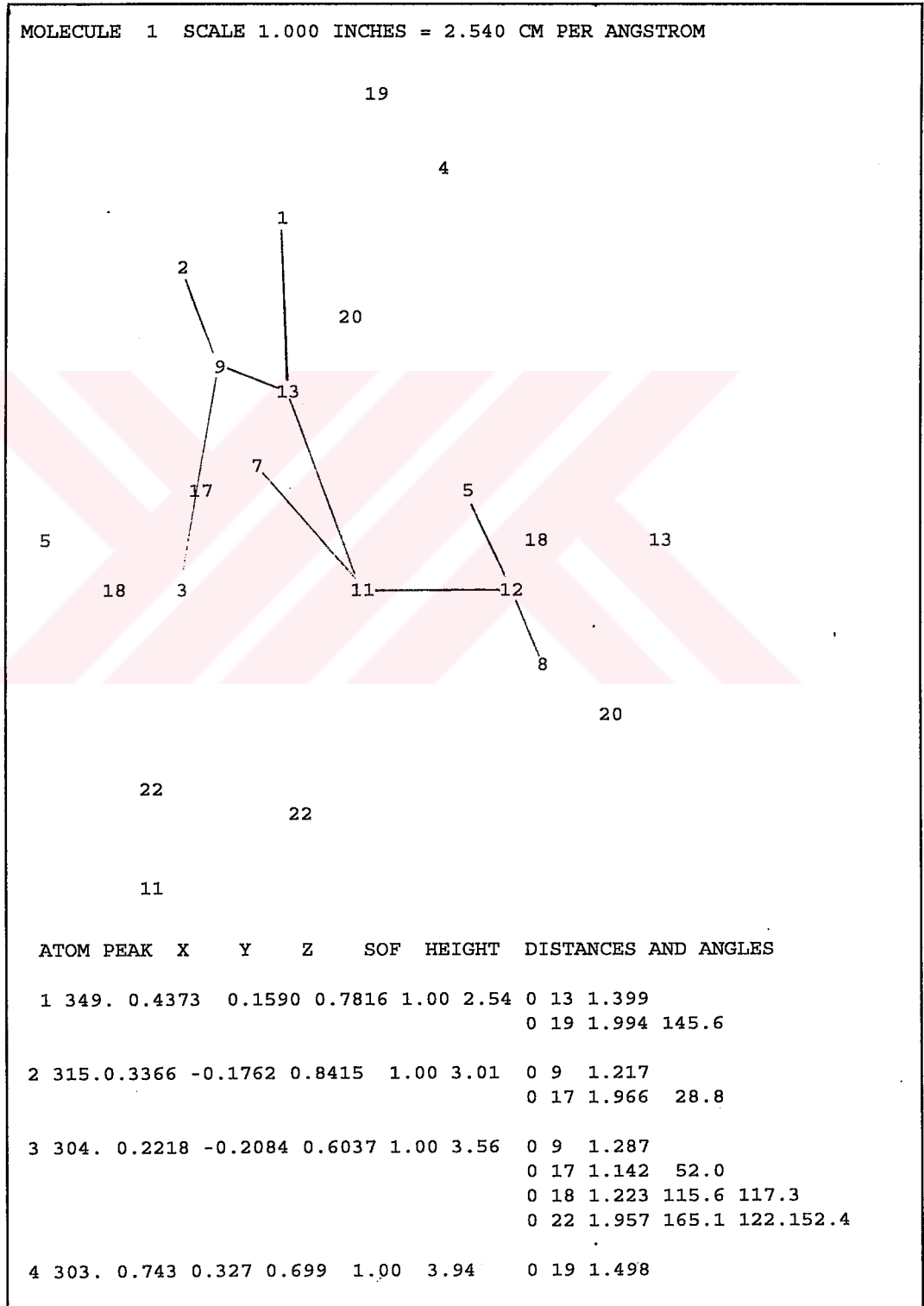
ifadesi kullanılmıştır. Bu bağıntıda bulunan ilk toplam, triplet faz bağıntıları üzerinden alınır. t, yaklaşık değeri  $2/\sqrt{N}$  olan, wq ise kullanılan negatif kuartet sayısına göre 1 ile 4 arasında değerler alabilen sabitlerdir.

Doğru fazlarla elektron yoğunluğu haritası oluşturulur. Bu haritadaki en yüksek pikler atom konumlarına karşılık geleceği için, incelenerek yapı taslağı elde edilir. Çizelge 3.8.' de elektron yoğunluğu haritasında belirlenen piklerin yüksekliği incelendiğinde, ilk 20 pikten sonra pik yüksekliğinde belirgin bir azalma görülmektedir. İlk olarak, gerçek moleküler yapıdaki atomların konumları büyük bir olasılıkla bu 20 pik tarafından belirlenir. daha sonra, atomlar arası anlamlı bağ uzunlukları ve bağ açıları gözden geçirilir. Sonuçta, program çıktısından elde edilen moleküler taslak üzerinde, moleküler yapı çizilerek, çözümün doğruluğunu gösteren  $R_E$  değeri incelenen kristal için 0.198 olarak bulunur.  $R_E$  değeri, denk.3.46' daki bağıntı ve atomlar, nokta atom olarak kabul edildiğinde, hesaplanan değerdir.

$$R_E = \frac{\sum ||E_o| - |E_c||}{\sum |E_o|} \quad (3.47)$$

SHELXS86, Uzay grubu doğru belirlenmişse, yapı fazla büyük değilse ve difraksiyon verileri zayıf yansımaları da içeren kaliteli verilerse, moleküler yapıyı açıklığa kavuşturmada çok etkin bir programdır (Sheldrick, 1990).

Çizelge 3.8. İncelenen I. Kristal İçin Program Çıktısının VI. Kesimi



Çizelge 3.9. (Devam) İncelenen I. Kristal İçin Program Çıktısının VII. Kesimi

5	299.	0.1562	0.4723	0.6683	1.000	0.31	0 12 1.234	4 18 1.297 117.7
7	261.	0.0638	0.1591	0.7512	1.000	0.63	0 11 1.373	
8	251.	0.3013	0.3879	0.4708	1.000	2.31	0 12 1.268	0 20 1.754 139.1
9	247.	0.3015	-0.1218	0.7132	1.000	3.18	0 3 1.287 126.6	0 13 1.548 122.7 110.7 0 17 1.074 118.1 57.0 90.1
11	240.	0.168	0.1716	0.6290	1.000	1.70	0 7 1.373	0 12 1.471 114.6 0 13 1.563 110.3 107.7
6	22	2.036	79.8	102.9	138.9			
12	225.	0.2113	0.3549	0.5848	1.000	1.43	0 5 1.234	0 8 1.268 123.1 0 11 1.471 115.0 121.9
13	196.	0.3454	0.0700	0.6624	1.000	2.91	0 1 1.399	0 9 1.548 109.5 0 11 1.563 107.5 108.1 0 17 1.886 127.0 34.77 4.0 5 20 2.012 72.3 106.6 142.8 137.1
17	78.	0.1655	-0.1008	0.6790	1.000	2.51	0 2 1.966	0 3 1.142 88.0 0 9 1.074 33.1 71.0 0 13 1.886 78.3 98.1 55.2 0 18 2.020 79.4 32.6 80.4 125.8
18	73.	0.1852	-0.3632	0.6318	1.000	3.83	0 3 1.223	0 17 2.020 30.2 0 22 1.551 88.9 99.4 1 5 1.297 175.9 149.5 95.0
19	71.	0.6543	0.2952	0.8442	1.000	2.93	0 1 1.994	0 4 1.498 104.4
20	70.	0.3979	0.5709	0.3833	1.000	2.53	0 8 1.754	3 13 2.012 121.2
22	68.	0.0706	-0.369	0.4808	1.000	3.90	0 3 1.957	0 18 1.551 38.7 2 11 2.036 130.6 148.1

Çizelge 3.10 (Devam) İncelenen I. Kristal İçin Program Çıktısının VIII. Kesimi

MOLECULE 2      SCALE 1.000 INCHES = 2.540 CM PER ANGSTROM

ATOM	PEAK	X	Y	Z	SOF	HEIGHT	DISTANCES AND ANGLES		
6	268.	0.3637	0.4519	0.9767	1.000	0.00	0 15	1.502	
							0 16	2.032	30.9
							0 21	1.157	92.6 108.4
10	240.	0.3088	0.1713	1.2147	1.000	0.47	0 14	1.463	
14	176.	0.1648	0.2367	1.1128	1.000	1.40	0 10	1.463	
							0 15	1.516	110.1
							0 16	2.009	87.9 31.6
15	167.	0.2014	0.4265	1.0645	1.000	1.33	0 6	1.502	
							0 14	1.516	115.5
							0 16	1.071	103.0 100.4
							0 21	1.937	36.6 133.2 119.6
16	90.	0.2374	0.4855	1.1726	1.000	1.40	0 6	2.032	
							0 14	2.009	78.4
							0 15	1.071	46.0 47.9
21	9.	0.2875	0.5296	0.8807	1.000	0.47	0 6	1.157	
							0 15	1.937	50.8

Bir kristal yapı analizi çalışmasında, ilk aşama direkt metotlar yardımı ile moleküler yapıdaki atomların tamamının olmasa bile çoğunun konumları yaklaşık olarak belirlenerek örnek yapı oluşturulur. Daha sonra yapı çözümünde arıtım aşamasına geçilir. Arıtım işleminde, hidrojen dışında, yapıda konumları belirlenmeyen atomlar varsa, öncelikle bu atomlar belirlenmeye çalışılır. Arıtıma devam edilir. Arıtım işleminde en yaygın kullanılan “*en küçük kareler yöntemi*” den başka, Fourier sentezleri de bu amaçla kullanılmaktadır.

İncelediğimiz II. kristal, Exo-endo-exo-exo-2,3,5,6-tetrabromnorboman kristalidir. Bu kristal Triklirik  $P\bar{1}$  (No:2) uzay grubuna sahiptir. Kristalde Brom ağır atomu bulunduğundan, kristal yapı SHELXS86 programı yardımı ile Patterson ağır atom yöntemi kullanılarak, hidrojen atomları dışındaki, 11 atomun konumları belirlenerek deneme yapısı elde edildi.

Üçüncü kristal {7-asetil-5-benzoil-6-fenil-8-metil-4,7-dihidropirazolo [1,5,c] -1H-pirimidin-2-on} olup, kristal Triklirik  $P\bar{1}$ (No:2) uzay grubuna sahiptir. Bu kristalde de Azot ve oksijen gibi ağır atom olmasına rağmen, kristal yapı SHELXS86 programı kullanılarak, hidrojen atomları dışındaki, 28 atomun konumları belirlenerek deneme yapısı elde edildi.

## BÖLÜM.4. ARITIM

### 4.1. Arıtım Yöntemleri

Bir kristal yapı analizi çalışmasında, ilk aşamada, moleküler yapıdaki atomların tamamının olmasa bile çoğunun konumları yaklaşık olarak belirlenerek örnek yapı oluşturulur. Elde edilen örnek yapı ile gerçek yapının birbiri ile uyuşumu, çalışmanın doğruluğunu gösterir. Bu durumda, örnek yapı için hesaplanan yapı faktörü genlikleri ile gerçek yapıya karşılık gözlenen yapı faktörü genliklerinin, mümkün olan en iyi uyuşumu göstermesi gerekir. Bu durumun sağlanabilmesi için atomik parametrelerin sistematik bir şekilde değiştirilerek, gerçek değerlerine ulaştırılmaları yoluna gidilir. Yapı çözümünde, bu aşama 'arıtım' aşaması olarak bilinir. Faz belirlemede olduğu gibi, arıtım işleminde de pek çok farklı yöntem kullanılabilir. En yaygın kullanıma sahip olan 'en küçük kareler yöntemi' nden başka, Fourier sentezleri de bu amaçla kullanılmaktadır.

Arıtım işleminde, hidrojen dışında, yapıda konumları belirlenemeyen atomlar varsa, öncelikle bu atomlar belirlenmeye çalışılır. Bu atomların konumları belirlendikten sonra yapı arıtılır. Daha sonra hidrojen atomlarının konumları belirlenerek tekrar arıtım işlemi uygulanır. Yapı çözümünde belirlenemeyen, hidrojen gibi hafif atomların konumlarını belirlemede,  $\Delta F$ , 'Fark Fourier' sentezi oldukça etkin bir yöntemdir. Bu yöntemde, gerçek yapı ile örnek yapıya ait elektron yoğunluğu haritaları arasındaki fark incelenir. Bu incelemenin yapılabilmesi için fark Fourier haritası oluşturulur. Eğer örnek yapı, gerçek yapı ile tamamen uyuşum içinde ise  $\Delta F$  haritasında hiç bir pik gözlenmeyecektir. Ancak, bazı pikler bulunursa, yapıda bu piklere karşılık, belirlenmemiş atomların varlığından şüphe edilir. Bu pikler incelenerek, yapıda olması mümkün olan atom konumları belirlenebilir. Ayrıca bu yöntemle yaklaşık konumları belirlenen atomlar için arıtım işlemi de yapılabilir. Bunun için öncelikle,  $\Delta F = F_o - F_c$  değerleri hesaplanır. Bu değerler yardımı ile fark Fourier haritasını oluşturmak üzere denk.4.1' den yararlanılır.



$$\rho_o - \rho_c = \frac{1}{V} \sum_h \sum_k \sum_\ell \Delta F_{hkl} e^{-2\pi i(hx+ky+\ell z)} \quad (4.1)$$

Burada  $\rho_o$ , gözlenen;  $\rho_c$ , hesaplanan elektron yoğunluklarına karşılık gelmektedir. Eğer bir atomun yaklaşık konumu,  $x, y, z$ , olarak belirlenmişse, bu konum doğru konum yakınlarında bir yerde olacaktır. Bu durumda,  $\Delta F$  haritasında negatif bölgede bulunan yanlış konum, doğru konuma karşılık gelen pozitif bölgeye doğru kayacaktır. Atomu bu doğru konuma hareket ettirme miktarı,

$$x = -\frac{\partial \Delta \rho / \partial x}{\partial^2 \rho / \partial x^2}; \quad y = -\frac{\partial \Delta \rho / \partial y}{\partial^2 \rho / \partial y^2}; \quad z = -\frac{\partial \Delta \rho / \partial z}{\partial^2 \rho / \partial z^2} \quad (4.2)$$

olarak verilmektedir. 'En küçük kareler' yönteminde ise, örnek yapının  $F_c$  değerleri ile gerçek yapının  $F_o$  değerleri arasındaki farkı belirleyen bir fonksiyon tanımlanır. Bu fonksiyonun değerini minimum yapan, doğru parametre değerleri araştırılır. X-ışını kırınımında, yapı faktörünün fonksiyonel formu fazla karmaşık olduğundan, Taylor serileri yardımı ile bu yöntemde,

$$D = \sum_{hkl} W_{hkl} (|F_o| - |kF_c|)^2 \quad (4.3)$$

bağıntısı kullanılır. Bu eşitlikteki toplam, bütün gözlenen yansımalar üzerinden alınır.  $W$ ,  $F_o(hkl)$  için ağırlık faktörüne;  $k$  ise skala faktörüne karşılık gelmektedir. Bu durumda, denk.4.3' ü minimum yapan, parametre değerlerinin belirlenebilmesi için, bu ifadenin değişken parametrelere göre türevinin alınıp, sıfıra eşitlenmesi gerekir. Bu işlem yapıldığında, aşağıdaki denklemler elde edilir.

$$\begin{aligned} a_{11} X_1 + a_{12} X_2 + \dots + a_{1n} X_n &= V_1 \\ a_{21} X_1 + a_{22} X_2 + \dots + a_{2n} X_n &= V_2 \\ &\cdot \quad \cdot \quad \cdot \\ &\cdot \quad \cdot \quad \cdot \\ a_{n1} X_1 + a_{n2} X_2 + \dots + a_{nn} X_n &= V_n \end{aligned} \quad (4.4)$$

Burada;

$$a_{ij} = \sum_{r=1}^m W_r \frac{\partial |kF_{c,r}|}{\partial P_i} \frac{\partial |kF_{c,r}|}{\partial P_j} \quad (4.5.a)$$

$$X_j = \Delta P_j \quad (4.5.b)$$

$$V_i = \sum_{r=1}^m W_r (\Delta F_r) \frac{\partial |kF_{c,r}|}{\partial P_i} \quad (4.5.c)$$

olarak ifade edilir.  $m$  indisi ölçüm sayısını,  $n$  indisi ise parametre sayısını belirtmektedir.  $P$  ile tanımlanan skala, sıcaklık ve konum parametreleridir. Denk.4.4' deki ifadelerin daha kolay ve hızlı çözülebilmeleri için matris gösterimi kullanılmaktadır. Bu denklemler matris formunda,

$$\begin{vmatrix} a_{11} & a_{12} \dots a_{1n} \\ a_{21} & a_{22} \dots a_{2n} \\ \cdot & \cdot \\ \cdot & \cdot \\ a_{n1} & a_{n2} \dots a_{nn} \end{vmatrix} \cdot \begin{vmatrix} x_1 \\ x_2 \\ \cdot \\ \cdot \\ x_n \end{vmatrix} = \begin{vmatrix} V_1 \\ V_2 \\ \cdot \\ \cdot \\ V_n \end{vmatrix} \quad (4.6)$$

şeklinde yazılabilir.  $a_{ij}$  elemanlarından oluşan matris simetrik ( $a_{ij} = a_{ji}$ ) ve kare matrisdir. Matris gösterimi ile,

$$Ax = V \quad (4.7)$$

elde edilir. Bulunması istenen değerler  $x$  değerleri, dolayısı ile  $P$  değerleri olduğu için,

$$\begin{aligned} A^{-1}Ax &= A^{-1}V \\ x &= A^{-1}V \end{aligned} \quad (4.8)$$

işlemi bizi sonuca götürür.  $A^{-1}$  matrisi,  $A$  matrisinin özelliklerine sahip olup, elemanları genelde  $b_{ij}$  sembolü ile gösterilir. Bilgisayar programlarında, bu yöntem kullanıldığında, matris hesabı hem uzun zaman alır hem de bilgisayar belleğinde fazla yer tutar. Bu sorunların önüne geçebilmek için,  $A^{-1}$  matrisinin köşegen terimlerin dışında kalan eleman değerleri, köşegen terimlere göre ihmal edilebildiğinde '*köşegen en küçük kareler matrisi*' yaklaşımı yapılır.

Bunun dışında bir başka yaklaşım yöntemi olarak, 'blok köşegen en küçük kareler matrisi' de kullanılmaktadır. Bu yöntemde, aynı atoma ait skala, sıcaklık ve konum parametrelerini kapsayan köşegen bloklar hesaplama işlemine katılır. Matris bloklar, dışında kalan elemanların değeri sıfır alınır. Sonucun güvenilirliğini artırmak için bir den fazla arıtım döngüsüne ihtiyaç duyulur. Her arıtım döngüsünde, sonucun doğruluğunun bir ölçüsü olan **R** residü değerleri hesaplanır. X-ışınları kırınımında, yapı arıtımı sonucunda belirlenen residü değerleri;

$$R = \frac{\sum_i ||F_o| - |F_c||}{\sum_i |F_c|} \quad (4.9)$$

$$R_w = \frac{\sum_i (W_{hkl})^{1/2} (|F_o| - |F_c|)}{\sum_i (W_{hkl})^{1/2} |F_o|} \quad (4.10)$$

şekinde tanımlanır. Denk.4.10.'daki  $R_w$  değeri, ağırlıklı residü değeri olarak bilinir.

## 4.2. Kristal yapılarının Arıtımı

### 4.2.1. Hidroksietilamonyum L-tartarat monohidrat

$C_2H_8N^+.C_4H_5O_6^-.H_2O$  kristalinin deneme yapısının arıtılması işlemine başlamadan önce güvenilirlik indisi değeri hesaplandı,  $R_F=0.198$ . Bu değer in simetri merkezli olmayan kristallerde arıtım işlemine başlanması için yeterli olduğu sonucuna varıldı (Wilson, 1950).

Direkt yöntemlerle elde edilen molekül modeli kullanılarak izotropik arıtım işlemine başlandı. Fark Fourier sentezi ile sekiz hidrojen atomunun yerleri belirlendi. Bu hidrojen atomları da dikkate alınarak yapılan arıtım sonucunda,  $R_1=0.0653$  değerine inildi. Hidrojen dışındaki atomlar için anizotropik sıcaklık parametreleri dikkate alınarak yapılan arıtım sonucunda, fark Fourier haritasından geriye kalan hidrojen atomlarından iki tanesi daha tesbit edildi. Arıtım işlemi sonucunda en iyi  $R_1=0.0648$  değeri elde edildi. H2, H5A, H5B, H6A, H6B, hidrojen atomları için belirgin pikler elde edilemedi. Bu atomlar

geometrik olarak yerleştirilerek arıtıma devam edildiğinde  $(\Delta/\sigma)_{\text{maks}}=0.000$ ,  $(\Delta/\sigma)_{\text{ort}}=0.000$  iken  $R_1=0.0634$  değerine ulaşıldı.

#### 4.2.2. Exo-endo-exo-exo-2,3,5,6-tetrabromnorboman

Patterson yöntemi ile bulunan Br ve diğer hidrojen harici atomların konumları kullanılarak fark Fourier analizi ile izotropik arıtım işlemine geçildi. Sonuçta 8 hidrojen atomunun yeri belirlendi. Bu hidrojen atomları da dikkate alınmadığında yapılan anizotropik arıtım sonucunda  $R_1=0.0495$  değerine ulaşıldı. Hidrojen atomları da işleme katıldığında  $R_1=0.0476$  değeri elde edildi.

#### 4.2.3. 7-asetil-5-benzoil-6-fenil-8-metil-4,7-dihidropirazolo[1,5,c]-1H-pirimidin-2-on,

$(C_{22}H_{19}O_3N_3)$  bileşiğinin kristaline ait deneme yapısı direkt yöntemle tayin edildi. Fark Fourier yöntemi ile izotropik arıtım işlemine başlandı. Bunun sonucunda 7 hidrojen atomunun yeri belirlendi. Bu hidrojen atomları da dikkate alınarak yapılan izotropik arıtım sonucunda,  $wR=0.1423$  değerine ulaşıldı. Arıtıma devam edildi. Daha sonra fark Fourier haritasından H21, H22, H23, H24, H25, H32, H33, H34, H35 ve H36 hidrojen atomlarının yerleri de belirlendi. Bu hidrojen atomlarında dikkate alınarak yapılan izotropik arıtım aşamasında,  $wR=0.1335$  değerine ulaşıldı. H4 ve H9 hidrojen atomları için belirgin pikler elde edilemedi. Bu atomlar geometrik olarak yerleştirilerek, anizotropik arıtıma devam edildi. Sonuçta  $wR=0.1160$  değeri elde edildiğinde  $(\Delta/\sigma)_{\text{maks}}=0.000$ ,  $(\Delta/\sigma)_{\text{ort}}=0.000$  ve  $R_1=0.0989$  değerine ulaşıldı. Yapı çözümü için SHELXS86 (Sheldrick,1986), yapı arıtımı için SHELXL93 (Sheldrick, 1993) programları ve molekül çizimleri için ORTEP II (Johnson, 1976) çizim programı kullanıldı.

#### 4.3.Kristallere Ait Deneysel Sonuçlar

Difraktometrenin çalışma şartları ve arıtım işlemi sonucunda kristaller için elde edilen değerler Çizelge 4.1., 4.2 ve 4.3' de gösterilmiştir.

**Çizelge 4.1**  $C_2H_8N^+.C_4H_5O_6^-.H_2O$  Kristaline Ait Deneysel Sonuçlar.

Kristal Verileri	Verilerin Toplanması	Aritim İşlemi
$C_2H_8N^+.C_4H_5O_6^-.H_2O$	Enraf-Nonius CAD-Difraktometresi	$F^2$ 'ye göre arıtım yapıldı $R_E = 0.198$
$M_r = 229.19$	$\omega/2\theta$	$R_1(F) = 0.0634$
Monoklinik $P2_1$ (No:4)	Soğurma düzeltmesi Ampirik ( $\psi$ - scan )	$wR_2(F^2) = 0.1254$
$a = 7.6031(6)\text{Å}$	$T_{min} = 0.839, T_{max} = 0.999$	GooF=S=1.062
$b = 7.5028(2)\text{Å}$	Ölçülen yansıma: 1093	Aritılan yansıma sayısı: 1063
$c = 8.7984(6)\text{Å}$	Bağımsız yansıma: 1068	Aritılan parametre sayısı: 164
$V = 501.23(5)\text{Å}^3$ $\beta = 92.962(6)^\circ$	Gözlenen yansıma : 1017	$\omega = 1/[ \sigma^2(Fo^2) + (0.000P)^2 + 1.6318P ]$
$Z = 2$	$[ I > 2\sigma(I) ]$	Burada, $P = \{Fo^2 + 2Fc^2\} / 3$
$D_x = 1.519\text{ gcm}^{-3}$	$R_{int} = 0.000$	$(\Delta\rho)_{max} = 0.359\text{ eÅ}^{-3}$
$D_m = 1.45\text{ gcm}^{-3}$	$\theta_{max} = 26.28^\circ$	$(\Delta\rho)_{min} = -0.357\text{ eÅ}^{-3}$
$\lambda(\text{MoK}\alpha) = 0.71073\text{ Å}$	$h = 0 \rightarrow 9$	$(\Delta/\sigma)_{max} = 0.086$
Birim hücre parametreleri	$k = -9 \rightarrow 0$	
25 yansımadan hesaplandı.	$l = -10 \rightarrow 10$	
$\mu = 0.14\text{ mm}^{-1}$	3 Standart yansıma	
$T = 293(2)\text{ °K}$	Her 120 dakikada bir ölçüldü	
$0.60 \times 0.40 \times 0.28\text{ mm}$	Şiddetdeki değişim % -1.8	
Sarımtarak		

Çizelge 4.2 C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>Br<sub>4</sub> Kristaline Ait Deneysel Sonuçlar.

Kristal Verileri	Verilerin Toplanması	Aritım İşlemi
C <sub>7</sub> H <sub>8</sub> Br <sub>4</sub>	Enraf-Nonius CAD-Difraktometresi	F <sup>2</sup> 'ye göre arıtım yapıldı R <sub>E</sub> =0.197
M <sub>r</sub> = 411.77	ω/2θ	R <sub>1</sub> (F)=0.0476
Triklinik P-1 (No:2)	Soğurma düzeltmesi Ampirik ( ψ- scan )	wR <sub>2</sub> (F <sup>2</sup> ) = 0.0910
a = 6.280(2)Å	T <sub>min</sub> = 43.07, T <sub>max</sub> = 99.82	GooF=S=1.310
b= 6.646(3)Å	Ölçülen yansıma: 2141	Aritılan yansıma sayısı:2041
c= 12.385(6)Å	Bağımsız yansıma: 2041	Aritılan parametre sayısı:125
V= 503.65(4) Å <sup>3</sup>	Gözlenen yansıma : 1542	$\omega = 1/[\sigma^2(Fo^2)+(0.0100P)^2+4.17P]$
Z = 2	[ I > 2σ(I) ]	Burada, P={Fo <sup>2</sup> +2Fc <sup>2</sup> } / 3
α=96.58(4)°	R <sub>int</sub> = 0.000	(Δρ) <sub>max</sub> = 0.807 eÅ <sup>-3</sup>
β=90.50(3)°	θ <sub>max</sub> = 26.29°	(Δρ) <sub>min</sub> = -0.612 eÅ <sup>-3</sup>
γ=101.10(2)°	h=0→7	(Δ/σ) <sub>max</sub> =0.144
D <sub>x</sub> =2.715 gcm <sup>-3</sup>	k=-8→8	
λ(MoKα)= 0.71073 Å	l=-15→15	
Birim hücre parametreleri	3 Standart yansıma	
25 yansımadan hesaplandı	Her 120 dakikada bir ölçüldü	
μ =15.92 mm <sup>-1</sup>	Şiddetdeki değişim % -0.859	
T = 293(2) °K		
0.40×0.30×0.18mm		
Saydam		



Çizelge 4.3 C<sub>22</sub>H<sub>19</sub>O<sub>3</sub>N<sub>3</sub> Kristaline Ait Deneysel Sonuçlar.

Kristal Verileri	Verilerin Toplanması	Aritim İşlemi
C <sub>22</sub> H <sub>19</sub> O <sub>3</sub> N <sub>3</sub>	Enraf-Nonius CAD-4	F <sup>2</sup> 'ye göre aritim yapıldı
	Difraktometresi	R <sub>E</sub> = 0.196
M <sub>r</sub> = 746.80	ω/2θ	R <sub>1</sub> (F) = 0.0989
Triklinik	Soğurma düzeltmesi	wR <sub>2</sub> (F <sup>2</sup> ) = 0.1160
P $\bar{1}$ (No:2)	Ampirik (ψ- scan)	
a=8.310(2)Å	Ölçülen yansıma: 3442	Goof=S=1.555
b= 9.890(3)Å	Bağımsız yansıma: 1868	Aritılan yansıma sayısı:3392
c=12.007(6)Å	Gözlenen yansıma : 1564	Aritılan parametre sayısı:305
V= 934.49(5) Å <sup>3</sup>	[ I > 2σ(I) ]	ω = 1/[ σ <sup>2</sup> (Fo <sup>2</sup> ) ]
Z = 2	R <sub>int</sub> = 0.0408	(Δρ) <sub>max</sub> = 0.223 eÅ <sup>-3</sup>
α=92.17(4) °	θ <sub>max</sub> = 25.49°	(Δρ) <sub>min</sub> = - 0.234 eÅ <sup>-3</sup>
β=97.32(3)°	h= -10→0	(Δ/σ) <sub>max</sub> = 0.052
γ=106.72(2) °	k= -11→11	
D <sub>x</sub> = 1.327gcm <sup>-3</sup>	ℓ= -14 →14	
D <sub>m</sub> = 1.3056 gcm <sup>-3</sup>	3 Standart yansıma	
λ(MoKα)= 0.71073 Å	Her 120 dakikada bir ölçüldü	
Birim hücre parametreleri 25 yansımadan hesaplandı.	Şiddetdeki değişim % -1.312	
μ = 0.090 mm <sup>-1</sup>		
T = 293(2) °K		
0.50×0.40×0.22mm		
Saydam		

#### 4.4. Atomik Konumlar, Isısal ve Geometrik Parametreler

C<sub>2</sub>H<sub>8</sub>N<sup>+</sup>.C<sub>4</sub>H<sub>5</sub>O<sub>6</sub><sup>-</sup>.H<sub>2</sub>O kristaline ait atomların kesirsel koordinatları ve eşdeğer izotropik sıcaklık parametreleri çizelge 4.4' de, kristale ait atomların anizotrop sıcaklık parametreleri çizelge 4.5' de, Ortep çizimi şekil 4.1' de, birim hücre stereo görünüşü şekil 4.2' de, hacim doldurma modeli şekil 4.3' de verilmiştir.

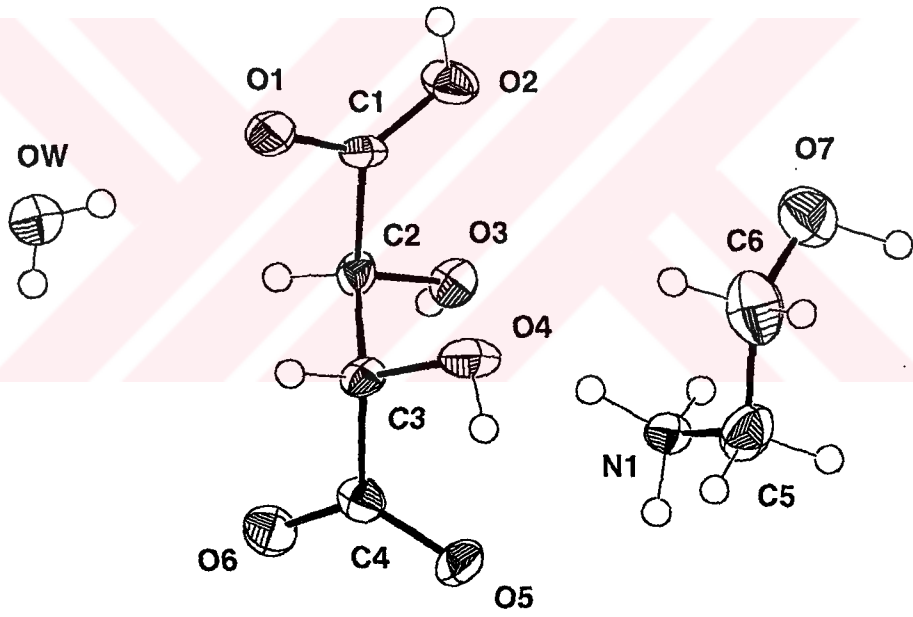
**Çizelge 4.4**  $C_2H_8N^+ \cdot C_4H_5O_6^- \cdot H_2O$  Kristaline Ait Atomların Kesirsel Koordinatları ve Eşdeğer İzotropik Sıcaklık Parametreleri ( $\text{\AA}^2$ ).

$$U_{eş} = \left(\frac{1}{3}\right) \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* \bar{a}_i \bar{a}_j$$

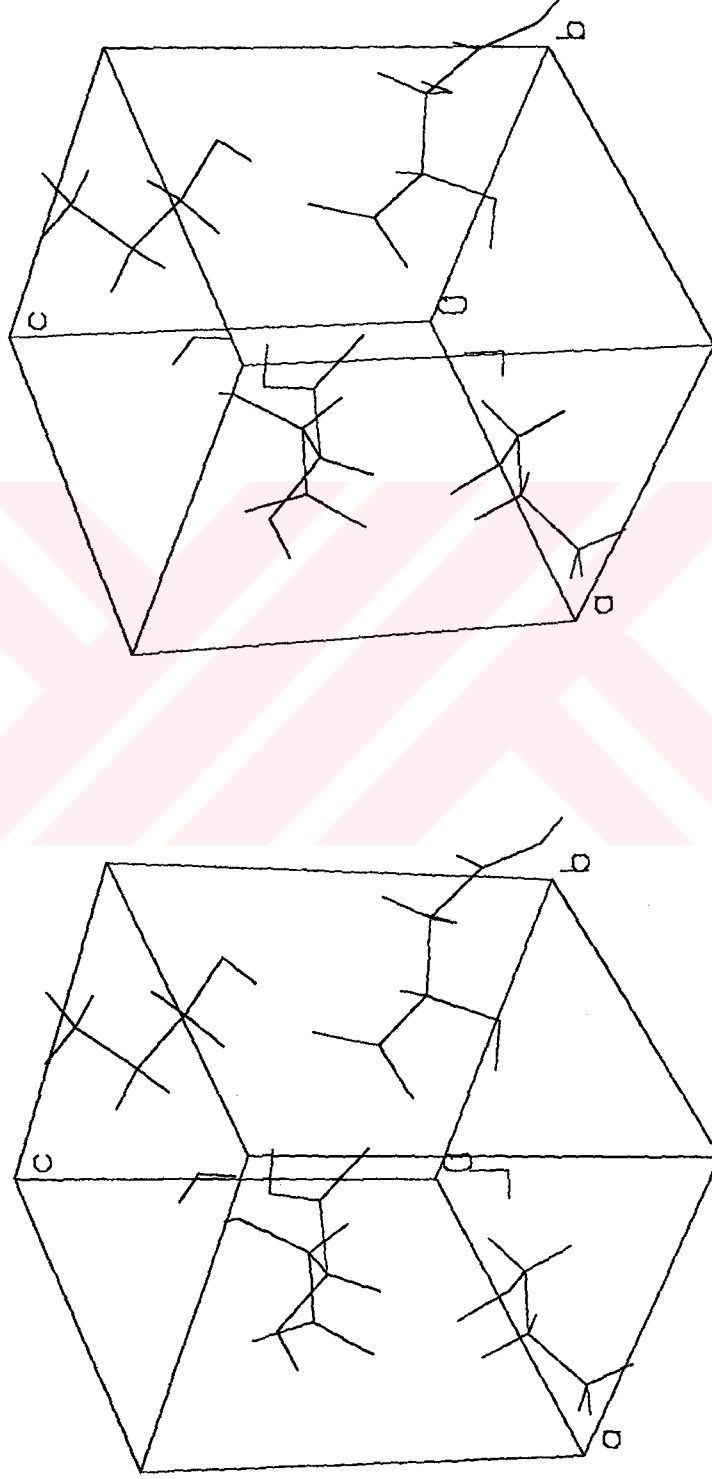
Atom	x	y	z	U <sub>eş</sub>
N1	0.8637(8)	0.1116(8)	-0.0238(6)	0.031(1)
O1	0.7256(7)	0.7723(6)	0.6059(5)	0.035(1)
O2	0.8338(6)	0.7329(7)	0.8426(5)	0.036(1)
O3	0.9435(5)	0.4011(6)	0.7809(5)	0.028(1)
O4	0.5690(6)	0.4049(7)	0.7493(5)	0.036(1)
O5	0.6582(7)	0.0819(6)	0.6694(5)	0.035(1)
O6	0.7966(7)	0.1674(7)	0.4665(5)	0.042(1)
O7	0.8038(7)	0.3856(8)	0.2144(6)	0.052(2)
OW	0.7631(7)	0.7381(8)	0.3011(6)	0.038(1)
C1	0.7993(7)	0.6803(8)	0.7127(7)	0.026(1)
C2	0.8440(8)	0.4909(9)	0.6643(7)	0.025(1)
C3	0.6732(7)	0.3911(8)	0.6237(7)	0.024(1)
C4	0.7132(7)	0.2000(9)	0.5802(6)	0.028(1)
C5	0.7005(9)	0.1299(1)	0.0600(8)	0.042(2)
C6	0.6701(1)	0.3193(1)	0.1113(9)	0.052(2)
HO3	1.0288(2)	0.3482(1)	0.7454(8)	0.050
HO4	0.4879(2)	0.3212(1)	0.7308(8)	0.050
HC2	0.9065(1)	0.4936(1)	0.5772(8)	0.050
HC3	0.6249(1)	0.4466(1)	0.5371(9)	0.050
H2	0.8018(6)	0.8367(7)	0.8504(5)	0.050
H7	0.8099(7)	0.3231(8)	0.2909(6)	0.050
H5A	0.7078(9)	0.0524(1)	0.1483(8)	0.050
H5B	0.6008(9)	0.0916(1)	-0.0052(8)	0.050
H6A	0.6619(1)	0.3960(1)	0.0225(9)	0.050
H6B	0.5582(1)	0.3249(1)	0.1593(9)	0.050
HN1	0.8725(1)	0.0024(1)	-0.0656(9)	0.050
HN2	0.8881(9)	0.2095(1)	-0.1009(9)	0.050
HN3	0.9678(1)	0.1151(1)	0.0411(8)	0.050
HOW1	0.7623(9)	0.7141(1)	0.3907(9)	0.050
HOW2	0.7434(1)	0.6437(1)	0.2611(9)	0.050

**Çizelge 4.5**  $C_2H_8N^+.C_4H_5O_6^-.H_2O$  Kristaline Ait Atomların Anizotropik Sıcaklık Parametreleri ( $\text{\AA}^2$ ).

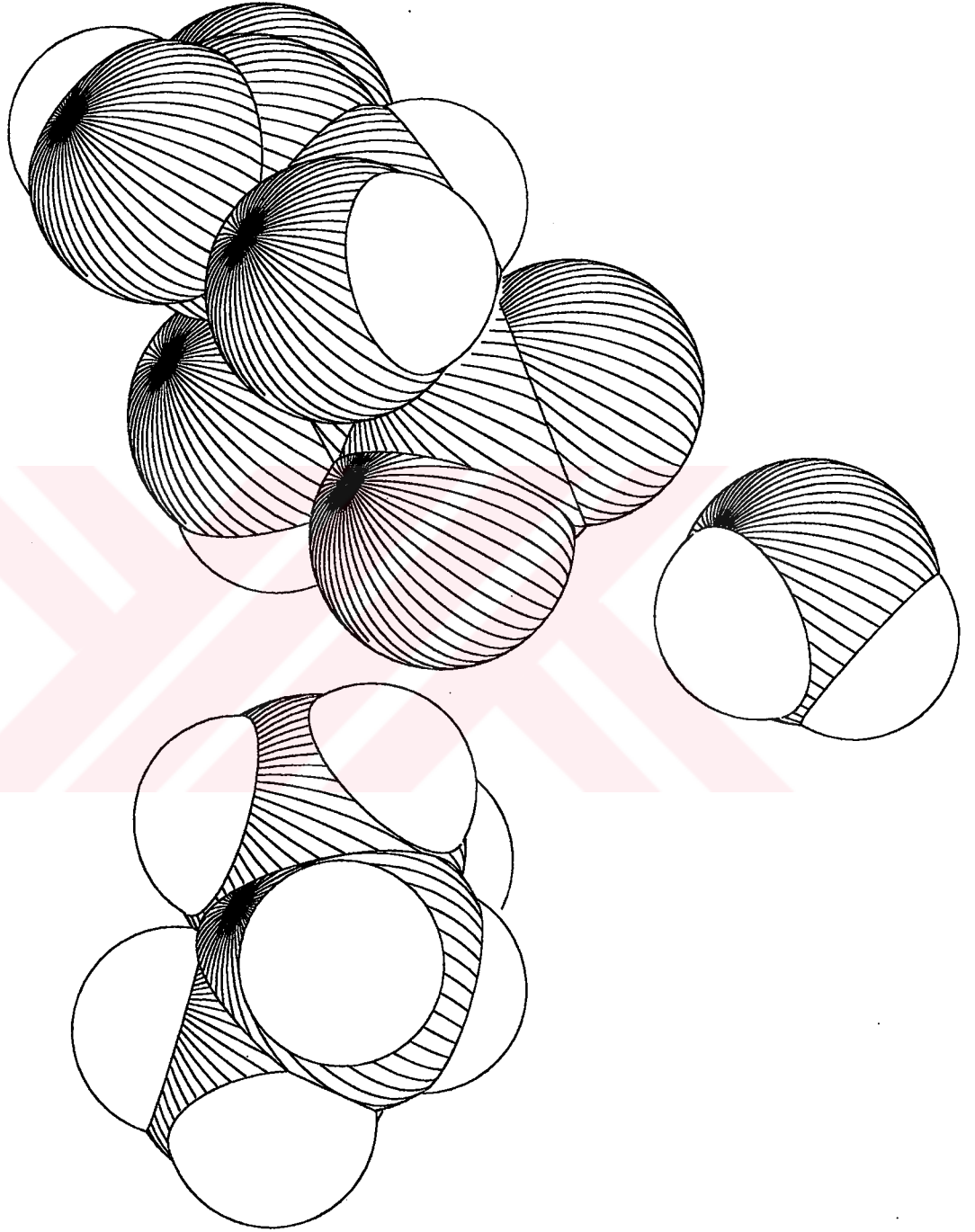
Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
N1	0.042(3)	0.023(3)	0.028(3)	0.001(2)	-0.003(2)	-0.005(2)
O1	0.056(3)	0.020(2)	0.031(2)	0.002(2)	-0.005(2)	0.006(2)
O2	0.045(2)	0.026(2)	0.036(2)	-0.007(2)	-0.008(2)	0.006(2)
O3	0.027(2)	0.027(2)	0.032(2)	0.004(2)	0.001(2)	0.006(2)
O4	0.030(2)	0.031(3)	0.049(3)	-0.015(2)	0.010(2)	-0.007(2)
O5	0.051(3)	0.022(2)	0.034(2)	0.006(2)	0.009(2)	0.002(2)
O6	0.062(3)	0.031(3)	0.036(2)	-0.007(2)	0.014(2)	0.008(2)
O7	0.065(3)	0.047(3)	0.044(3)	-0.004(3)	0.003(2)	0.002(3)
OW	0.041(3)	0.038(3)	0.036(3)	0.003(2)	0.000(2)	-0.003(2)
C1	0.029(3)	0.017(3)	0.031(3)	-0.001(2)	-0.001(2)	-0.003(2)
C2	0.029(3)	0.022(3)	0.025(3)	0.005(2)	0.001(2)	0.008(3)
C3	0.025(3)	0.021(3)	0.028(3)	0.000(3)	0.005(2)	0.006(2)
C4	0.028(3)	0.029(3)	0.027(3)	0.002(3)	-0.004(2)	0.003(3)
C5	0.039(4)	0.041(4)	0.047(4)	0.012(3)	0.002(3)	-0.012(3)
C6	0.046(4)	0.066(6)	0.044(4)	0.005(4)	0.004(3)	0.010(4)



Şekil 4.1  $C_2H_8N^+ \cdot C_4H_5O_6^- \cdot H_2O$  Molekülünün %30 Olasılıklı Isısal Elipsoidlerle Elde Edilen ORTEP Çizimi.



Şekil. 4.2.  $C_2H_8N^+ \cdot C_4H_5O_6^- \cdot H_2O$  molekülünün, birim hücrenin stereo gösterimi.



**Şekil 4.3**  $C_2H_8N^+.C_4H_5O_6^-.H_2O$  Molekülünün, Hacım Doldurma Modeli.



$C_7H_8Br_4$  kristaline ait atomların kesirsel koordinatları ve eşdeğer izotropik sıcaklık parametreleri çizelge 4.6' da, kristale ait atomların anizotropik sıcaklık parametreleri çizelge 4.7' de, Ortep çizimi şekil 4.4' de, birim hücrenin stereo görünüşü şekil 4.5' de, hacim doldurma modeli şekil 4.6' da verilmiştir.

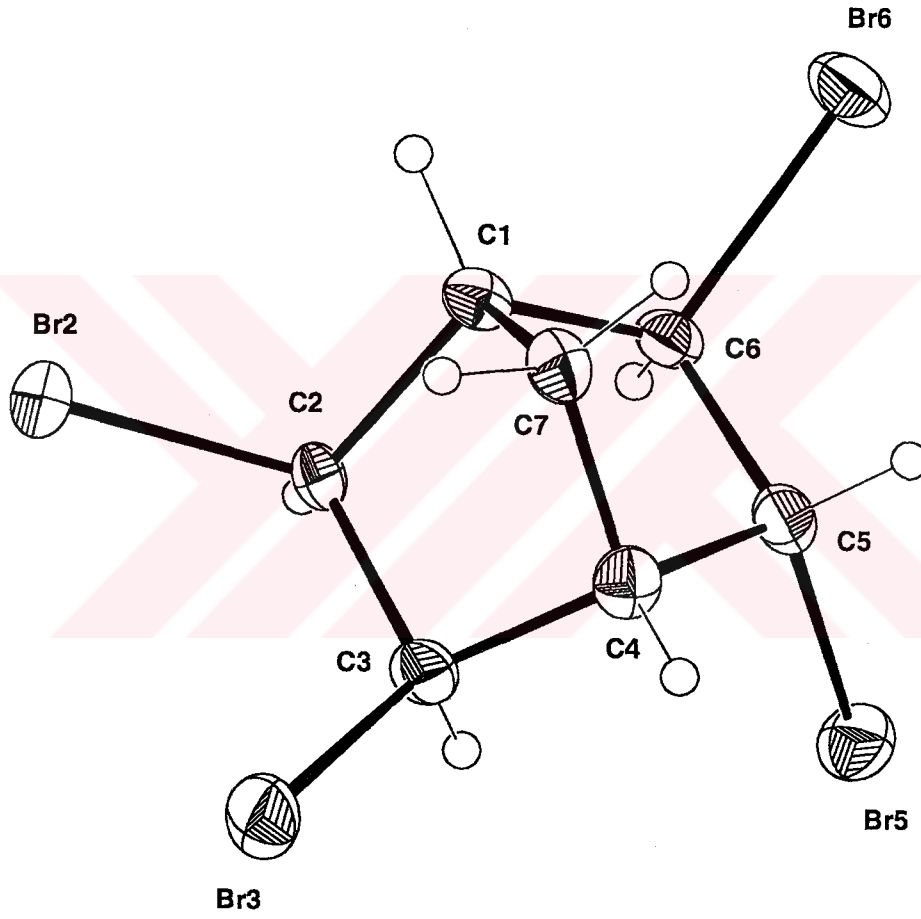
**Çizelge 4.6.**  $C_7H_8Br_4$  Kristaline Ait Atomların Kesirsel Koordinatları ve Eşdeğer İzotropik Sıcaklık Parametreleri ( $\text{\AA}^2$ ).

$$U_{eş} = \left(\frac{1}{3}\right) \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* \bar{a}_i \bar{a}_j$$

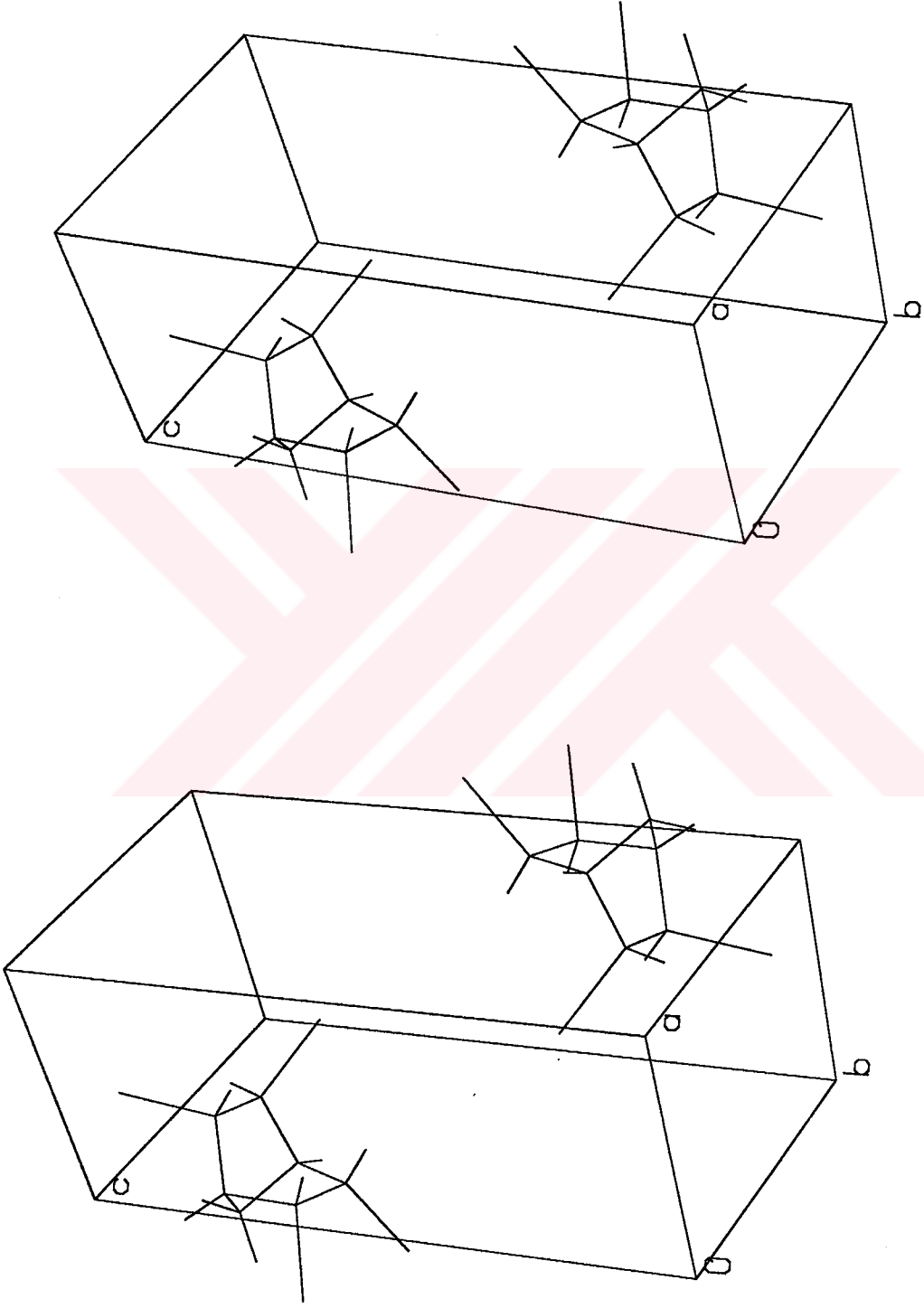
Atom	x	y	z	U <sub>eş</sub>
Br2	0.1779(2)	0.16836(1)	0.39004(8)	0.0421(3).
Br3	0.3362(2)	0.7355(2)	0.43068(9)	0.0520(3)
Br5	-0.3339(2)	-0.6575(2)	0.24172(8)	0.0455(3).
Br6	-0.2852(2)	-0.2391(2)	0.00942(8)	0.0502(3)
C1	-0.0102(1)	-0.0947(1)	0.2009(7)	0.029(2)
C2	-0.0071(1)	-0.0888(1)	0.3262(6)	0.028(2)
C3	0.0696(1)	0.7088(1)	0.3450(7)	0.032(2)
C4	-0.0979(1)	0.6113(1)	0.2285(7)	0.034(2).
C5	-0.1258(1)	-0.4634(1)	0.1686(7)	0.035(2)
C6	-0.2051(1)	-0.2632(1)	0.1595(7)	0.030(2).
C7	0.1826(1)	-0.2000(1)	0.1703(8)	0.036(2)
HC2	-0.1424(1)	-0.0866(1)	0.3550(7)	0.050
HC3	-0.0250(1)	0.6318(1)	0.3684(8)	0.050
HC7A	0.3324(1)	-0.1192(1)	0.2040(7)	0.050
HC7B	0.1803(1)	-0.2296(1)	0.0956(8)	0.050
HC5	-0.1203(1)	-0.5215(1)	0.0964(8)	0.050
HC6	-0.3337(1)	-0.2632(1)	0.2029(7)	0.050
HC4	0.1708(1)	0.5122(1)	0.2330(8)	0.050
HC1	-0.0094(1)	0.0453(1)	0.1754(7)	0.050

**Çizelge 4.7** C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>Br<sub>4</sub> Kristaline Ait Atomların Anizotropik Sıcaklık Parametreleri (Å<sup>2</sup>).

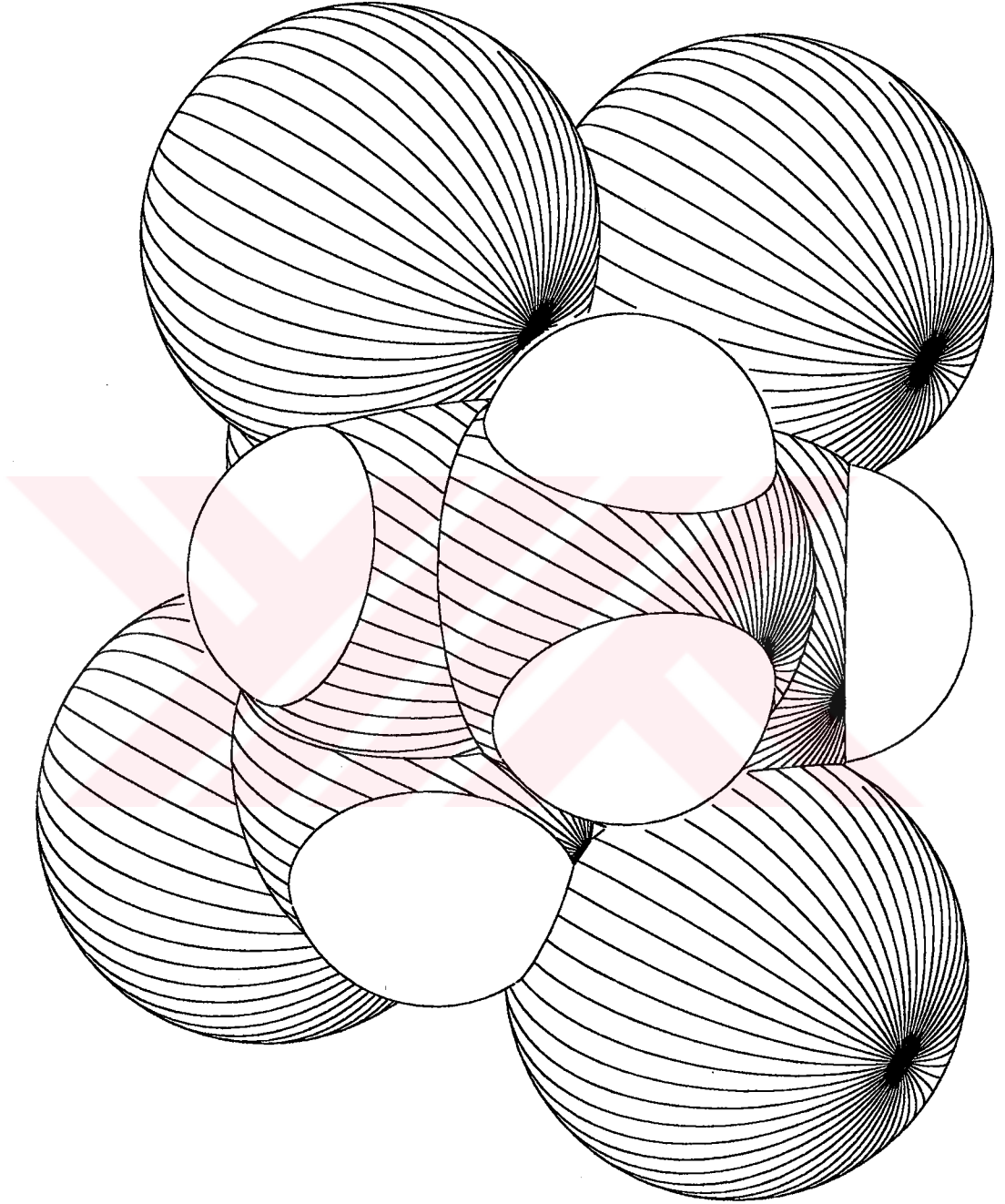
Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
Br2	0.0537(6)	0.0297(5)	0.0396(6)	-0.0031(4)	-0.0046(4)	0.0043(4)
Br3	0.0541(6)	0.0453(6)	0.0557(7)	-0.0034(5)	-0.0276(5)	0.0144(5)
Br5	0.0429(6)	0.0391(6)	0.0510(6)	0.0085(4)	-0.0044(5)	-0.0022(4)
Br6	0.0572(7)	0.0616(7)	0.0318(6)	0.0096(5)	-0.0104(5)	0.0096(5)
C1	0.030(5)	0.037(5)	0.024(4)	0.005(4)	0.007(3)	0.014(4)
C2	0.031(5)	0.031(5)	0.020(4)	-0.004(3)	0.003(3)	0.008(4)
C3	0.028(5)	0.035(5)	0.032(5)	0.005(4)	-0.008(4)	0.004(4)
C4	0.031(5)	0.034(5)	0.039(5)	0.000(4)	-0.002(4)	0.012(4)
C5	0.038(5)	0.037(5)	0.027(5)	0.000(4)	-0.002(4)	0.006(4)
C6	0.036(5)	0.035(5)	0.022(4)	0.006(4)	0.002(4)	0.010(4)
C7	0.034(5)	0.040(5)	0.032(5)	0.000(4)	-0.002(4)	0.004(4)



Şekil 4.4  $C_7H_8Br_4$  Molekülünün %30 Olasılıklı Isısal Elipsoidlerle Elde Edilen ORTEP Çizimi.



Şekil 4.5  $C_7H_8Br_4$  Molekülünün Birim Hücre İçinde Stereo Gösterimi.



Şekil 4.6 C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>Br<sub>4</sub> Molekülünün, Hacim Doldurma Modeli.

$C_{22}H_{19}O_3N_3$  kristaline ait atomların kesirsel koordinatları ve eşdeğer izotropik sıcaklık parametreleri çizelge 4.8’de, kristale ait atomların anizotropik sıcaklık parametreleri çizelge 4.9’ da, Ortep çizimi şekil 4.7’ de, birim hücre stereo görünüşü şekil 4.8’ de, hacim doldurma modeli şekil 4.9’ da verilmiştir.

**Çizelge 4.8**  $C_{22}H_{19}O_3N_3$  Kristaline Ait Atomların Kesirsel Koordinatları ve Eşdeğer İzotropik Sıcaklık Parametreleri ( $\text{\AA}^2$ ).

$$U_{eş} = \left(\frac{1}{3}\right) \sum_i \sum_j U_{ij} a_i^* a_j^* \bar{a}_i \bar{a}_j$$

Atom	x	y	z	$U_{eş}$
O6	0.2992(3)	0.8986(2)	0.0113(2)	0.0471(7)
O10	-0.2496(4)	0.7857(3)	-0.3918(2)	0.0609(9)
O30	-0.0506(3)	1.1394(2)	-0.3957(2)	0.0583(8)
N1	0.3587(3)	1.0460(3)	-0.1312(2)	0.0392(8)
N5	0.0880(4)	0.9165(3)	-0.1223(2)	0.0401(8)
N7	-0.0473(4)	0.8276(3)	-0.0766(2)	0.0425(8)
C2	0.3069(5)	1.1382(4)	-0.2036(3)	0.0352(9)
C3	0.1425(5)	1.1069(3)	-0.2480(3)	0.0338(9)
C4	0.0308(4)	0.9619(4)	-0.2332(3)	0.0352(9)
C6	0.2475(5)	0.9484(4)	-0.0732(3)	0.0384(1)
C8	-0.1845(5)	0.8364(4)	-0.1342(3)	0.0380(1)
C9	-0.1555(4)	0.9404(4)	-0.2252(3)	0.0371(1)
C10	-0.2727(5)	0.8792(4)	-0.3358(3)	0.0429(1)
C11	-0.4156(6)	0.9376(5)	-0.3642(4)	0.0732(1)
C20	0.4500(4)	1.2549(3)	-0.2319(3)	0.0356(1)
C21	0.5838(5)	1.3301(4)	-0.1516(3)	0.0456(1)
C22	0.7179(5)	1.4339(4)	-0.1813(4)	0.0544(1)
C23	0.7197(6)	1.4650(5)	-0.2917(4)	0.0627(1)
C24	0.5888(6)	1.3937(5)	-0.3725(4)	0.0597(1)
C25	0.4540(5)	1.2889(4)	-0.3437(3)	0.0462(1)

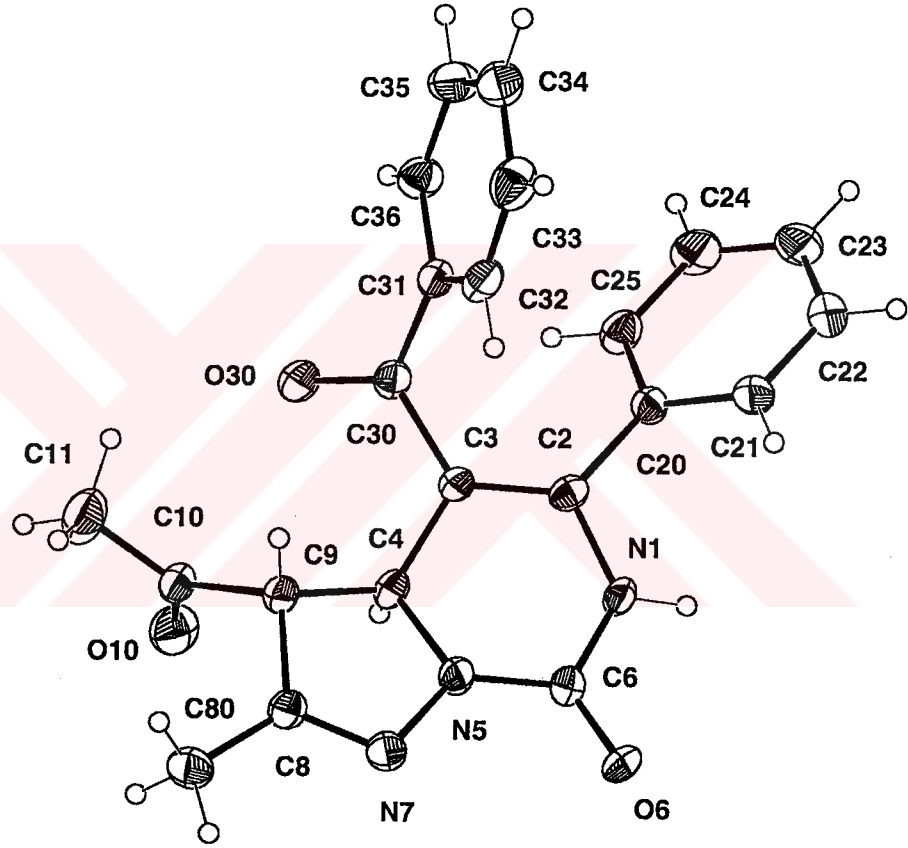
**Çizelge 4.8 (Devam) C<sub>22</sub>H<sub>19</sub>O<sub>3</sub>N<sub>3</sub> Kristaline Ait Atomların Kesirsel Koordinatları ve Eşdeğer İzotropik Sıcaklık Parametreleri (Å<sup>2</sup>).**

Atom	x	y	z	Ueş
C30	0.0677(4)	1.1973(4)	-0.3213(3)	0.0391(1)
C31	0.1241(4)	1.3534(4)	-0.2985(3)	0.0386(1)
C32	0.1502(5)	1.4161(5)	-0.1904(4)	0.0479(1)
C33	0.1881(6)	1.5615(5)	-0.1727(4)	0.0613(1)
C34	0.2057(6)	1.6456(5)	-0.2634(5)	0.0596(1)
C35	0.1806(6)	1.5825(5)	-0.3701(4)	0.0604(1)
C36	0.1386(5)	1.4381(4)	-0.3892(3)	0.0469(1)
C80	-0.3530(5)	0.7532(4)	-0.1111(3)	0.0490(1)
HN1	0.4657(4)	1.0679(3)	-0.1043(24)	0.050
H4	0.0402(4)	0.8956(4)	-0.2930(3)	0.050
H9	-0.1729(4)	1.0297(4)	-0.1995(3)	0.050
H80A	-0.4145(4)	0.6756(3)	-0.1723(2)	0.050
H80B	-0.4141(4)	0.8184(3)	-0.0958(2)	0.050
H80C	-0.3502(4)	0.7005(3)	-0.0498(2)	0.050
H11A	-0.3619(4)	1.0347(3)	-0.3885(2)	0.050
H11B	-0.4842(4)	0.8863(3)	-0.4248(3)	0.050
H11C	-0.4886(4)	0.9286(3)	-0.3093(3)	0.050
HC21	0.5763(4)	1.3013(3)	-0.0800(3)	0.050
HC22	0.8128(4)	1.4829(3)	-0.1252(3)	0.050
HC23	0.8096(4)	1.5363(3)	-0.3097(3)	0.050
HC24	0.5835(4)	1.4147(3)	-0.4454(3)	0.050
HC25	0.3785(4)	1.2381(3)	-0.3981(3)	0.050
HC32	0.1292(4)	1.3532(3)	-0.1294(3)	0.050
HC33	0.2006(4)	1.6072(3)	-0.1007(3)	0.050
HC34	0.2312(4)	1.7530(4)	-0.2455(3)	0.050
HC35	0.1928(4)	1.6404(4)	-0.4282(3)	0.050
HC36	0.1044(4)	1.3839(3)	-0.4640(3)	0.050

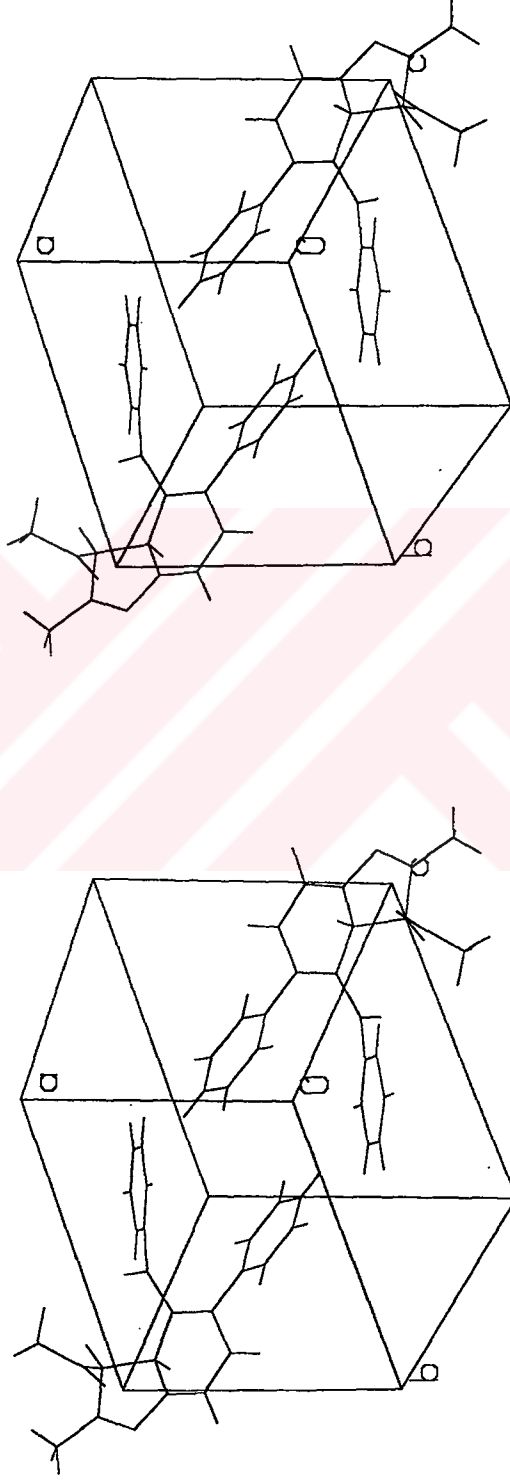


**Çizelge 4.9** C<sub>22</sub>H<sub>19</sub>O<sub>3</sub>N<sub>3</sub> Kristaline Ait Atomların Anizotropik Sıcaklık Parametreleri (Å<sup>2</sup>).

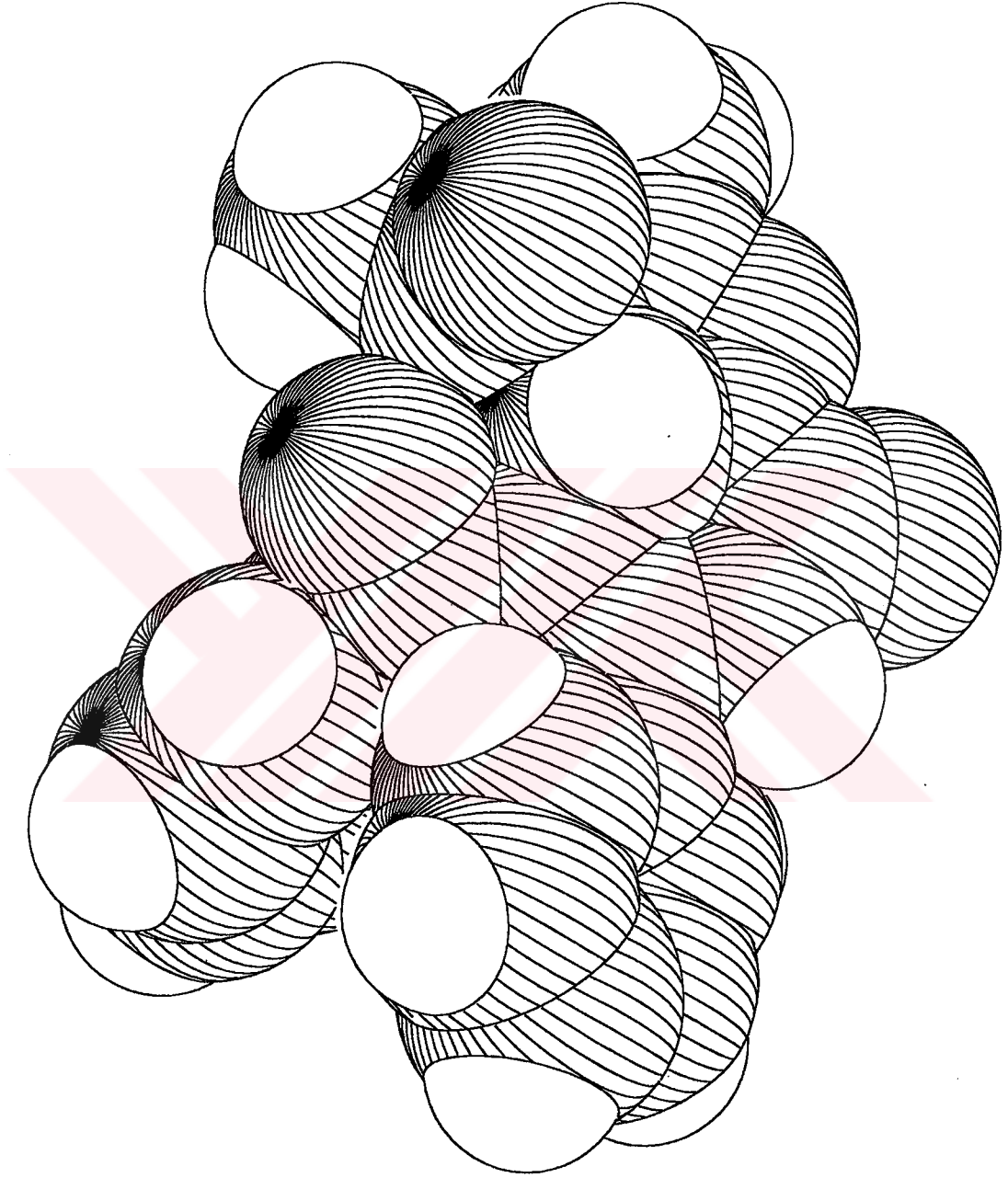
Atom	U11	U22	U33	U23	U13	U12
O6	0.043(2)	0.051(2)	0.046(2)	0.0213(1)	-0.0070(1)	0.0152(1)
O10	0.070(2)	0.059(2)	0.049(2)	-0.003(2)	-0.008(2)	0.019(2)
O30	0.057(2)	0.056(2)	0.049(2)	0.0165(1)	-0.0172(1)	0.0064(1)
N1	0.026(2)	0.048(2)	0.042(2)	0.015(2)	-0.002(2)	0.011(2)
N5	0.033(2)	0.048(2)	0.034(2)	0.016(2)	-0.002(2)	0.005(2)
N7	0.041(2)	0.048(2)	0.036(2)	0.013(2)	0.005(2)	0.008(2)
C2	0.041(3)	0.038(2)	0.028(2)	0.004(2)	0.003(2)	0.015(2)
C3	0.035(2)	0.034(2)	0.031(2)	0.006(2)	0.000(2)	0.011(2)
C4	0.036(2)	0.045(2)	0.026(2)	0.003(2)	-0.002(2)	0.016(2)
C6	0.031(2)	0.041(2)	0.043(2)	0.004(2)	0.003(2)	0.012(2)
C8	0.041(3)	0.042(2)	0.029(2)	0.002(2)	0.000(2)	0.012(2)
C9	0.036(2)	0.038(2)	0.035(2)	0.002(2)	-0.003(2)	0.011(2)
C10	0.035(3)	0.050(3)	0.044(3)	0.014(2)	0.000(2)	0.012(2)
C11	0.052(3)	0.105(4)	0.062(3)	0.024(3)	-0.003(3)	0.024(3)
C20	0.034(2)	0.038(2)	0.033(2)	0.003(2)	0.002(2)	0.009(2)
C21	0.046(3)	0.044(2)	0.045(3)	0.014(2)	0.007(2)	0.008(2)
C22	0.041(3)	0.054(3)	0.061(3)	0.010(2)	-0.001(2)	0.006(2)
C23	0.047(3)	0.062(3)	0.079(4)	0.033(3)	0.023(3)	0.008(3)
C24	0.054(3)	0.083(3)	0.050(3)	0.036(3)	0.024(3)	0.022(3)
C25	0.047(3)	0.059(3)	0.035(3)	0.008(2)	0.003(2)	0.019(2)
C30	0.035(2)	0.048(2)	0.034(2)	0.014(2)	0.006(2)	0.010(2)
C31	0.033(2)	0.044(2)	0.039(2)	0.008(2)	0.001(2)	0.013(2)
C32	0.042(3)	0.056(3)	0.049(3)	0.010(2)	0.002(2)	0.021(2)
C33	0.063(3)	0.065(4)	0.054(3)	-0.015(3)	-0.009(3)	0.026(3)
C34	0.054(3)	0.044(3)	0.083(4)	0.001(3)	0.002(3)	0.020(2)
C35	0.065(3)	0.053(3)	0.068(4)	0.023(3)	0.015(3)	0.020(3)
C36	0.052(3)	0.049(3)	0.040(3)	0.008(2)	0.006(2)	0.014(2)
C80	0.049(3)	0.049(2)	0.048(3)	0.012(2)	0.012(2)	0.010(2)



Şekil 4.7  $C_{22}H_{19}O_3N_3$  Molekülünün %30 Olasılıklı Isısal Elipsoidlerle Elde Edilen ORTEP Çizimi.



Şekil 4.8  $C_{22}H_{19}O_3N_3$  Molekülünün Birim Hücre içinde Stereo Gösterimi



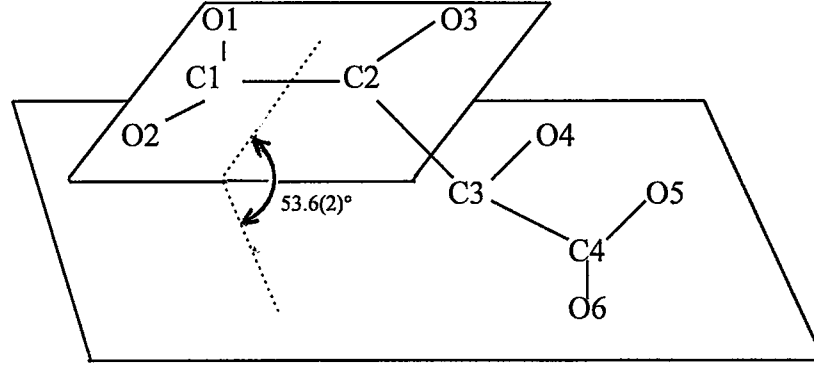
Şekil 4.9 C<sub>22</sub>H<sub>19</sub>O<sub>3</sub>N<sub>3</sub> Molekülünün Hacim Doldurma Modeli.

## BÖLÜM.5 SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Bu çalışmada, hidroksietilamonyum L-tartarat monohidrat kristali, ( $C_2H_8N^+.C_4H_5O_6^-.H_2O$ ), exo - endo - exo - exo - 2,3,5,6 - tetrabromnorboman, ( $C_7H_8Br_4$ ), kristali ve 7-asetil-5-benzoil-6-fenil-8-metil-4,7-dihidropirazolo[1,5,c]-1H-pirimidin-2-on , ( $C_{22}H_{19}O_3N_3$ ) kristallerinin moleküler ve kristal yapıları, X-ışınları kırınımı yöntemi ile aydınlatılmıştır.  $C_2H_8N^+.C_4H_5O_6^-.H_2O$  bileşiği monoklinik sistemde ve  $P2_1$  uzay grubunda,  $C_7H_8Br_4$  ve  $C_{22}H_{19}O_3N_3$  bileşikleri ise triklinik sistemde ve  $P-1$  uzay grubunda kristalleşmişlerdir.

İlk olarak ele alınan hidroksietilamonyum ve tartarat asitin tuzu olan hidroksietilamonyum L-tartarat monohidrat bileşiğin kristali, fotoğrafik olarak incelendi. Buerger ve Weissenberg teknikleri ile alınan tabaka filmlerinin incelenmesi ile kristal sistemi monoklinik, birim hücre parametreleri  $a=8.80(1)\text{Å}$ ,  $b=7.53(3)\text{Å}$ ,  $c=7.63(1)\text{Å}$ ,  $\beta=93.05(5)^\circ$ , olarak bulundu. Sönüm şartları, tabaka filmlerinin incelenmesi ile  $0k\ell:\ell=2n$  olduğu görüldü. Ölçülen kristal yoğunluğu ( $d_8=1.45\text{ gcm}^{-3}$ ) yardımı ile bulunan birim hücredeki molekül sayısı ( $Z=2$ ) ve sönüm şartları uzay grubunun  $P2_1$  (No:4) olduğunu gösterdi. Kristal yapıyı tam olarak çözmek için kristalin difraktometrik Bragg yansıma şiddetleri toplandı ve bunlar üzerinde gerekli geometrik ve fiziksel düzeltmeler yapılarak direkt metodlarla yapı çözüldü, en küçük kareler yöntemi ile artırıldı.

Hidroksietilamonyum L-tartarat monohidrat kristali, iyonik yapıdadır. Hidroksietilamonyum katyonu L-tartarat anyonuna kuvvetli bir hidrojen bağı ile bağlanmıştır [ $N1...O1^i=2.006(8)\text{Å}$ ,  $HN3...O1^i=1.39(8)\text{Å}$ ,  $N1-HN3...O1^i=117(7)^\circ$  ( $i\equiv x, y, z-1$ )]. Bağ uzunlukları ve bağ açılarında benzer çalışmalardan farklı bir durum görülmedi. Tartarat anyonunda, C-C-C-C zincirinin torsiyon açısı  $-178.2(4)^\circ$  dir. Bu nedenle tartarat anyonunda C1, C2, C3, C4 atomları yaklaşık aynı düzlemedir. C1, C2, O1, O2, O3 ve C3, C4, O4, O5, O6 atomlarından geçen düzlemler arası açı  $53.6(2)^\circ$  dir, (şekil. 5.1.).



**Şekil 5.1** Tartarat Anyonunun Düzlemsel yapısı

Bu açı değeri, tartarat anyonunun değişik bileşimleri için verilen değerlerden küçüktür. Tartarik asit içeren bileşikler için ortalama  $60^\circ$  olan bu açı değerinin küçük olması tartarat anyonu ile hidroksietilamonyum katyonu arasındaki şiddetli hidrojen bağ sebebiyledir. Çizelge 5.1’ de tartarat anyonundaki atomların oluşturdukları, düzlem denklemleri, düzlemlerarası açılar atomların düzlemden sapma miktarı verilmiştir.

**Çizelge. 5.1.** Tartarat Anyonundaki Atomların Oluşturduğu;

a) Düzlemler, Düzlem Denklemleri,

Düzlem	Düzlemdaki Atomlar	Düzlem Denklemleri
1	C1, C2, C3, C4	$-726(0.05)x - 2.196(0.018)y + 8.4003(0.005)z = 3.905(0.034)$
2	C1, C2, O1, O2, O3	$6.797(0.006)x + 2.593(0.013)y - 2.912(0.024)z = 5.131(0.025)$
3	C3, C4, O4, O5, O6	$6.243(0.010)x + 0.450(0.020)y + 4.615(0.019)z = 7.221(0.005)$

b) Düzlemlerarası Açılar ( $^\circ$ ).

Düzlemler	Açı ( $^\circ$ )
1.Düzlem / 2.Düzlem	62.8(4)
2. Düzlem / 3.Düzlem	53.6(2)
1.Düzlem / 3.Düzlem	63.6(4)

## c) Atomların Düzlemden Sapma Miktarı (Å).

Atomlar	1.Düzlem	2.Düzlem	3.Düzlem
C1	0.011(3)	-0.010(5)	
C2	0.011(3)	-0.057(3)	
C3	0.012(3)		0.036(3)
C4	0.011(3)		0.003(4)
O1		0.037(3)	
O2		0.017(2)	
O3		0.046(3)	
O4			0.028(3)
O5			0.014(2)
O6			0.019(3)

## d) 2.Düzlem/3.Düzlem Açısının Çeşitli Yapılardaki Değerleri

Çalışmanın Adı	Açı (°).
Bu çalışma	53.64
Aminoethylamonyum tartrate(Güneş, 1995)	32.16
Manganese(II) L-Tartrate (Soylu, 1985)	41.
D-Tartaric Acid (Okaya,1987)	54.6
Meso tartaric Acid (Bootsma,1967)	57.
Potassium Hydrogen L(+)-Tartrate (Akkurt,1987)	57.3
(-)-Adrenaline Hydrogen L(+)-Tartrate(Carlström,1973)	58.9
Ammonium tartrate (Yadava, 1973)	63.
Sodium D- Tartrate Dihydrate(Ambady,1968)	69.
Strontium Tartrate Trihydrate(Ambady,1968)	90.

Çizelge 5.2' de tartarat anyonundaki bağ uzunluklarının ve bağ açılarının diğer çalışmalarla karşılaştırılması, çizelge 5.3' de hidrosietilamonyum kationundaki bağ uzunluklarının ve bağ açılarının diğer çalışmalarla karşılaştırılması verilmiştir. Bu çizelgeler incelendiğinde tüm değerler, diğer yapılardaki değerlerle uyum içindedir.



**Çizelge. 5.2.** Tartarat Anyonundaki Bağ Uzunluklarının ve Bağ açılarının Diğer Çalışmalarla Karşılaştırılması (Å, °).

	C1-C2	C2-C3	C3-C4	C1-O1	C1-O2	C2-O3	C3-O4	C4-O5	C4-O6
Bu çalışma	1.529	1.524	1.519	1.274	1.225	1.411	1.399	1.273	1.232
Aakeröy, (1994)	1.528	1.523	1.526	1.297	1.201	1.405	1.416	1.249	1.263
Akkurt, (1987)	1.521	1.526	1.520	1.331	1.209	1.437	1.423	1.254	1.265
Soylu, (1985)	1.577	1.539	1.569	1.277	1.249	1.449	1.456	1.228	1.298
Perez, (1977)	1.509	1.529	1.526	1.322	1.209	1.421	1.417	1.242	1.249
Perez, (1976)	1.513	1.538	1.522	1.259	1.238	1.405	1.401	1.239	1.255
Carlström, (1973)	1.52	1.53	1.52	1.30	1.21	1.42	1.42	1.23	1.27
Hinazumi, (1972)	1.522	1.530	1.525	1.253	1.251	1.415	1.419	1.253	1.257
Ambady, (1968)	1.540	1.533	1.526	1.249	1.240	1.414	1.420	1.248	1.251
Ambady, (1968)	1.56	1.54	1.54	1.27	1.27	1.42	1.45	1.23	1.25
Bootsma, (1967)	1.517	1.536	1.517	1.203	1.321	1.409	1.418	1.206	1.323
Okaya, (1966)	1.527	1.542	1.519	1.315	1.202	1.400	1.408	1.198	1.319
Stern, (1950)	1.49	1.47	1.58	1.21	1.25	1.48	1.49	1.17	1.20
Güneş, (1995)	1.534	1.541	1.520	1.251	1.248	1.420	1.409	1.228	1.287
	O1-C1-O2	O1-C1-C2	O2-C1-C2	C3-C4-O5	C3-C4-O6	O5-C4-O6			
Bu Çalışma	125.4	113.3	121.3	115.1	120.7	124.2			
Aakeröy, (1994)	125.4	114.0	120.6	116.4	112.6	124.9			
Akkurt, (1987)	124.7	123.9	111.4	118.3	118.9	122.8			
Soylu, (1985)	126.4	118.3	115.3	121.4	106.3	125.2			
Perez, (1977)	123.3	124.8	111.9	117.9	117.6	124.5			
Perez, (1976)	124.5	116.3	119.2	118.8	116.1	125.1			
Carlström, (1973)	125	123	112	119	117	125			
Hinazumi, (1972)	125.4	118.1	116.5	116.4	117.7	125.9			
Ambady, (1968)	127.5	116.9	115.5	118.3	115.8	125.7			
Ambady, (1968)	124	116	120	121	113	125			
Bootsma, (1967)	124.5	124.2	111.3	123.9	111.4	124.6			
Okaya, (1966)	125.5	123.6	110.9	125.2	108.9	125.9			
Stern, (1950)	124	128	108	125	112	123			
Güneş, (1995)	126.6	116.0	117.4	121.7	113.0	125.3			

**Çizelge. 5.3.** Hidroksietilamonyum katyonundaki Bağ Uzunluklarının ve Bağ Açılarının diğer çalışmalarla karşılaştırılması (Å, °).

	C5-C6	N1-C5	N1-C5-C6
Bu çalışma	1.512	1.483	112.1
Güneş, (1995)	1.504	1.487	110.7
Tahirov, (1994)	1.49	1.476	108.4
Gracia, (1984)	1.528	1.473	108.7
Averpbuch, (1987)	1.507	1.469	112.1
Perez, (1977)	1.502	1.486	113.1
Perez, (1976)	1.515	1.490	108.6

Çizelge 5.4' de hidroksietilamonyum L-tartarat monohidrat bileşiğinin bağ uzunlukları, Çizelge 5.5' de bağ açıları, torsiyon açıları ise Çizelge 5.6' da verilmiştir. Su molekülüne ait OW-HOW1 bağ uzunluğu 0.805(8)Å, OW-HOW2 bağ uzunluğu ise 0.792(9)Å olup, HOW1-OW-HOW2 bağ açısı 106.2(9)°dir. Protonlanmış etenolamin katyonu ve tartarat anyonları su moleküllerinin oksijen atomlarının oluşturduğu yaklaşık dörtgen hidrojen bağları üzerinden birbirlerine bağlanmışlardır [O1-HOW1= 2.012(3)Å, OW-HO4<sup>ii</sup> =2.040(3)Å, OW-HO3<sup>iii</sup> =1.928(3)Å, O7-HOW2<sup>iv</sup>=2.066(5)Å; (ii)≡ -x, -0.5+y, 1-z, (iii)≡x, -1+y, z, (iv)≡1-x, -0.5+y, 1-z].

**Çizelge 5.4.** C<sub>2</sub>H<sub>8</sub>N<sup>+</sup>.C<sub>4</sub>H<sub>5</sub>O<sub>6</sub>.H<sub>2</sub>O Kristalinde Atomlararası Bağ Uzunlukları(Å).

C1 - C2	1.527 (8)	O4 - HO4	0.889 (9)
C2 - C3	1.525 (8)	O7 - H7	0.820
C3 - C4	1.519 (8)	OW - HOW1	0.809 (8)
C5 - C6	1.512 (1)	OW - HOW2	0.801 (1)
O1 - C1	1.272 (7)	C2 - HC2	0.923 (6)
O2 - C1	1.225 (7)	C3 - HC3	0.928 (4)
O3 - C2	1.414 (7)	C5 - H5A	0.970
O4 - C3	1.396 (7)	C5 - H5B	0.970
O5 - C4	1.269 (8)	C6 - H6A	0.970
O6 - C4	1.236 (7)	C6 - H6B	0.970
O7 - C6	1.417 (1)	N1- HN1	0.902 (9)
N1 - C5	1.482 (9)	N1- HN2	1.023 (8)
O2 - H2	0.820	N1- HN3	0.952 (8)
O3 - HO3	0.834 (8)		

**Çizelge 5.5**  $C_2H_8N^+ \cdot C_4H_5O_6^- \cdot H_2O$  Kristalinde Atomlararası Bağ Açılı (°).

O1	C1	C2	113.3(5)	C4	C3	HC3	107.0(5)
O2	C1	O1	125.4(6)	C2	C3	HC3	105.5(5)
O2	C1	C2	121.3(5)	C6	O7	H7	109.5(4)
O3	C2	C1	111.1(5)	C5	N1	HN1	111.7(5)
O3	C2	C3	110.7(5)	C5	N1	HN2	116.6(4)
O4	C3	C4	113.5(5)	HN1	N1	HN2	111.2(6)
O4	C3	C2	106.8(5)	C5	N1	HN3	113.0(4)
O5	C4	C3	115.2(5)	HN1	N1	HN3	101.1(7)
O6	C4	O5	124.2(6)	HN2	N1	HN3	101.8(6)
O6	C4	C3	120.6(6)	O7	C6	H6A	108.8(4)
O7	C6	C5	113.9(7)	C5	C6	H6A	108.8(4)
C1	C2	C3	108.8(5)	O7	C6	H6B	108.8(4)
C4	C3	C2	110.1(5)	C5	C6	H6B	108.8(4)
N1	C5	C6	112.4(6)	H6A	C6	H6B	107.7
C1	O2	H2	109.5(4)	N1	C5	H5A	109.1(4)
C2	O3	HO3	110.6(5)	C6	C5	H5A	109.1(4)
C3	O4	HO4	102.6(5)	N1	C5	H5B	109.1(4)
O3	C2	HC2	109.5(5)	C6	C5	H5B	109.1(4)
C1	C2	HC2	110.0(6)	H5A	C5	H5B	107.9
C3	C2	HC2	106.6(5)	HOW1	OW	HOW2	102.8(9)
O4	C3	HC3	113.6(4)				

**Çizelge 5.6**  $C_2H_8N^+ \cdot C_4H_5O_6^- \cdot H_2O$  Kristalinde Atomlararası Torsiyon Açıları ( $^{\circ}$ ).

O1 - C1 - C2 - O3	173.13 (5)	O4 - C3 - C4 - O5	-4.90 (7)
O1 - C1 - C2 - C3	-64.72 (6)	C1 - C2 - C3 - O4	54.47 (6)
O2 - C1 - C2 - O3	-6.67 (7)	C1 - C2 - C3 - C4	-178.13 (5)
O2 - C1 - C2 - C3	115.47 (6)	C2 - C3 - C4 - O6	-64.01 (7)
O3 - C2 - C3 - O4	67.92 (6)	C2 - C3 - C4 - O5	114.74 (6)
O3 - C2 - C3 - C4	-55.73 (6)	O7 - C6 - C5 - N1	-62.20 (8)
O4 - C3 - C4 - O6	176.35 (5)		

İncelenen ikinci bileşik, exo-endo-exo-exo-2,3,5,6-tetrabromnorboman ( $C_7H_8Br_4$ ), kristali anti simetrik bir yapıya sahiptir.

Norbornadienin yüksek sıcaklıkta bromlanması ile sentezlenen normal katılma ürünleri exo konumdaki brom atomlarının köprü hidrojen ve karbonun kimyasal kaymalarını önemli derecede etkilediği NMR spektroskopisi ( $^1H$ -NMR ve  $^{13}C$ -NMR) ile açığa çıkarılmıştır (Tutar, 1995). Bu toplamsal ve bisiklik sistemlerin yapısını belirlemede önemli bir kriterdir. Norbornadienin  $77^{\circ}C$ ' deki bromlanmasından 5 adet ürün elde edilmektedir. Bunlardan üçü düzenlenmemiş normal katılma ürünleri, diğer ikisi ise düzenlenme sonucu oluşan ürünlerdir. Düşük sıcaklıkta tamamen düzenlenme ürünleri oluşurken, yüksek sıcaklıklarda düzenlenmemiş normal katılma ürünleri oluşmaktadır. Bisiklik sistemlerde exo seçici, trans ve endo katılmalar olabilmektedir. X-ışınları ile yapılan bu çalışmada incelenen kristalin exo-endo-exo-exo katılma ürünü olduğu ortaya çıkarıldı.

Bağ uzunlukları ve bağ açılarında benzer çalışmalardan farklı bir durum görülmedi., tetrabromnorboman C2-C1-C6-C5 zincirinin torsiyon açısı -76.6(8) $^{\circ}$ , C2-C3-C4-C5 zincirinin torsiyon açısı -69.2(9) $^{\circ}$  dir. Moleküldeki C1, C2, C3, C4; C4, C5, C6, C1 ve C1,C7, C4 düzlemleri arasındaki açılar sırasıyla

74.3(7)°, 34.7(5)° dir. Çizelge 5.7' de tetrabromnorboman atomların oluşturdukları, düzlem denklemleri, düzlemler arası açılar ve atomların düzlemden sapma miktarları verilmiştir. çizelge 5.8' de exo-endo-exo-exo-2,3,5,6-tetrabromnorboman bileşiğinin bağ uzunlukları, çizelge 5.9' da bağ açıları, torsiyon açıları ise çizelge 5.10' da verilmiştir.

**Çizelge 5.7** Tetrabromnorboman Atomlarının oluşturduğu;

a) Düzlemler, Düzlem Denklemleri,

Düzlem	Düzlemdeki Atomlar	Düzlem Denklemleri
1	C1, C2, C3, C4,	$6.235(0.005)x-0.784(0.012)y+0.936(0.072)z=0.269(0.020)$
2	C1,C4,C5,C6	$-2.215(0.06)x-0.173(0.022)y+11.625(0.048)z=2.345(0.008)$
3	C1, C4, C7	$1.515(0.060)x-0.701(0.015)y+11.973(0.033)z=2.456(0.006)$

b) Düzlemlerarası Açılar (°).

Düzlemler	Açı (°)
1.Düzlem / 2.Düzlem	74.3(4)
2.Düzlem / 3.Düzlem	34.7(5)
1.Düzlem / 3.Düzlem	70.9(7)

c) Atomların Düzlemden Sapma Miktarı (Å).

Atomlar	1.Düzlem	2.Düzlem	3.Düzlem
C1	-0.071(4)	0.029(6)	0.000
C2	-0.061(4)		0.000
C3	0.067(4)		
C4	0.076(5)	-0.012(2)	
C5		-0.026(6)	
C6		0.009(2)	
C7			0.000

**Çizelge 5.8**  $C_7H_8Br_4$  Kristalinde Atomlararası Bağ Uzunlukları(Å).

Br2	C2	1.951(8)	C3	HC3	0.79(9)
Br5	C5	1.957(9)	C4	C7	1.527(1)
Br3	C3	1.942(8)	C4	C5	1.549(1)
Br6	C6	1.954(8)	C4	HC4	0.88(1)
C1	C6	1.531(1)	C5	C6	1.523(1)
C1	C7	1.540(1)	C5	C4	1.549(1)
C1	C2	1.547(1)	C5	HC5	0.94(1)
C1	HC1	1.02(1)	C6	HC6	0.97(9)
C2	C3	1.555(1)	C7	C4	1.527(1)
C2	HC2	0.93(9)	C7	HC7A	1.05(1)
C3	C4	1.539(1)	C7	HC7B	0.92(1)
C3	C2	1.555(1)			

**Çizelge 5.9** C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>Br<sub>4</sub> Kristalinde Atomlararası Bağ Açıları. (°).

C1	C6	Br6	110.9(6)	C2	C1	HC1	113.2(5)
C1	C2	C3	103.2(7)	C1	C2	HC2	112.7(6)
C1	C2	Br2	108.9(6)	C3	C2	HC2	110.8(6)
C2	C3	Br3	117.3(6)	Br2	C2	HC2	105.1(6)
C3	C2	Br2	116.2(6)	C4	C3	HC3	105.3(7)
C3	C4	C5	110.4(7)	C2	C3	HC3	110.2(7)
C4	C3	C2	102.7(7)	Br3	C3	HC3	110.5(7)
C4	C3	Br3	109.9(6)	C7	C4	HC4	122.7(6)
C4	C5	Br5	114.9(6)	C3	C4	HC4	107.6(6)
C4	C7	C1	94.3(7)	C5	C4	HC4	113.5(6)
C5	C6	C1	103.8(7)	C6	C5	HC5	104.1(6)
C5	C6	Br6	111.6(6)	C4	C5	HC5	114.9(5)
C6	C5	C4	103.1(7)	Br5	C5	HC5	107.4(5)
C6	C5	Br5	111.8(6)	C5	C6	HC6	108.4(5)
C6	C1	C7	102.2(7)	C1	C6	HC6	114.1(5)
C6	C1	C2	105.5(7)	Br6	C6	HC6	108.1(5)
C7	C1	C2	101.8(7)	C4	C7	HC7A	111.3(5)
C7	C4	C3	102.4(7)	C1	C7	HC7A	114.3(5)
C7	C4	C5	99.4(7)	C4	C7	HC7B	113.3(6)
C6	C1	HC1	114.9(5)	C1	C7	HC7B	108.1(6)
C7	C1	HC1	117.5(5)	HC7A	C7	HC7B	114.1(7)



**Çizelge.5.10.** C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>Br<sub>4</sub> Kristalinde Atomlararası Torsiyon Açılıarı (°).

C2	C3	C4	C5	-69.2(9)	C6	C1	C7	C4	-54.1(7)
C2	C1	C6	Br6	163.5(5)	C7	C1	C2	C3	-34.2(8)
C2	C1	C7	C4	54.8(8)	C7	C1	C2	Br2	89.9(7)
C2	C1	C6	C5	-76.6(8)	C7	C1	C6	C5	29.5(8)
C2	C3	C4	C7	35.8(8)	C7	C1	C6	Br6	-90.4(7)
C4	C5	C6	Br6	126.5(6)	Br3	C3	C4	C7	-89.7(7)
C4	C5	C6	C1	7.0(9)	Br3	C3	C4	C5	165.2(6)
C6	C1	C2	C3	72.2(8)	Br5	C5	C6	C1	131.0(6)
C6	C1	C2	Br2	-163.7(6)	Br5	C5	C6	Br6	-109.5(6)

İncelenen bileşikte Br-C ortalama bağ uzunluğu 1.951(9)Å, Br-C-C ortalama bağ açısı 112.7(6)° dir. Norbornadien halkasındaki köprü C1-C7-C4 açısı 94.3(7)° dir. Norbornadien deki altılı halkanın ortalama köşe açılıarı 103.2(7)° dir. Endo,exo-9,11-dibromotricyclo[6.3.1.0<sup>2,7</sup>] dodeca-2(7),3,5-trien-10-one yapısında köprü C1-C8-C5 = 101.0(9)° dir (Büyükgüngör, 1989). Exo,endo,endo-9,9,10,11,12-pentabromotricyclo[6.2.2.0<sup>2,7</sup>] dodeca-2(7),3,5-triene yapısında <Br-C>= 1.960(14)Å, <Br-C-C>= 111.2(4)° dir (Hökelek, 1990). Görüldüğü gibi benzer yapılarla oldukça iyi bir uyuşum sözkonusudur. Bazı değerlerdeki küçük sapmalar norbornadien halkasına bağlı substituentlerin farklı oluşu ve Br sayısının az veya çok olmasına bağlıdır.

İncelenen 3.kristal (C<sub>22</sub>H<sub>19</sub>N<sub>3</sub>O<sub>3</sub>) 7-asetil-5-benzoil-6-fenil-8-metil-4,7-dihidropirazolo[1,5,c]-1H-pirimidin-2-on , halkalı yapıda bir organik bileşiktir.

Bileşiğin N7-N5-C6-N1 zincirinin torsiyon açılıarı -176.2(3)°, C2-C3-C4-C9'un ise 149.4(3)° dir. Moleküldeki A düzlemi, { N1, C2, C3, C4, N5, C6}; B düzlemi, {N7, N5, C4, C8, C9}; C düzlemi, {C20, C21, C22, C23, C24, C25}; ve D düzlemleri, {C30, C31, C32, C33, C34, C35, C36} arasındaki açılıarı sırasıyla 16.6(2), 33.3(2), 65.3(1)° dir.

Çizelge 5.11' de ( $C_{22}H_{19}N_3O_3$ ) molekülünü içeren atomların oluşturdukları düzlem denklemleri, düzlemler arası açılar atomların düzlemden sapma miktarları verilmiştir.

**Çizelge 5.11** ( $C_{22}H_{19}N_3O_3$ ) Molekülünü İçeren Atomlarının Oluşturduğu;

a) Düzlemler, Düzlem Denklemleri,

Düzlem	Düzlemdeki Atomlar	Düzlem Denklemleri
1	N1,C2,C3,C4,N5,C6	$-4.109(0.011)x+6.699(0.010)y+8.139(0.012)z=4.654(0.012)$
2	N5,C4,C9,C8,N7	$-2.419(0.010)x+7.932(0.009)y+6.797(0.015)z=6.150(0.011)$
3	C20,C21,C22,C23,C24,C25	$-6.039(0.009)x-8.412(0.008)y-2.295(0.020)z=7.311(0.017)$
4	C30,C31,C32,C33,C34,C35, C36	$-8.278(0.002)x-2.410(0.011)y-0.664(0.021)z=2.072(0.018)$

b) Düzlemlerarası Açılar (°).

Düzlemler	Açı (°)
1.Düzlem / 2.Düzlem	16.6(2)
1.Düzlem /3.Düzlem	33.3(2)
1.Düzlem /4.Düzlem	65.4(1)
3.Düzlem / 4.Düzlem	47.0(1)

## c) Atomların Düzlemden Sapma Miktarı (Å).

Atomlar	1.Düzlem	2.Düzlem	3.Düzlem	4.Düzlem
N1	-0.189 (2)			
C2	0.052 (2)			
C3	0.157 (2)			
C4	-0.235 (2)	-0.180 (2)		
N5	0.128 (2)	0.075(2)		
C6	0.086 (2)			
N7		0.009 (2)		
C8		0.018 (3)		
C9		0.154 (2)		
C20			-0.004 (2)	
C21			0.004 (3)	
C22			0.000 (3)	
C23			-0.003 (3)	
C24			0.003 (3)	
C25			0.001 (3)	
C30				0.040 (2)
C31				-0.036 (3)
C32				-0.029 (3)
C33				0.019 (3)
C34				0.016 (4)
C35				0.001 (3)
C36				-0.012 (3)

Ayrıca çizelge 5.12' de 7-asetil-5-benzoil-6-fenil-8-metil-4,7-dihidropirazolo [1,5,c]-1H-pirimidin-2-on bileşiğinin bağ uzunlukları çizelge 5.12.' de , çizelge 5.13' de bağ açıları, torsiyon açıları ise çizelge 5.15' de verilmiştir.

**Çizelge 5.12** C<sub>22</sub>H<sub>19</sub>O<sub>3</sub>N<sub>3</sub> Kristalinde Atomlararası Bağ Uzunlukları(Å).

O6	C6	1.227(4)	C20	C25	1.399(4)
O10	C10	1.197(4)	C21	C22	1.375(5)
O30	C30	1.227(3)	C21	HC21	0.91(3)
N1	C2	1.401(4)	C22	C23	1.374(6)
N1	C6	1.403(4)	C22	HC22	0.96(3)
N1	HN1	0.87(3)	C23	C24	1.365(6)
N5	C6	1.324(4)	C23	HC23	0.92(3)
N5	N7	1.401(4)	C24	C25	1.380(5)
N5	C4	1.488(4)	C24	HC24	0.90(3)
N7	C8	1.283(4)	C25	HC25	0.87(3)
C2	C3	1.343(4)	C30	C31	1.483(5)
C2	C20	1.486(5)	C31	C32	1.381(5)
C3	C30	1.483(3)	C31	C36	1.396(5)
C3	C4	1.497(4)	C32	C33	1.384(5)
C4	C9	1.516(5)	C32	HC32	0.98(3)
C4	H4	0.98	C33	C34	1.391(6)
C8	C80	1.472(5)	C33	HC33	0.93(3)
C8	C9	1.523(4)	C34	C35	1.366(6)
C9	C10	1.532(5)	C34	HC34	1.03(3)
C9	H9	0.98	C35	C36	1.372(5)
C10	C11	1.471(5)	C35	HC35	0.92(3)
C11	H11A	1.01(3)	C36	HC36	0.99(3)
C11	H11B	0.90(3)	C80	H80A	1.02(3)
C11	H11C	0.94(3)	C80	H80B	0.95(3)
C20	C21	1.383(4)	C80	H80C	0.92(3)

**Çizelge 5.13** C<sub>22</sub>H<sub>19</sub>O<sub>3</sub>N<sub>3</sub> Kristalinde Atomlararası Bağ Açılı (°).

C2	N1	C6	123.5(3)	C11	C10	C9	116.2(4)
C2	N1	HN1	117.4(2)	C10	C9	H9	110.1(2)
C2	C3	C30	125.3(3)	C10	C11	H11A	104.3(2)
C2	C3	C4	116.9(3)	C10	C11	H11B	109.2(2)
C3	C2	N1	119.2(3)	C10	C11	H11C	114.8(2)
C3	C2	C20	127.0(3)	C21	C20	C25	118.1(2)
C3	C4	C9	119.5(3)	C21	C20	C2	122.3(3)
C3	C4	H4	109.0(2)	C25	C20	C2	119.5(3)
C4	C9	C8	101.6(3)	C22	C21	C20	120.9(3)
C4	C9	H9	110.1(2)	C22	C21	HC21	124.4(2)
N1	C2	C20	113.5(3)	C20	C21	HC21	114.6(2)
N5	C4	C3	109.3(3)	C23	C22	C21	120.1(4)
N5	C4	C9	100.4(3)	C23	C22	HC22	119.4(2)
N5	C4	H4	109.0(2)	C21	C22	HC22	120.5(2)
N5	C6	N1	112.2(3)	C24	C23	C22	120.3(4)
N7	C8	C80	121.7(3)	C24	C23	HC23	120.8(2)
N7	C8	C9	113.9(3)	C22	C23	HC23	118.9(2)
N7	N5	C4	112.0(3)	C23	C24	C25	120.1(4)
C6	N5	N7	122.7(3)	C23	C24	HC24	122.5(2)
C6	N5	C4	125.2(3)	C25	C24	HC24	117.3(2)
C6	N1	HN1	116.1(2)	C24	C25	C20	120.5(4)
C8	N7	N5	106.9(3)	C24	C25	HC25	117.9(2)
C8	C9	C10	111.6(3)	C20	C25	HC25	121.2(2)
C8	C9	H9	110.1(2)	O30	C30	C3	118.5(3)
C8	C80	H80A	112.8(2)	C30	C3	C4	117.3(3)
C8	C80	H80B	108.0(2)	C80	C8	C9	124.3(3)
C8	C80	H80C	114.1(2)	H11A	C11	H11B	106.1(2)
C9	C4	H4	109.0(2)	H11A	C11	H11C	118.9(2)
O6	C6	N5	126.1(4)	H11B	C11	H11C	103.0(2)
O6	C6	N1	121.7(3)	H80A	C80	H80B	113.8(2)
O10	C10	C11	123.6(4)	H80A	C80	H80C	100.7(2)
O10	C10	C9	120.1(4)	H80B	C80	H80C	107.4(2)

**Çizelge 5.14 (Devam) C<sub>22</sub>H<sub>19</sub>O<sub>3</sub>N<sub>3</sub> Kristalinde Atomlararası Bağ Açıları (°).**

C3	C30	C31	120.6(3)	C33	C34	HC34	116.4(2)
C4	C9	C10	113.4(3)	C34	C35	C36	121.2(4)
O30	C30	C31	120.7(3)	C34	C35	HC35	117.5(2)
C31	C32	C33	120.0(4)	C34	C33	HC33	118.0(2)
C31	C32	HC32	117.5(2)	C35	C34	C33	119.3(4)
C31	C36	HC36	114.1(2)	C35	C34	HC34 ..	124.2(2)
C32	C33	C34	120.2(4)	C35	C36	C31	119.8(4)
C32	C33	HC33	121.8(2)	C35	C36	HC36	125.7(2)
C32	C31	C36	119.4(4)	C36	C31	C30	119.0(3)
C32	C31	C30	121.4(3)	C36	C35	HC35	121.2(2)
C33	C32	HC32	122.2(2)				

**Çizelge 5.15** C<sub>22</sub>H<sub>19</sub>O<sub>3</sub>N<sub>3</sub> Kristalinde Atomlararası Torsiyon Açılımları (°).

C2	C3	C4	N5	34.7(4)	N7	N5	C6	N1	-176.2(3)
C2	C3	C4	C9	149.4(3)	N7	C8	C9	C4	15.8(4)
C2	N1	C6	O6	-159.1(3)	N7	C8	C9	C10	137.0(4)
C2	N1	C6	N5	22.6(5)	C80	C8	C9	C10	-43.7(5)
C2	C20	C21	C22	177.4(3)	C80	C8	C9	C4	-164.9(3)
C2	C20	C25	C24	-177.7(3)	C3	C4	C9	C8	-140.0(3)
C2	C3	C30	O30	146.4(3)	C3	C4	C9	C10	100.1(4)
C2	C3	C30	C31	-39.1(4)	C4	N5	C6	N1	7.4(5)
C3	C2	C20	C21	143.1(3)	C4	C9	C10	O10	42.4(5)
C3	C2	C20	C25	-38.7(5)	C4	C9	C10	C11	-140.3(3)
C3	C30	C31	C32	-42.6(5)	C8	C9	C10	C11	105.6(4)
C3	C30	C31	C36	142.3(3)	C8	C9	C10	O10	-71.6(5)
C4	C3	C30	O30	-25.8(4)	C20	C2	C3	C30	-10.3(6)
C4	C3	C30	C31	148.7(2)	C20	C21	C22	C23	0.5(6)
C4	N5	C6	O6	-170.8(3)	C20	C2	C3	C4	162.0(3)
C4	N5	N7	C8	-13.1(4)	C21	C22	C23	C24	0.2(7)
C6	N5	N7	C8	170.1(3)	C21	C20	C25	C24	0.5(5)
C6	N1	C2	C3	-21.0(5)	C22	C23	C24	C25	-0.5(7)
C6	N1	C2	C20	165.2(3)	C23	C24	C25	C20	0.1(7)
C6	N5	C4	C3	-34.8(5)	C25	C20	C21	C22	-0.8(5)
C6	N5	C4	C9	-161.3(3)	O30	C30	C31	C32	131.9(4)
N1	C2	C3	C4	-10.8(5)	O30	C30	C31	C36	-43.2(5)
N1	C2	C3	C30	176.9(3)	C30	C3	C4	N5	-152.4(3)
N1	C2	C20	C21	-43.7(4)	C30	C3	C4	C9	-37.7(4)
N1	C2	C20	C25	134.5(3)	C30	C31	C32	C33	-174.3(4)
N5	N7	C8	C80	178.3(3)	C31	C32	C33	C34	-2.1(7)
N5	N7	C8	C9	-2.4(4)	C32	C33	C34	C35	1.8(7)
N5	C4	C9	C8	-20.7(3)	C33	C34	C35	C36	-0.1(7)
N5	C4	C9	C10	-140.6(3)	C34	C35	C36	C31	-1.2(7)
N7	N5	C4	C9	22.0(4)	C32	C31	C36	C35	0.9(6)
N7	N5	C4	C3	148.5(3)	C30	C31	C36	C35	176.1(4)
N7	N5	C6	O6	5.6(6)	C36	C31	C32	C33	0.8(6)



Bileşğin ana grubunda <C-N>, <N-N>, <C-C>, <C=N>, bağ uzunlukları sırasıyla 1.404(4)Å, 1.401(4)Å, 1.469(4)Å, 1.283(4)Å dur. Fenil grubunda <C-C> = 1.380(5)Å, <C-C-C>= 120.4(4)° dir. 5-Benzoil-1-metil-4-fenilpirimidin-2-tion bileşğinde, <C-N>= 1.397(4)Å, Fenil grubunda <C-C> =1.377(6)Å, <C-C-C>= 120.0(4)° (Özbey, 1991). Görüldüğü gibi bağ uzunluk ve açı değerleri fonksiyonel grupların oluşturduğu küçük sapmalar dışında oldukça uyumludur.



**KAYNAKLAR**

- Aakeröy, C. B., Hitchcock, P.B., Acta Cryst., C50. 759-761, (1994).
- Akkurt, M., Hökelek, T., Soylu, H., Z. Kristallogr. 181. 161- 165, (1987).
- Ambady, G.K., Kartha, G., Acta Cryst., B24. 1540-1547, (1968).
- Ambady, G.K., Acta Cryst., B24. 1548-155, (1968).
- Azaroff, L.V. "Elements of X-ray Crystallography", McGraw Hill Company, New York, 416, (1968).
- Bootsma, G.A., Scoone, J.C., Acta Cryst., 22. 522-532, (1967).
- Buerger, M.J., "The Precession Method in X-ray Crystallography" John Wiley and Sons. Inc., New York, 3-11, (1964)
- Bunn, C.W., 1961, Chemical Crystallography: An Introduction to Optical and X-ray Methods, Clarendon Press, 509 p., Oxford.
- Büyükgüngör, O., Acta Cryst., C45, 75-77, (1989)
- Carlström, D., Acta Cryst., B29.161-167, (1973).
- Cascarano, G.Giavazzo, C. and Gualardi, A., 1992, Improved Figures of Merit for Direct Methods, Acta Cryst., A48, 859-865 p.
- Cochran, W., 1952,, A Relation Between The Signs of Structure Factors, Acta Cryst., 5, 65 p.
- Cochran, W. and Woolfson, M. M. 1955, The Theory of Sign Relations Between Structure Factors, Acta Cryst., 8, 1 p.
- Declercq, J. P., Germain, G. and Woolfson, M. M. 1975, On The Application of Phase Relationships to Complex Structures. VIII. An Extension of The magic-integer approach, Acta Cryst., A31, 367 p.
- Doyle, P.A. and Turner, P.S., 1968 Relativistic Hartree-Fock X-ray and Electron Scattering Factors, Acta Cryst., A24, 390 p.
- Enraf-Nonius, CAD4-Version 1, Enraf-Nonius, Delft, The Netherlands, (1993)
- Fair, C.K., MolEN, " An Interactive Intelligent System for Crystal Structure Analysis", Enraf-Nonius, Delft, The Netherlands, (1990).
- Giacovazzo, C, 1980, Direct Methods in Crystallography, Academic Press, 432 p, London, New York, Toronto, Sydney, San Francisco.

- Glasser, L.S. Dent., Crystallography and its Applications Van Nostrand Reinhold Co. Ltd. England 93-103 (1983).
- Glusker, J.P. and Trueblood, K.N., 1985, Crystal Structure Analysis: a Primer, Oxford University Press, 269 p. Oxford, New York.
- Güneş, B., Soylu, H., Akkurt, M., Özbey, S., Acta Cryst., C51. 2346-2348 (1995).
- Hasek, J., 1974, A Contribution to The Determination of a Correct System of Signs of Structure Factors For Centrosymmetric Crystals, Acta Cryst., A30 576 p
- Harker, D. and Kasper, J.S., 1948, Phases of Fourier Coefficient Directly From Crystal Diffraction Data, Acta Cryst. 1. 70 p.
- Hauptman, H.A. and Karle, J., 1953, The Solution of The Phase Problem: AM. Cryst. Assoc. Monography No.3, Poly Crystal Book Service.
- Hökelek, T., Çakmak, O., and Balcı, M., Acta Cryst., C46, 1906-1908, (1990).
- International Tables for X-ray Crystallography, 1968, 1969, 1974, Vol.I-II-III, Published for The International Union of Crystallography, The Kynoch Press, Birmingham, England.
- International Tables for X-ray Crystallography, (1983). Vol.A. D.Reidel Publishing Company, Holland.
- Iwasaki, H. and Ito, T., 1977, Values of  $\epsilon$  For Obtaining Normalized Structure Factors, Acta Cryst., A33, 227-229 p.
- Jeffery, J.W., 1971 "Methods in X-ray Crystallography", Academic Press, 571 p., London and New York.
- Jeffery, J.W., "Methods in X-ray Crystallography", Vol.II. Academic Press, London, New York, Sydney 188- 201, (1983).
- Jeffery, J.W., International Tables for X-ray Crystallography Vol.II., D. Reidel, Publishing Company, Boston, Lancaster, Tokyo, 162 p. (1985)
- Johnson, C.K., 1976, ORTEP-II. A fortran thermal-ellipsoid plot program for crystal structure illustrations, Report ORNL-5138. Oak Ridge National Laboratory, Tennessee, USA.

- Karle, J. and Hauptman, H., 1950, The Phases and Magnitudes of The Structure Factors, *Acta Cryst.*, 3, 181.
- Karle, J. and Hauptman, H., 1956, The Phase and Determination For The Four Types of Non-Centrosymmetric Space Group, *Acta Cryst.*, 9, 635 p.
- Karle, I.L. and Karle, I.L., 1963, An Application of A New Phase Determination Procedure to The Structure of Cyclo Hemihydrate, *Acta Cryst.*, 16, 1969 p
- Karle, I.L. and Karle, I.L., 1964, An Application of The Symbolic Addition Method to The Structure of L-Arginine Dihydrate, *Acta Cryst.*, 17, 835 p.
- Karle, I.L. and Karle, I.L., 1966, The Symbolic Addition Procedure For Phase Method to The Structure Determination For Centrosymmetric and Noncentrosymmetric Crystallography, *Acta Cryst.*, 21, 849 p.
- Ladd, M.F.C. and Palmer, R.A., 1977, Structure Determination by X-ray Crystallography, Plenum Press, New York and London, 393 p.
- Lessinger, L. and Margulis, T.N., 1978, The Crystal Structure of Colchicine. A New Application of Magic Integers to Multiple-solution Direct Methods, *Acta Cryst.*, B34, 578-584 p.
- Main, P., 1978, On the application of Phase Relationships to Complex Structures. XII. The Use of Magic Integers In Phase Determination, *Acta Cryst.*, A34, 31-38 p.
- Mann, B. and Cramer, D.T., 1968 X-ray Scattering Factors Computed From Numerical Hatree-Fock Wave Functions, *C*, 321 p.
- Marton, K., and Williams, D., 1962, Methods of Experimental Physics Molecular Physics, Vol.3. Academic Press, New York and London, 306-307 p
- McKie, D. and McKie, C., 1986, Essentials of Crystallography, Blackwell Scientific Publications, Oxford, London, Edinburg, Boston, Palo Melbourne and Alto, 437 p.
- North, A.C.T., Phillips, D.C. and Mathews, F.S. *Acta Cryst.*, A24, 351-359, (1968)
- Okaya, Y., Stemple, N.R., Kay, M.I., *Acta Cryst.*, 21. 237-243, (1966).

- Özbey, S., Kendi, E., Akçamur, Y., Yıldırım, İ., Elerman, Y., and Soylu, H.,  
Acta Cryst., C47, 1105-1106, (1991).
- Riche, C., 1973, The Phase Functions: New Development In The Symbolic  
Addition Procedure, Acta Cryst., A29, 133 p.
- Sayre, D., 1952, The Squaring Methods : A New Method For Phase  
Determination, Acta Cryst., 5, 60 p.
- Sayre, D., 1981, Computational Crystallography, Clarendon Press, 539 p. Oxford,  
Clarendon
- Schenk, H., 1971, Automation of the Non - centrosymmetric Symbolic  
Addition I., Fast Determination of The Unknown Symbols,  
Acta Cryst., B27, 2037 p.
- Schenk, H., 1972, The Relation Between Space Group  
Symmetry and The Properties of Direct Solutions Based on The  $\Sigma_2$   
Formula. A Method For Using Centrosymmetric  $\Sigma_2$  Solutions For  
Solving Non-centrosymmetric Structures, Acta Cryst., A28, 412 p.
- Schenk, H., 1973, The Use of Phase Relationships Between Quartets, of  
Reflections Acta Cryst., A29, 77 p.
- Schenk, H., 1974, On The Use of Negatif Quartets, Acta Cryst., A30, 477 p
- Schenk, H., 1990, Direct methods, A Primer International School of  
Crystallography, Lecture Notes, 259 p., Erice.
- Sheldrick, G.M., 1985, SHELXS86. Program For Crystal Structure Determination,  
Univ. of Cambridge, England.
- Sheldrick, G.M., 1990, Phase Annealing in SHELX-90 : Direct methods for  
Larger Structures, Acta Cryst., A46, 467- 473 p.
- Sheldrick, G.M., " SHELXL93, Program for Refinement of Crystal Structures "  
Univ. of Göttingen, Germany, 1993.
- Soylu, H., Z. Kristallogr. 171. 255-260, (1985).
- Stout, G.H. and :Jensen, L.H., 1989, X-ray Structure Determination, John Wiley  
and Sons, 453 p., New York, Brisbane, Toronto, Singapore

- Tutar, A., Norbornandienin Yüksek Sıcaklık Brominasyonu, Yüksek Lisans Tezi, (1995), G.O.P. Üniversitesi, Fen Bil. Enstitüsü, Tokat.
- Tutar, A., Taşkanlıgil, Y., Çakmak, O., Abbasoğlu, R., Balcı, M., Journal of Organic Chemistry, Vol.61, 8297 - 8300, (1996).
- White, P.S. and Woolfson, M.M., 1975, The Application of Phase Relationships to Complex Structures. VII. Magic integers, Acta Cryst., A31, 53 p.
- Wilson, A.J.C., Acta Cryst., 3. 397-398, (1950).
- Woolfson, M.M., "An Introduction to X-ray Crystallography", Cambridge University Press, 152-1255, (1970).
- Yadava, V.S., Padmanabhan, V.M., Acta Cryst., B29. 493-498, (1973)
- Zachariasen, W.H., 1952, A New Analytical Method For Solving Complex Crystal Structures, Acta Cryst., 5, 68 p.

**ÖZGEÇMİŞ**

Tokat, Reşadiye, Kuzgölcük köyünde 1961 yılında doğdu. 1987 yılında Cumhuriyet Üniversitesi (Sivas), Fen Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümünden mezun oldu. 1988 Ocak ayında Cumhuriyet Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümünde Araştırma Görevlisi olarak akademik yaşamına başladı. 1991 Şubat' da Cumhuriyet Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsünden Fizikte M.Sc. derecesi (Yüksek Lisans derecesi) aldı. Halen Cumhuriyet Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümünde Araştırma Görevlisi olarak görevini sürdürmektedir.



**EKLER**

**Ek.1.**  $C_2H_8N^+ \cdot C_4H_5O_6^- \cdot H_2O$  Kristaline Ait Atomların gözlenen ve hesaplanan yapı faktörü değerleri.

Çizelge E.1. I. Kristal için, yansımaların gözlenen ve hesaplanan yapı faktörü değerleri

H K L	Fc	Fo	H K L	Fc	Fo	H K L	Fc	Fo	H K L	Fc	Fo
1 -9 0	22.25	3.93	-1 -9 1	5.28	0.63	-7 -3 1	18.18	20.48	0 -9 2	6.87	0.82
2 -9 0	10.90	2.13	0 -9 -1	14.50	1.83	-6 -3 1	37.32	34.18	1 -9 2	11.46	2.23
0 -8 0	43.50	38.43	1 -9 1	18.56	3.46	-5 -3 1	3.01	2.83	-4 -8 2	4.78	0.74
1 -8 0	11.61	14.25	2 -9 1	25.73	3.33	-4 -3 1	42.77	47.16	-3 -8 2	9.84	10.90
2 -8 0	5.23	5.80	-4 -8 1	1.86	4.20	-3 -3 1	53.14	52.65	-2 -8 2	30.93	33.17
3 -8 0	9.93	13.33	-3 -8 1	20.31	18.27	-2 -3 1	57.31	33.05	-1 -8 2	14.59	12.00
4 -8 0	16.70	17.26	-2 -8 1	2.56	1.31	-1 -3 1	224.81	217.86	0 -8 2	4.52	6.71
1 -7 0	6.94	5.98	-1 -8 1	0.65	1.03	0 -3 1	906.16	874.45	1 -8 2	6.44	8.13
2 -7 0	12.90	11.24	0 -8 1	31.05	30.15	1 -3 1	236.94	245.41	2 -8 2	14.97	25.73
3 -7 0	61.85	68.69	1 -8 1	10.60	14.07	2 -3 1	893.48	922.13	3 -8 2	4.31	8.85
4 -7 0	20.08	21.79	2 -8 1	27.33	36.74	3 -3 1	255.34	230.28	4 -8 2	0.06	0.13
5 -7 0	7.89	10.45	3 -8 1	37.31	49.31	4 -3 1	253.01	252.11	-6 -7 2	5.78	0.95
6 -7 0	6.79	1.08	4 -8 1	5.65	7.20	5 -3 1	33.22	28.76	-5 -7 2	17.25	20.33
0 -6 0	241.45	233.72	-6 -7 1	2.62	0.22	6 -3 1	0.62	1.04	-4 -7 2	1.74	2.92
1 -6 0	9.43	11.92	-5 -7 1	23.45	24.69	7 -3 1	8.95	8.67	-3 -7 2	8.53	9.65
2 -6 0	4.29	3.86	-4 -7 1	10.19	15.05	8 -3 1	4.91	5.63	-2 -7 2	52.50	53.74
3 -6 0	43.62	41.19	-3 -7 1	38.53	46.36	-9 -2 1	2.02	0.41	-1 -7 2	20.11	26.18
4 -6 0	1.36	3.91	-2 -7 1	57.81	55.68	-8 -2 1	2.41	2.44	0 -7 2	140.70	147.39
5 -6 0	24.97	25.46	-1 -7 1	76.22	80.62	-7 -2 1	37.51	37.29	1 -7 2	22.50	24.84
6 -6 0	9.10	10.97	0 -7 1	80.94	81.47	-6 -2 1	42.03	44.06	2 -7 2	59.90	71.90
7 -6 0	11.98	1.29	1 -7 1	82.62	87.33	-5 -2 1	416.23	395.52	3 -7 2	2.16	2.94
1 -5 0	351.78	318.66	2 -7 1	53.84	60.30	-4 -2 1	408.15	439.53	4 -7 2	2.92	4.41
2 -5 0	66.51	61.67	3 -7 1	25.99	28.26	-3 -2 1	255.05	272.57	5 -7 2	56.55	93.00
3 -5 0	101.26	103.24	4 -7 1	13.09	13.67	-2 -2 1	591.74	608.93	-7 -6 2	3.61	0.30
4 -5 0	20.11	14.57	5 -7 1	10.80	19.71	-1 -2 1	160.83	160.59	-6 -6 2	5.50	6.65
5 -5 0	155.60	161.04	6 -7 1	26.30	3.18	0 -2 1	101.96	96.52	-5 -6 2	6.02	6.78
6 -5 0	3.14	2.53	-7 -6 1	13.56	1.84	1 -2 1	60.05	82.10	-4 -6 2	36.65	37.77
7 -5 0	0.52	0.58	-6 -6 1	6.37	5.15	2 -2 1	37.34	46.54	-3 -6 2	6.71	7.03
0 -4 0	599.36	565.45	-5 -6 1	30.97	27.51	3 -2 1	232.17	242.20	-2 -6 2	108.78	101.96
1 -4 0	97.65	87.48	-4 -6 1	50.32	45.52	4 -2 1	128.26	127.76	-1 -6 2	5.53	4.63
2 -4 0	103.02	116.24	-3 -6 1	7.49	5.62	5 -2 1	52.78	49.58	0 -6 2	296.43	292.76
3 -4 0	251.11	224.91	-2 -6 1	56.47	53.77	6 -2 1	79.86	72.34	1 -6 2	39.92	34.81
4 -4 0	68.18	67.58	-1 -6 1	140.77	120.22	7 -2 1	23.18	22.21	2 -6 2	71.59	70.98
5 -4 0	67.02	60.14	0 -6 1	30.47	26.67	8 -2 1	23.92	23.52	3 -6 2	31.63	25.27
6 -4 0	6.08	8.48	1 -6 1	11.13	11.74	9 -2 1	9.22	7.58	4 -6 2	9.47	8.61
7 -4 0	10.14	13.72	2 -6 1	86.05	85.91	-9 -1 1	0.63	0.00	5 -6 2	11.46	13.39
8 -4 0	67.86	85.97	3 -6 1	376.13	370.24	-8 -1 1	7.60	10.98	6 -6 2	3.53	5.03
1 -3 0	4018.66	3545.71	4 -6 1	60.74	60.45	-7 -1 1	14.04	13.31	-7 -5 2	23.61	29.31
2 -3 0	49.55	42.47	5 -6 1	28.15	34.42	-6 -1 1	109.47	105.90	-6 -5 2	2.08	1.74
3 -3 0	19.74	15.90	6 -6 1	7.99	6.93	-5 -1 1	101.58	89.43	-5 -5 2	92.46	92.68
4 -3 0	7.07	8.43	7 -6 1	18.08	2.21	-4 -1 1	32.43	35.57	-4 -5 2	21.88	26.01
5 -3 0	4.58	3.98	-7 -5 1	8.10	9.17	-3 -1 1	325.50	304.31	-3 -5 2	202.70	205.12
6 -3 0	57.29	58.22	-6 -5 1	164.69	168.01	-2 -1 1	1431.27	1491.21	-2 -5 2	67.33	58.64
7 -3 0	28.84	27.49	-5 -5 1	48.34	50.41	-1 -1 1	471.05	467.93	-1 -5 2	0.78	1.23
8 -3 0	29.85	41.20	-4 -5 1	78.79	71.24	0 -1 1	326.27	323.53	0 -5 2	23.90	27.36
0 -2 0	1146.88	950.39	-3 -5 1	72.96	65.09	1 -1 1	10.79	20.27	1 -5 2	72.14	75.52
1 -2 0	63.09	71.33	-2 -5 1	79.52	63.78	2 -1 1	386.06	393.31	2 -5 2	28.89	30.26
2 -2 0	2230.22	2101.87	-1 -5 1	48.36	42.77	3 -1 1	420.97	424.26	3 -5 2	190.98	184.23
3 -2 0	96.74	118.39	0 -5 1	77.57	68.84	4 -1 1	112.44	107.53	4 -5 2	32.30	34.95
4 -2 0	309.81	291.99	1 -5 1	266.01	257.93	5 -1 1	31.12	35.03	5 -5 2	23.07	21.19
5 -2 0	7.55	4.43	2 -5 1	119.37	118.88	6 -1 1	143.55	138.02	6 -5 2	8.37	9.30
6 -2 0	27.59	26.47	3 -5 1	292.54	290.18	7 -1 1	18.56	17.19	7 -5 2	7.79	10.39
7 -2 0	3.42	3.13	4 -5 1	8.54	7.72	8 -1 1	40.42	45.25	-8 -4 2	50.25	75.34
8 -2 0	22.93	26.96	5 -5 1	91.37	93.76	9 -1 1	9.54	1.00	-7 -4 2	0.57	0.05
9 -2 0	0.69	0.56	6 -5 1	7.93	8.22	-9 0 1	3.97	3.49	-6 -4 2	33.69	36.47
1 -1 0	531.66	501.99	7 -5 1	25.92	28.57	-8 0 1	21.70	25.87	-5 -4 2	22.67	22.86
2 -1 0	507.58	508.35	-8 -4 1	13.31	17.12	-7 0 1	99.23	99.29	-4 -4 2	4.59	3.55
3 -1 0	653.73	629.80	-7 -4 1	25.32	24.41	-6 0 1	0.25	0.31	-3 -4 2	38.25	37.95
4 -1 0	294.60	307.38	-6 -4 1	1.13	1.10	-5 0 1	45.24	47.68	-2 -4 2	106.24	101.53
5 -1 0	80.84	78.45	-5 -4 1	15.63	15.07	-4 0 1	86.61	83.01	-1 -4 2	30.36	25.12
6 -1 0	33.55	34.13	-4 -4 1	100.22	90.24	-3 0 1	480.10	514.59	0 -4 2	51.69	41.52
7 -1 0	74.27	65.02	-3 -4 1	185.28	160.97	-2 0 1	605.10	583.09	1 -4 2	272.28	271.02
8 -1 0	0.28	0.00	-2 -4 1	410.62	363.32	-1 0 1	1642.55	1766.96	2 -4 2	207.15	213.46
9 -1 0	10.76	11.38	-1 -4 1	9.34	12.41	0 0 1	158.51	222.51	3 -4 2	98.81	105.43
1 0 0	125.52	96.64	0 -4 1	278.94	262.41	1 0 1	232.77	240.56	4 -4 2	12.97	12.15
2 0 0	5655.79	5297.56	1 -4 1	75.23	72.54	2 0 1	598.20	648.51	5 -4 2	42.00	39.21
3 0 0	61.15	49.03	2 -4 1	54.97	51.31	3 0 1	1155.13	1175.04	6 -4 2	29.95	32.95
4 0 0	2.28	1.09	3 -4 1	76.26	76.23	4 0 1	350.80	345.40	7 -4 2	30.51	35.96
5 0 0	6.26	4.13	4 -4 1	21.20	24.10	5 0 1	3.49	3.74	8 -4 2	10.35	1.35

Çizelge E.1. (Devam) I. Kristal için, yansımaların gözlenen ve hesaplanan yapı faktörü değerleri

-3 -3 2	200.85	216.79	2 -8 3	15.06	20.09	7 -3 3	15.44	20.46	-6 -6 4	36.38	45.80
-2 -3 2	104.84	106.94	3 -8 3	15.43	23.01	8 -3 3	10.39	13.47	-5 -6 4	16.98	22.36
-1 -3 2	1951.59	1854.71	4 -8 3	8.40	1.32	-9 -2 3	4.31	0.85	-4 -6 4	23.03	24.94
0 -3 2	70.99	72.82	-5 -7 3	29.10	43.71	-8 -2 3	30.97	35.01	-3 -6 4	15.83	17.06
1 -3 2	510.11	510.22	-4 -7 3	13.44	19.40	-7 -2 3	36.46	48.60	-2 -6 4	5.89	6.88
2 -3 2	156.91	171.94	-3 -7 3	5.84	2.41	-6 -2 3	189.89	188.21	-1 -6 4	33.22	33.29
3 -3 2	312.21	302.37	-2 -7 3	15.86	16.65	-5 -2 3	94.99	100.42	0 -6 4	1.55	5.77
4 -3 2	88.22	89.38	-1 -7 3	79.91	65.16	-4 -2 3	312.15	297.98	1 -6 4	37.51	47.13
5 -3 2	51.86	50.03	0 -7 3	78.18	87.43	-3 -2 3	504.88	515.41	2 -6 4	236.61	269.65
6 -3 2	101.99	110.37	1 -7 3	45.18	42.72	-2 -2 3	29.83	19.53	3 -6 4	15.58	21.37
7 -3 2	22.34	22.58	2 -7 3	3.31	6.95	-1 -2 3	76.32	79.13	4 -6 4	47.87	59.33
8 -3 2	6.08	8.67	3 -7 3	11.94	16.77	0 -2 3	581.89	575.30	5 -6 4	9.76	14.26
-9 -2 2	1.31	0.25	4 -7 3	22.61	34.27	1 -2 3	343.72	342.84	6 -6 4	18.66	2.04
-8 -2 2	42.19	48.73	5 -7 3	57.51	84.39	2 -2 3	25.19	37.92	-7 -5 4	7.25	1.71
-7 -2 2	39.99	41.38	-6 -6 3	4.64	5.90	3 -2 3	408.20	414.93	-6 -5 4	25.59	28.99
-6 -2 2	38.61	38.03	-5 -6 3	39.77	46.95	4 -2 3	157.85	144.47	-5 -5 4	5.70	9.86
-5 -2 2	111.30	109.97	-4 -6 3	20.33	20.91	5 -2 3	123.01	110.40	-4 -5 4	59.55	65.59
-4 -2 2	273.57	275.11	-3 -6 3	3.84	3.68	6 -2 3	38.18	34.88	-3 -5 4	128.17	145.18
-3 -2 2	340.89	356.30	-2 -6 3	16.22	15.59	7 -2 3	1.36	1.58	-2 -5 4	14.27	13.90
-2 -2 2	510.40	537.15	-1 -6 3	4.02	3.07	8 -2 3	12.77	14.69	-1 -5 4	8.90	11.81
-1 -2 2	427.77	486.47	0 -6 3	64.01	61.50	-9 -1 3	3.21	0.56	0 -5 4	150.45	157.89
0 -2 2	1932.95	1806.86	1 -6 3	259.28	258.12	-8 -1 3	2.53	2.08	1 -5 4	1.02	0.10
1 -2 2	207.83	230.23	2 -6 3	57.46	56.78	-7 -1 3	13.57	12.69	2 -5 4	77.32	76.52
2 -2 2	126.63	130.59	3 -6 3	325.54	369.91	-6 -1 3	159.47	151.15	3 -5 4	12.66	9.80
3 -2 2	56.39	41.63	4 -6 3	7.05	8.63	-5 -1 3	212.54	200.92	4 -5 4	11.49	11.37
4 -2 2	171.35	167.92	5 -6 3	7.38	9.45	-4 -1 3	194.57	194.31	5 -5 4	18.68	25.68
5 -2 2	54.57	43.65	6 -6 3	4.49	7.88	-3 -1 3	512.70	528.95	6 -5 4	7.62	9.28
6 -2 2	16.22	12.84	-7 -5 3	10.85	16.00	-2 -1 3	463.14	489.18	7 -5 4	4.60	0.58
7 -2 2	7.50	7.61	-6 -5 3	42.38	53.56	-1 -1 3	258.87	286.51	-8 -4 4	19.99	3.21
8 -2 2	7.18	9.31	-5 -5 3	43.96	44.78	0 -1 3	590.35	641.86	-7 -4 4	8.95	8.16
-9 -1 2	11.63	14.99	-4 -5 3	10.53	10.17	1 -1 3	52.69	61.18	-6 -4 4	0.85	1.13
-8 -1 2	19.26	16.79	-3 -5 3	54.34	44.15	2 -1 3	130.62	111.94	-5 -4 4	25.16	26.55
-7 -1 2	4.31	4.25	-2 -5 3	41.43	41.62	3 -1 3	93.44	93.63	-4 -4 4	93.51	92.69
-6 -1 2	71.94	56.74	-1 -5 3	85.90	82.64	4 -1 3	47.59	50.62	-3 -4 4	317.20	339.38
-5 -1 2	45.52	49.45	0 -5 3	33.62	36.51	5 -1 3	146.83	118.46	-2 -4 4	10.29	12.75
-4 -1 2	156.73	160.46	1 -5 3	218.39	220.18	6 -1 3	17.69	16.55	-1 -4 4	394.44	385.86
-3 -1 2	600.40	636.74	2 -5 3	506.42	524.95	7 -1 3	7.49	7.21	0 -4 4	562.75	575.85
-2 -1 2	628.45	634.39	3 -5 3	29.01	30.36	8 -1 3	11.90	14.75	1 -4 4	26.89	25.66
-1 -1 2	1089.49	1091.60	4 -5 3	98.12	108.21	-9 0 3	31.53	4.28	2 -4 4	75.46	74.31
0 -1 2	1067.20	1000.17	5 -5 3	40.57	48.43	-8 0 3	21.60	34.50	3 -4 4	28.29	22.00
1 -1 2	2972.79	2977.67	6 -5 3	12.88	17.94	-7 0 3	3.41	4.57	4 -4 4	127.47	125.49
2 -1 2	1051.43	1077.68	7 -5 3	9.77	10.81	-6 0 3	10.38	9.69	5 -4 4	15.09	19.64
3 -1 2	625.72	648.33	-8 -4 3	8.59	0.78	-5 0 3	164.06	152.43	6 -4 4	23.45	23.23
4 -1 2	244.44	243.57	-7 -4 3	6.61	6.20	-4 0 3	0.67	0.70	7 -4 4	31.24	40.49
5 -1 2	87.41	72.65	-6 -4 3	70.05	80.91	-3 0 3	58.55	64.99	-8 -3 4	11.14	14.02
6 -1 2	82.65	67.85	-5 -4 3	197.76	204.58	-2 0 3	18.89	29.46	-7 -3 4	6.66	6.35
7 -1 2	14.69	17.08	-4 -4 3	226.71	226.27	-1 0 3	0.50	0.25	-6 -3 4	11.03	13.52
8 -1 2	8.42	8.69	-3 -4 3	41.77	40.08	0 0 3	315.37	325.58	-5 -3 4	110.08	103.84
9 -1 2	0.74	0.18	-2 -4 3	52.63	50.63	1 0 3	590.90	572.31	-4 -3 4	38.80	43.63
-9 0 2	2.20	2.15	-1 -4 3	241.95	258.77	2 0 3	386.75	404.35	-3 -3 4	138.42	143.09
-8 0 2	25.25	27.76	0 -4 3	118.44	120.39	3 0 3	897.15	839.89	-2 -3 4	54.29	46.29
-7 0 2	0.51	0.44	1 -4 3	59.96	60.44	4 0 3	20.85	16.75	-1 -3 4	57.97	51.30
-6 0 2	134.03	135.43	2 -4 3	39.52	48.56	5 0 3	8.83	5.69	0 -3 4	20.27	22.80
-5 0 2	26.65	34.86	3 -4 3	12.80	14.78	6 0 3	48.87	41.59	1 -3 4	70.70	72.22
-4 0 2	688.10	700.14	4 -4 3	36.09	33.12	7 0 3	46.20	45.35	2 -3 4	25.91	27.44
-3 0 2	409.49	453.83	5 -4 3	49.65	49.44	8 0 3	2.36	5.03	3 -3 4	126.50	127.49
-2 0 2	1092.45	1045.06	6 -4 3	21.73	19.65	-3 -8 4	43.52	4.86	4 -3 4	126.57	119.25
-1 0 2	1484.20	1663.23	7 -4 3	1.66	1.98	-2 -8 4	18.31	21.26	5 -3 4	42.09	35.28
0 0 2	1108.13	1077.48	8 -4 3	5.67	0.32	-1 -8 4	11.64	16.85	6 -3 4	29.05	29.69
1 0 2	1160.55	1317.53	-8 -3 3	55.72	75.01	0 -8 4	10.95	16.17	7 -3 4	2.77	2.80
2 0 2	2164.79	2296.85	-7 -3 3	1.06	0.30	1 -8 4	10.16	11.49	8 -3 4	0.74	0.15
3 0 2	1.83	5.60	-6 -3 3	74.85	87.62	2 -8 4	0.09	0.21	-8 -2 4	3.20	1.38
4 0 2	250.78	252.07	-5 -3 3	9.25	9.68	3 -8 4	0.40	0.15	-7 -2 4	9.92	9.35
5 0 2	373.75	354.13	-4 -3 3	46.32	56.17	-5 -7 4	4.03	0.73	-6 -2 4	161.09	158.08
6 0 2	16.97	16.55	-3 -3 3	5.35	7.07	-4 -7 4	7.64	14.54	-5 -2 4	65.24	63.09
7 0 2	111.70	110.04	-2 -3 3	13.18	13.57	-3 -7 4	20.45	19.54	-4 -2 4	1.49	1.19
8 0 2	22.55	21.98	-1 -3 3	155.71	144.53	-2 -7 4	90.73	112.87	-3 -2 4	55.24	59.62
9 0 2	7.08	0.70	0 -3 3	41.16	42.19	-1 -7 4	70.38	87.71	-2 -2 4	131.17	137.57
-4 -8 3	20.08	2.39	1 -3 3	249.00	272.71	0 -7 4	51.72	64.81	-1 -2 4	424.84	404.20
-3 -8 3	12.04	10.21	2 -3 3	1008.18	1046.00	1 -7 4	39.97	46.31	0 -2 4	114.46	100.34

Çizelge E.1. (Devam) I. Kristal için, yansımaların gözlenen ve hesaplanan yapı faktörü değerleri

5 -2 4	3.00	3.00	4 -5 5	16.72	22.78	-1 0 5	90.16	85.72	-1 -2 6	86.86	76.91
6 -2 4	10.08	12.12	5 -5 5	13.55	16.91	0 0 5	37.59	33.90	0 -2 6	188.75	185.13
7 -2 4	11.43	13.24	6 -5 5	3.71	6.65	1 0 5	532.95	517.19	1 -2 6	13.32	11.98
8 -2 4	27.54	33.80	-7 -4 5	4.18	6.02	2 0 5	60.03	52.17	2 -2 6	105.01	100.23
-8 -1 4	1.15	1.20	-6 -4 5	3.45	6.64	3 0 5	61.14	55.62	3 -2 6	0.50	0.63
-7 -1 4	23.20	23.54	-5 -4 5	3.73	3.66	4 0 5	4.24	2.93	4 -2 6	36.18	44.56
-6 -1 4	5.18	3.35	-4 -4 5	75.77	79.27	5 0 5	269.98	242.54	5 -2 6	15.46	15.67
-5 -1 4	68.35	66.14	-3 -4 5	156.54	171.88	6 0 5	0.04	0.16	6 -2 6	0.36	1.02
-4 -1 4	148.63	125.98	-2 -4 5	115.13	100.02	7 0 5	70.45	79.35	7 -2 6	7.83	1.17
-3 -1 4	445.15	455.64	-1 -4 5	39.01	38.94	8 0 5	1.25	0.19	-8 -1 6	22.04	2.92
-2 -1 4	777.14	744.49	0 -4 5	40.62	40.18	-3 -7 6	26.72	4.41	-7 -1 6	2.06	1.53
-1 -1 4	59.61	52.14	1 -4 5	22.17	23.71	-2 -7 6	71.85	114.14	-6 -1 6	14.60	14.82
0 -1 4	330.02	321.16	2 -4 5	135.06	139.30	-1 -7 6	3.16	3.93	-5 -1 6	37.23	33.54
1 -1 4	217.93	209.01	3 -4 5	159.72	151.14	0 -7 6	8.65	12.31	-4 -1 6	55.07	54.82
2 -1 4	137.82	131.97	4 -4 5	42.59	48.74	1 -7 6	4.84	4.91	-3 -1 6	304.09	284.93
3 -1 4	126.24	113.81	5 -4 5	70.09	81.46	2 -7 6	20.49	25.18	-2 -1 6	19.26	15.66
4 -1 4	81.84	73.42	6 -4 5	6.09	8.59	3 -7 6	15.78	1.87	-1 -1 6	86.46	84.94
5 -1 4	192.04	186.74	7 -4 5	5.73	0.89	-5 -6 6	0.59	0.50	0 -1 6	19.63	17.22
6 -1 4	18.96	20.24	-8 -3 5	4.63	0.80	-4 -6 6	26.74	37.29	1 -1 6	28.58	24.97
7 -1 4	11.56	11.36	-7 -3 5	4.26	6.19	-3 -6 6	16.67	20.80	2 -1 6	92.60	84.79
8 -1 4	47.33	61.53	-6 -3 5	44.83	50.34	-2 -6 6	31.12	31.14	3 -1 6	43.09	36.50
-8 0 4	26.89	32.04	-5 -3 5	24.66	24.81	-1 -6 6	12.74	14.72	4 -1 6	28.38	23.44
-7 0 4	0.00	0.04	-4 -3 5	15.47	14.50	0 -6 6	5.58	7.03	5 -1 6	36.27	36.14
-6 0 4	20.45	19.53	-3 -3 5	122.66	111.07	1 -6 6	10.48	11.12	6 -1 6	35.27	36.08
-5 0 4	0.09	0.03	-2 -3 5	59.90	62.98	2 -6 6	22.65	21.46	7 -1 6	17.78	23.54
-4 0 4	151.61	157.50	-1 -3 5	34.82	37.63	3 -6 6	8.04	8.98	-8 0 6	4.91	0.85
-3 0 4	168.74	171.91	0 -3 5	101.97	101.15	4 -6 6	23.61	32.47	-7 0 6	5.92	10.83
-2 0 4	543.40	553.11	1 -3 5	46.25	45.91	-6 -5 6	6.82	1.38	-6 0 6	58.10	58.56
-1 0 4	66.42	59.04	2 -3 5	327.67	339.79	-5 -5 6	3.23	1.43	-5 0 6	44.81	47.52
0 0 4	30.02	24.63	3 -3 5	4.62	3.98	-4 -5 6	47.26	57.13	-4 0 6	1.70	1.55
1 0 4	142.67	153.80	4 -3 5	13.47	10.89	-3 -5 6	40.81	37.79	-3 0 6	78.75	74.54
2 0 4	75.67	72.74	5 -3 5	1.51	1.42	-2 -5 6	98.14	99.45	-2 0 6	16.02	14.72
3 0 4	453.76	429.03	6 -3 5	50.22	52.07	-1 -5 6	116.49	135.19	-1 0 6	310.53	296.60
4 0 4	282.21	278.02	7 -3 5	6.23	13.64	0 -5 6	82.46	77.58	0 0 6	0.14	0.00
5 0 4	484.58	475.44	-8 -2 5	14.35	23.34	1 -5 6	86.45	97.71	1 0 6	12.95	12.09
6 0 4	142.76	139.51	-7 -2 5	43.87	46.02	2 -5 6	3.40	2.15	2 0 6	8.06	5.55
7 0 4	18.39	18.55	-6 -2 5	5.36	5.66	3 -5 6	2.62	5.35	3 0 6	109.01	93.00
8 0 4	6.67	7.43	-5 -2 5	126.95	127.30	4 -5 6	14.09	17.87	4 0 6	285.78	259.37
-2 -8 5	2.77	0.82	-4 -2 5	25.52	25.08	5 -5 6	0.62	0.17	5 0 6	3.06	3.07
-1 -8 5	6.21	1.28	-3 -2 5	33.14	28.84	-7 -4 6	0.62	0.09	6 0 6	63.08	63.67
0 -8 5	32.39	5.57	-2 -2 5	227.56	223.35	-6 -4 6	6.06	11.23	7 0 6	0.37	0.27
1 -8 5	8.83	1.44	-1 -2 5	118.14	107.90	-5 -4 6	41.99	52.25	-2 -7 7	16.75	1.76
2 -8 5	1.72	0.38	0 -2 5	267.93	264.11	-4 -4 6	17.27	19.93	-1 -7 7	19.79	3.42
-4 -7 5	10.54	20.64	1 -2 5	6.12	8.89	-3 -4 6	160.50	171.58	0 -7 7	2.79	0.89
-3 -7 5	91.22	138.00	2 -2 5	22.88	17.48	-2 -4 6	0.50	0.12	1 -7 7	4.62	0.69
-2 -7 5	0.23	1.65	3 -2 5	35.50	37.64	-1 -4 6	21.54	18.29	-4 -6 7	7.86	1.12
-1 -7 5	7.47	10.28	4 -2 5	37.08	35.01	0 -4 6	49.67	48.51	-3 -6 7	19.02	28.20
0 -7 5	23.11	26.82	5 -2 5	8.92	9.09	1 -4 6	37.64	32.43	-2 -6 7	15.47	22.60
1 -7 5	55.73	79.39	6 -2 5	4.12	4.33	2 -4 6	14.45	10.06	-1 -6 7	4.06	5.90
2 -7 5	22.67	31.57	7 -2 5	69.11	85.41	3 -4 6	36.56	33.28	0 -6 7	2.20	2.98
3 -7 5	35.44	50.62	-8 -1 5	1.54	4.08	4 -4 6	2.63	5.86	1 -6 7	2.09	1.12
4 -7 5	5.15	0.52	-7 -1 5	47.23	58.96	5 -4 6	0.11	0.87	2 -6 7	17.62	26.28
-6 -6 5	4.69	0.66	-6 -1 5	100.22	97.79	6 -4 6	1.46	2.96	3 -6 7	15.64	1.66
-5 -6 5	22.40	34.08	-5 -1 5	32.88	35.17	-7 -3 6	5.77	8.43	-5 -5 7	1.22	0.22
-4 -6 5	23.40	34.96	-4 -1 5	4.45	4.88	-6 -3 6	11.61	17.35	-4 -5 7	10.04	9.89
-3 -6 5	7.35	8.22	-3 -1 5	54.02	53.49	-5 -3 6	100.64	121.58	-3 -5 7	5.55	6.31
-2 -6 5	4.79	4.48	-2 -1 5	45.09	54.35	-4 -3 6	47.89	43.18	-2 -5 7	75.18	86.86
-1 -6 5	17.03	16.72	-1 -1 5	144.82	136.59	-3 -3 6	240.19	239.67	-1 -5 7	21.42	27.92
0 -6 5	71.75	77.63	0 -1 5	84.20	73.66	-2 -3 6	117.13	104.67	0 -5 7	196.21	217.04
1 -6 5	25.60	34.06	1 -1 5	68.99	70.67	-1 -3 6	22.17	20.40	1 -5 7	10.64	9.70
2 -6 5	42.52	49.50	2 -1 5	217.83	213.38	0 -3 6	75.85	61.80	2 -5 7	29.82	41.21
3 -6 5	40.36	48.98	3 -1 5	104.37	110.22	1 -3 6	111.93	90.39	3 -5 7	6.77	11.65
4 -6 5	14.85	18.30	4 -1 5	93.52	93.05	2 -3 6	6.04	7.60	4 -5 7	29.50	44.99
5 -6 5	33.77	46.90	5 -1 5	14.50	10.85	3 -3 6	39.35	39.79	-6 -4 7	0.42	0.04
-6 -5 5	11.50	18.53	6 -1 5	3.64	4.87	4 -3 6	10.01	12.68	-5 -4 7	9.81	11.45
-5 -5 5	3.59	6.62	7 -1 5	16.73	19.90	5 -3 6	120.18	135.70	-4 -4 7	1.18	1.77
-4 -5 5	31.05	36.31	8 -1 5	14.52	1.97	6 -3 6	10.25	11.64	-3 -4 7	36.66	43.25
-3 -5 5	42.76	45.40	-8 0 5	0.00	0.14	7 -3 6	0.83	0.00	-2 -4 7	13.28	16.81
-2 -5 5	46.09	50.21	-7 0 5	0.32	0.69	-7 -2 6	33.34	41.91	-1 -4 7	61.37	66.09
-1 -5 5	229.28	221.20	-6 0 5	19.98	21.16	-6 -2 6	6.58	6.77	0 -4 7	93.44	99.01

Çizelge E.1. (Devam) I. Kristal için, yansımaların gözlenen ve hesaplanan yapı faktörü değerleri

5 -4 7	2.55	2.90	2 0 7	122.08	106.71	-6 -1 8	8.34	12.81	0 -2 9	58.35	65.70
-6 -3 7	27.27	36.73	3 0 7	147.69	125.90	-5 -1 8	0.78	0.08	1 -2 9	1.59	1.59
-5 -3 7	4.21	6.27	4 0 7	14.32	14.14	-4 -1 8	21.43	22.35	2 -2 9	16.85	20.40
-4 -3 7	46.96	52.21	5 0 7	144.78	152.75	-3 -1 8	18.19	15.24	3 -2 9	6.91	7.72
-3 -3 7	16.53	19.22	6 0 7	1.67	2.31	-2 -1 8	38.25	36.09	4 -2 9	5.16	0.48
-2 -3 7	53.03	51.51	-2 -6 8	9.71	1.83	-1 -1 8	78.61	75.71	-5 -1 9	1.16	1.20
-1 -3 7	40.95	42.78	-1 -6 8	5.18	0.22	0 -1 8	9.75	9.17	-4 -1 9	4.28	4.19
0 -3 7	15.51	15.60	0 -6 8	2.30	0.28	1 -1 8	4.26	3.87	-3 -1 9	4.92	4.82
1 -3 7	4.72	4.23	1 -6 8	4.12	0.84	2 -1 8	68.15	73.39	-2 -1 9	36.79	38.13
2 -3 7	22.23	22.85	-4 -5 8	4.43	1.22	3 -1 8	10.24	10.36	-1 -1 9	105.96	117.81
3 -3 7	26.09	31.30	-3 -5 8	3.33	5.55	4 -1 8	19.86	21.23	0 -1 9	11.89	14.78
4 -3 7	133.52	152.69	-2 -5 8	10.04	12.48	5 -1 8	4.96	5.51	1 -1 9	62.04	65.15
5 -3 7	3.95	7.11	-1 -5 8	40.23	42.13	6 -1 8	1.48	0.37	2 -1 9	45.14	51.87
6 -3 7	10.66	1.01	0 -5 8	30.75	38.14	-6 0 8	0.92	0.32	3 -1 9	7.17	9.25
-7 -2 7	2.56	0.27	1 -5 8	1.70	3.10	-5 0 8	5.33	7.11	4 -1 9	17.34	23.29
-6 -2 7	6.13	8.77	2 -5 8	64.51	101.56	-4 0 8	84.90	94.81	-5 0 9	0.17	0.16
-5 -2 7	0.61	3.48	3 -5 8	2.59	0.22	-3 0 8	31.98	34.07	-4 0 9	33.17	44.91
-4 -2 7	3.22	4.03	-5 -4 8	2.81	0.26	-2 0 8	84.99	90.01	-3 0 9	12.75	12.67
-3 -2 7	14.09	10.57	-4 -4 8	66.27	95.21	-1 0 8	40.02	34.84	-2 0 9	13.51	16.47
-2 -2 7	103.47	111.03	-3 -4 8	17.89	24.84	0 0 8	0.75	0.98	-1 0 9	15.50	18.71
-1 -2 7	100.44	93.86	-2 -4 8	20.30	26.19	1 0 8	153.51	152.32	0 0 9	3.41	4.36
0 -2 7	278.62	277.84	-1 -4 8	9.14	8.96	2 0 8	0.16	0.13	1 0 9	0.37	0.32
1 -2 7	118.14	114.45	0 -4 8	16.70	20.35	3 0 8	69.70	72.22	2 0 9	6.85	5.40
2 -2 7	40.35	40.69	1 -4 8	31.02	35.51	4 0 8	9.00	8.36	3 0 9	4.92	8.36
3 -2 7	130.15	133.65	2 -4 8	25.39	24.19	5 0 8	1.78	3.15	4 0 9	0.21	0.00
4 -2 7	5.89	5.19	3 -4 8	7.63	9.98	6 0 8	5.54	0.97	5 0 9	5.50	0.71
5 -2 7	15.93	19.23	4 -4 8	11.34	17.08	-2 -5 9	4.83	0.14	-2 -3 10	12.88	2.16
6 -2 7	3.65	6.04	-6 -3 8	30.45	5.20	-1 -5 9	11.25	1.18	-1 -3 10	10.71	1.31
-7 -1 7	7.40	8.19	-5 -3 8	9.15	10.22	0 -5 9	4.38	1.01	0 -3 10	40.69	4.67
-6 -1 7	18.96	25.92	-4 -3 8	23.05	29.87	1 -5 9	14.78	1.70	1 -3 10	8.10	1.62
-5 -1 7	10.58	9.59	-3 -3 8	90.86	106.34	-3 -4 9	3.20	3.48	-3 -2 10	15.93	2.13
-4 -1 7	23.92	25.55	-2 -3 8	10.21	11.66	-2 -4 9	2.80	4.87	-2 -2 10	25.25	28.92
-3 -1 7	6.27	4.31	-1 -3 8	8.01	7.24	-1 -4 9	5.43	7.70	-1 -2 10	39.39	45.31
-2 -1 7	4.28	5.53	0 -3 8	1.50	2.07	0 -4 9	15.10	16.65	0 -2 10	20.53	23.05
-1 -1 7	137.23	129.34	1 -3 8	17.55	17.20	1 -4 9	12.49	17.41	1 -2 10	47.02	63.87
0 -1 7	11.43	10.52	2 -3 8	29.88	36.66	2 -4 9	8.38	14.77	2 -2 10	14.68	1.90
1 -1 7	130.07	111.99	3 -3 8	29.74	36.08	3 -4 9	7.73	1.32	-4 -1 10	1.55	0.18
2 -1 7	144.41	126.78	4 -3 8	1.32	1.58	-4 -3 9	5.54	5.24	-3 -1 10	17.48	21.92
3 -1 7	64.68	54.66	5 -3 8	3.81	0.34	-3 -3 9	35.09	47.82	-2 -1 10	31.52	40.70
4 -1 7	22.95	19.53	-6 -2 8	3.60	0.78	-2 -3 9	13.50	21.84	-1 -1 10	25.50	29.62
5 -1 7	9.35	11.05	-5 -2 8	30.78	37.73	-1 -3 9	4.08	4.28	0 -1 10	54.21	59.97
6 -1 7	33.15	40.15	-4 -2 8	8.49	15.19	0 -3 9	53.39	69.32	1 -1 10	11.29	13.18
-7 0 7	8.32	7.44	-3 -2 8	17.14	13.42	1 -3 9	11.07	13.96	2 -1 10	13.21	17.32
-6 0 7	5.36	5.17	-2 -2 8	113.61	111.78	2 -3 9	32.24	46.14	3 -1 10	7.56	0.86
-5 0 7	87.62	95.14	-1 -2 8	163.59	151.46	3 -3 9	4.36	5.75	-4 0 10	20.23	2.64
-4 0 7	14.08	13.03	0 -2 8	79.74	85.51	4 -3 9	24.14	3.17	-3 0 10	16.89	25.39
-3 0 7	0.05	0.14	1 -2 8	91.42	87.12	-5 -2 9	6.88	0.95	-2 0 10	0.17	0.29
-2 0 7	0.31	0.22	2 -2 8	12.57	12.22	-4 -2 9	0.32	0.06	-1 0 10	10.25	12.23
-1 0 7	30.67	25.21	3 -2 8	66.53	76.31	-3 -2 9	21.69	25.83	0 0 10	1.77	2.07
0 0 7	0.01	0.15	4 -2 8	3.29	3.34	-2 -2 9	24.74	29.34	1 0 10	2.62	2.78
1 0 7	6.85	7.12	5 -2 8	3.54	4.81	-1 -2 9	66.89	76.86	2 0 10	28.97	35.90

**Ek.2.**  $C_7H_8Br_4$  Kristaline Ait Atomların gözlenen ve hesaplanan yapı faktörü değerleri.



Çizelge E.2. II. Kristal için, yansımaların gözlenen ve hesaplanan yapı faktörü değerleri

H K L	Fc	Fo	H K L	Fc	Fo	H K L	Fc	Fo	H K L	Fc	Fo	H K L	Fc	Fo
1 0 0	81.60	102.44	2 5 0	162.88	158.06	5 -4 1	221.12	230.12	5 1 1	51.42	59.58	6 1 1	31.28	144.56
2 0 0	14423.97	14459.41	3 5 0	300.86	288.96	6 -4 1	15.90	21.70	7 1 1	28.15	43.04	8 1 1	28.15	43.04
3 0 0	4199.38	4200.64	4 5 0	465.10	490.39	7 -4 1	86.53	78.16	9 1 1	28.15	43.04	10 1 1	28.15	43.04
4 0 0	460.12	437.87	5 5 0	1.73	7.13	-6 -3 1	0.08	17.09	-7 2 1	490.87	533.42	-8 2 1	490.87	533.42
5 0 0	315.32	311.35	-6 6 0	24.84	0.77	-5 -3 1	732.40	677.17	-6 2 1	470.06	416.70	-7 2 1	470.06	416.70
6 0 0	1750.06	1788.41	-5 6 0	141.73	36.58	-4 -3 1	233.61	184.20	-5 2 1	396.02	402.38	-6 2 1	396.02	402.38
7 0 0	6.99	59.39	-4 6 0	19.34	48.65	-3 -3 1	576.45	534.55	-4 2 1	73.21	64.58	-5 2 1	73.21	64.58
-7 1 0	0.55	27.62	-3 6 0	1071.28	971.47	-2 -3 1	2645.68	2656.89	-3 2 1	2548.36	2620.56	-4 2 1	2548.36	2620.56
-6 1 0	60.01	41.61	-2 6 0	214.90	207.05	-1 -3 1	7.78	9.75	-2 2 1	939.60	996.72	-3 2 1	939.60	996.72
-5 1 0	3160.49	3067.63	-1 6 0	173.83	183.21	0 -3 1	1019.81	912.35	-1 2 1	7319.14	7559.41	0 2 1	7319.14	7559.41
-4 1 0	1151.76	1168.30	0 6 0	73.80	107.94	1 -3 1	529.77	592.42	0 2 1	1280.92	1211.20	1 2 1	1280.92	1211.20
-3 1 0	6406.67	6037.54	1 6 0	4.41	18.95	2 -3 1	5.07	7.53	1 2 1	338.78	324.83	2 2 1	338.78	324.83
-2 1 0	8793.56	9049.18	2 6 0	13.22	27.62	3 -3 1	115.17	136.47	2 2 1	3057.26	2890.61	3 2 1	3057.26	2890.61
-1 1 0	1503.86	1558.10	3 6 0	147.29	177.64	4 -3 1	3070.53	3071.68	3 2 1	3215.41	3111.01	4 2 1	3215.41	3111.01
0 1 0	37.48	81.65	4 6 0	156.88	239.46	5 -3 1	21.73	17.60	4 2 1	3142.09	3085.21	5 2 1	3142.09	3085.21
1 1 0	786.93	776.39	-5 7 0	63.33	77.09	6 -3 1	722.08	719.05	5 2 1	170.44	184.87	6 2 1	170.44	184.87
2 1 0	5870.10	5911.24	-4 7 0	219.63	235.70	7 -3 1	0.15	8.85	6 2 1	1065.45	1181.68	7 2 1	1065.45	1181.68
3 1 0	208.75	200.09	-3 7 0	24.11	1.77	-7 -2 1	2.62	25.61	7 2 1	13.94	33.55	8 2 1	13.94	33.55
4 1 0	4697.65	4485.08	-2 7 0	147.56	188.87	-6 -2 1	12.83	2.47	-7 3 1	153.90	129.16	-8 3 1	153.90	129.16
5 1 0	85.53	107.18	-1 7 0	163.06	114.63	-5 -2 1	151.26	184.20	-6 3 1	16.64	69.98	-7 3 1	16.64	69.98
6 1 0	61.60	92.10	0 7 0	2.04	40.52	-4 -2 1	1092.24	1118.82	-5 3 1	2446.50	2474.09	-6 3 1	2446.50	2474.09
7 1 0	159.77	153.19	1 7 0	2.07	18.01	-3 -2 1	4040.48	4044.06	-4 3 1	828.21	822.59	-5 3 1	828.21	822.59
-7 2 0	405.65	422.19	2 7 0	155.48	102.44	-2 -2 1	350.02	329.24	-3 3 1	190.72	191.56	-4 3 1	190.72	191.56
-6 2 0	337.78	340.40	-3 8 0	112.29	19.27	-1 -2 1	2580.47	2567.15	-2 3 1	5342.00	5505.92	-3 3 1	5342.00	5505.92
-5 2 0	53.84	54.25	-2 8 0	4.28	49.16	0 -2 1	10.09	50.20	-1 3 1	7419.77	7413.80	0 3 1	7419.77	7413.80
-4 2 0	471.82	420.69	-1 8 0	4.03	58.09	1 -2 1	259.50	283.18	0 3 1	46.24	58.27	1 3 1	46.24	58.27
-3 2 0	2582.02	2690.94	0 8 0	4.92	8.78	2 -2 1	128.70	231.23	1 3 1	23988.10	23753.85	2 3 1	23988.10	23753.85
-2 2 0	7988.72	8244.32	0 -8 1	1.32	204.25	3 -2 1	2715.35	2442.65	2 3 1	1616.26	1404.22	3 3 1	1616.26	1404.22
-1 2 0	19582.57	19757.92	1 -8 1	173.02	45.64	4 -2 1	728.29	669.58	3 3 1	4116.03	3968.42	4 3 1	4116.03	3968.42
0 2 0	26201.73	24002.59	2 -8 1	22.49	61.48	5 -2 1	705.71	737.48	4 3 1	1005.95	1116.37	5 3 1	1005.95	1116.37
1 2 0	3167.71	3314.18	3 -8 1	438.30	424.70	6 -2 1	17.43	16.99	5 3 1	79.66	102.19	6 3 1	79.66	102.19
2 2 0	9056.52	9074.72	-2 -7 1	94.68	51.41	7 -2 1	248.47	299.84	6 3 1	0.61	54.43	7 3 1	0.61	54.43
3 2 0	1543.37	1368.80	-1 -7 1	1515.13	1414.29	-7 -1 1	28.98	22.62	-7 4 1	717.69	689.28	-8 4 1	717.69	689.28
4 2 0	46.16	5.37	0 -7 1	67.53	100.23	-6 -1 1	500.57	522.21	-6 4 1	4.67	57.34	-7 4 1	4.67	57.34
5 2 0	1493.79	1478.28	1 -7 1	1734.39	1797.70	-5 -1 1	778.88	748.78	-5 4 1	57.22	58.83	-6 4 1	57.22	58.83
6 2 0	452.11	493.63	2 -7 1	167.78	141.94	-4 -1 1	3994.49	3838.90	-4 4 1	1603.67	1553.29	-5 4 1	1603.67	1553.29
7 2 0	114.80	25.24	3 -7 1	67.90	22.73	-3 -1 1	975.52	993.64	-3 4 1	1698.84	1794.60	-4 4 1	1698.84	1794.60
-7 3 0	5.59	4.87	4 -7 1	136.78	78.59	-2 -1 1	2082.35	2042.30	-2 4 1	1622.32	1660.82	-3 4 1	1622.32	1660.82
-6 3 0	227.84	189.54	5 -7 1	401.89	395.08	-1 -1 1	3568.10	3463.25	-1 4 1	6181.00	6508.78	0 4 1	6181.00	6508.78
-5 3 0	2162.79	2233.96	-4 -6 1	627.46	730.87	0 -1 1	183.52	203.21	0 4 1	316.77	339.50	1 4 1	316.77	339.50
-4 3 0	102.97	80.77	-3 -6 1	470.40	463.23	1 -1 1	310.76	369.34	1 4 1	5.22	11.08	2 4 1	5.22	11.08
-3 3 0	10675.50	10675.37	-2 -6 1	1330.45	1330.28	2 -1 1	9148.46	9542.94	2 4 1	70.32	84.99	3 4 1	70.32	84.99
-2 3 0	2.82	4.05	-1 -6 1	237.44	216.99	3 -1 1	2.85	8.93	3 4 1	1763.45	1810.13	4 4 1	1763.45	1810.13
-1 3 0	3204.04	3073.04	0 -6 1	7.41	14.85	4 -1 1	3527.63	3535.38	4 4 1	118.91	152.59	5 4 1	118.91	152.59
0 3 0	4.69	1.34	1 -6 1	234.02	226.43	5 -1 1	222.75	206.70	5 4 1	890.75	843.00	6 4 1	890.75	843.00
1 3 0	1033.38	1046.61	2 -6 1	303.82	308.77	6 -1 1	36.11	47.47	6 4 1	256.87	226.07	7 4 1	256.87	226.07
2 3 0	266.04	244.01	3 -6 1	1052.23	902.80	7 -1 1	77.88	1.49	7 4 1	737.11	770.29	8 4 1	737.11	770.29
3 3 0	1816.75	1675.76	4 -6 1	89.06	89.54	-7 0 1	81.81	188.53	-4 5 1	91.77	64.38	-5 5 1	91.77	64.38
4 3 0	119.34	93.04	5 -6 1	56.04	24.75	-6 0 1	292.63	234.20	-3 5 1	431.80	453.31	-4 5 1	431.80	453.31
5 3 0	80.63	62.44	6 -6 1	3.56	135.62	-5 0 1	244.09	316.10	-2 5 1	744.05	748.11	-3 5 1	744.05	748.11
6 3 0	18.29	4.25	-5 -5 1	2.01	7.59	-4 0 1	0.33	5.37	-1 5 1	2817.61	3265.23	0 5 1	2817.61	3265.23
-7 4 0	111.66	69.57	-4 -5 1	17.71	13.21	-3 0 1	239.61	211.28	0 5 1	3828.87	4218.04	1 5 1	3828.87	4218.04
-6 4 0	14.02	39.90	-3 -5 1	122.05	120.71	-2 0 1	2305.80	2201.80	1 5 1	6482.79	5999.70	2 5 1	6482.79	5999.70
-5 4 0	15.10	20.47	-2 -5 1	1351.13	1287.05	-1 0 1	8.82	15.80	2 5 1	652.07	637.78	3 5 1	652.07	637.78
-4 4 0	2.84	18.11	-1 -5 1	1388.79	1300.20	1 0 1	87.48	75.59	3 5 1	1618.81	1735.18	4 5 1	1618.81	1735.18
-3 4 0	1177.43	1173.31	0 -5 1	2607.70	2538.80	2 0 1	4952.88	4846.51	4 5 1	86.57	31.60	5 5 1	86.57	31.60
-2 4 0	314.00	327.92	1 -5 1	1805.46	1793.57	3 0 1	84.97	65.36	5 5 1	17.92	65.76	6 5 1	17.92	65.76
-1 4 0	7888.43	7956.78	2 -5 1	0.51	30.25	4 0 1	4870.92	4967.80	-6 6 1	2.97	40.67	-5 6 1	2.97	40.67
0 4 0	363.76	318.27	3 -5 1	60.41	78.59	5 0 1	614.17	663.91	-5 6 1	94.58	122.87	-4 6 1	94.58	122.87
1 4 0	1968.25	1888.79	4 -5 1	1220.75	1163.30	6 0 1	780.15	772.32	-4 6 1	1048.94	1050.55	-3 6 1	1048.94	1050.55
2 4 0	693.95	659.52	5 -5 1	345.85	326.15	7 0 1	202.02	251.69	-3 6 1	6.24	53.89	-2 6 1	6.24	53.89
3 4 0	123.87	111.26	6 -5 1	571.10	581.78	-7 1 1	60.04	1.52	-2 6 1	2535.07	2583.24	-3 6 1	2535.07	2583.24
4 4 0	212.52	182.22	7 -5 1	113.64	159.29	-6 1 1	967.55	968.43	-1 6 1	448.07	516.65	0 6 1	448.07	516.65
5 4 0	774.49	797.60	-5 -4 1	159.26	137.90	-5 1 1	461.45	441.96	0 6 1	783.90	845.13	1 6 1	783.90	845.13
-7 5 0	13.44	23.79	-4 -4 1	1357.06	1395.09	-4 1 1	6433.74	6230.46	1 6 1	5.29	52.47	2 6 1	5.29	52.47
-6 5 0	259.16	267.80	-3 -4 1	77.27	50.71	-3 1 1	12.67	7.00	2 6 1	159.45	165.19	3 6 1	159.45	165.19
-5 5 0	264.49	302.38	-2 -4 1	5092.97	4795.70	-2 1 1	3703.25	3823.81	3 6 1	220.25	236.07	4 6 1	220.25	236.07
-4 5 0	666.93	662.02	-1 -4 1	246.51	240.97	-1 1 1	14763.22	15549.64	4 6 1	301.84	385.92	5 6 1	301.84	385.92
-3 5 0	1569.37	1526.49	0 -4 1	209.64	192.91	0 1 1	975.47	915.30	-5 7 1	1.10	18.32	-4 7 1	1.10	18.32



## Çizelge E.2. (Devam) II. Kristal için, yansımaların gözlenen ve hesaplanan yapı faktörü değerleri

0 7 1	1757.98	1960.47	0 -2 2	16334.85	15671.52	0 3 2	700.44	671.47	-5 -5 3	161.23	242.11
1 7 1	99.68	64.97	1 -2 2	7902.29	8388.88	1 3 2	312.45	313.50	-4 -5 3	682.11	656.39
2 7 1	509.30	537.93	2 -2 2	14745.70	14671.33	2 3 2	18.13	4.50	-3 -5 3	606.66	590.64
-2 8 1	518.07	555.04	3 -2 2	289.09	282.77	3 3 2	244.52	245.54	-2 -5 3	893.03	860.08
-1 8 1	143.95	208.81	4 -2 2	1630.61	1634.09	4 3 2	428.02	432.27	-1 -5 3	484.86	490.93
0 -8 2	1.22	105.42	5 -2 2	1468.89	1400.56	5 3 2	515.61	563.69	0 -5 3	21.19	37.17
1 -8 2	508.30	539.07	6 -2 2	567.65	615.80	6 3 2	215.94	257.53	1 -5 3	6.97	4.35
2 -8 2	15.93	23.20	7 -2 2	517.90	517.76	-7 4 2	12.34	7.80	2 -5 3	1970.93	1891.97
3 -8 2	565.38	538.50	-7 -1 2	229.68	327.92	-6 4 2	0.06	2.32	3 -5 3	75.38	92.57
-2 -7 2	48.38	24.87	-6 -1 2	106.06	168.98	-5 4 2	930.27	914.56	4 -5 3	2280.87	2096.66
-1 -7 2	672.01	613.38	-5 -1 2	670.86	742.79	-4 4 2	29.46	18.11	5 -5 3	9.98	32.71
0 -7 2	31.09	18.32	-4 -1 2	1004.34	1064.04	-3 4 2	4761.43	4720.00	6 -5 3	206.07	214.48
1 -7 2	117.66	83.64	-3 -1 2	10994.86	10484.72	-2 4 2	0.31	28.79	-5 -4 3	18.22	9.52
2 -7 2	5.99	93.98	-2 -1 2	55.42	41.93	-1 4 2	2540.79	2649.35	-4 -4 3	278.46	282.77
3 -7 2	439.33	345.37	-1 -1 2	19871.01	20157.58	0 4 2	202.27	261.06	-3 -4 3	160.55	175.70
4 -7 2	0.07	151.99	0 -1 2	392.76	397.51	1 4 2	766.77	748.11	-2 -4 3	584.69	585.32
5 -7 2	415.37	367.46	1 -1 2	802.22	949.55	2 4 2	319.53	331.90	-1 -4 3	0.18	1.07
-4 -6 2	119.64	169.93	2 -1 2	0.65	6.94	3 4 2	2837.58	2784.08	0 -4 3	2403.00	2266.36
-3 -6 2	543.22	608.56	3 -1 2	2206.90	2192.66	4 4 2	114.98	106.93	1 -4 3	129.12	100.96
-2 -6 2	108.18	130.55	4 -1 2	323.67	296.47	5 4 2	259.80	358.17	2 -4 3	259.51	237.95
-1 -6 2	22.83	32.57	5 -1 2	1103.08	1110.68	-6 5 2	299.46	310.92	3 -4 3	186.18	177.32
0 -6 2	1771.60	1813.25	6 -1 2	22.50	17.29	-5 5 2	352.46	340.40	4 -4 3	852.29	771.64
1 -6 2	2754.00	2813.76	7 -1 2	21.30	13.74	-4 5 2	493.77	463.76	5 -4 3	239.27	207.40
2 -6 2	2019.09	2034.59	-7 0 2	8.24	21.81	-3 5 2	1.15	22.50	6 -4 3	942.79	930.86
3 -6 2	1874.03	1630.15	-6 0 2	258.73	289.37	-2 5 2	267.59	254.02	7 -4 3	141.17	29.71
4 -6 2	0.83	20.91	-5 0 2	191.86	235.70	-1 5 2	538.89	584.73	-6 -3 3	170.22	24.63
5 -6 2	157.46	215.56	-4 0 2	546.26	535.11	0 5 2	528.41	562.53	-5 -3 3	194.07	245.15
6 -6 2	155.13	216.99	-3 0 2	3.14	23.20	1 5 2	518.69	503.44	-4 -3 3	2377.23	2253.60
-5 -5 2	97.32	77.51	-2 0 2	2969.71	2874.89	2 5 2	19.00	10.60	-3 -3 3	36.50	4.55
-4 -5 2	261.24	277.47	-1 0 2	19218.77	19967.59	3 5 2	193.30	180.25	-2 -3 3	4559.88	4361.80
-3 -5 2	131.93	94.22	0 0 2	42.53	44.82	4 5 2	70.59	33.27	-1 -3 3	1985.13	2058.87
-2 -5 2	1831.95	1853.98	1 0 2	7327.31	7536.10	-6 6 2	58.15	66.35	0 -3 3	254.10	265.41
-1 -5 2	535.79	552.17	2 0 2	2047.03	2215.56	-5 6 2	100.29	111.00	1 -3 3	3773.30	3587.78
0 -5 2	1914.06	1808.06	3 0 2	7.73	15.23	-4 6 2	966.81	843.71	2 -3 3	9907.96	9763.38
1 -5 2	208.96	206.35	4 0 2	501.22	490.93	-3 6 2	524.41	578.85	3 -3 3	2770.60	2830.60
2 -5 2	194.93	167.71	5 0 2	1497.78	1499.93	-2 6 2	240.64	200.78	4 -3 3	6342.20	6054.61
3 -5 2	346.16	331.01	6 0 2	9.10	15.42	-1 6 2	794.65	937.57	5 -3 3	2.34	3.00
4 -5 2	779.63	843.71	7 0 2	567.88	616.40	0 6 2	408.60	468.50	6 -3 3	459.13	482.86
5 -5 2	1086.90	1023.85	-7 1 2	2.50	55.51	1 6 2	110.78	118.31	7 -3 3	108.36	74.12
6 -5 2	55.35	29.84	-6 1 2	72.14	76.02	2 6 2	1837.42	1826.77	-7 -2 3	443.26	535.11
-5 -4 2	1.44	25.00	-5 1 2	192.07	142.52	3 6 2	418.12	439.91	-6 -2 3	478.91	391.69
-4 -4 2	1199.65	1178.33	-4 1 2	1144.59	1167.47	-5 7 2	0.02	12.16	-5 -2 3	1433.58	1492.38
-3 -4 2	410.91	379.24	-3 1 2	6495.80	6562.01	-4 7 2	91.87	100.23	-4 -2 3	561.54	523.89
-2 -4 2	138.45	147.22	-2 1 2	6831.27	7065.21	-3 7 2	34.08	4.50	-3 -2 3	155.72	190.88
-1 -4 2	407.06	368.87	-1 1 2	8827.95	9242.76	-2 7 2	644.21	689.92	-2 -2 3	107.10	112.81
0 -4 2	15432.21	15007.04	0 1 2	3164.44	3130.08	-1 7 2	36.45	144.27	-1 -2 3	10730.14	11100.34
1 -4 2	3.38	18.32	1 1 2	1296.16	1274.83	0 7 2	1189.11	1323.17	0 -2 3	2119.89	1946.46
2 -4 2	10422.89	9879.40	2 1 2	222.22	279.91	1 7 2	6.01	21.81	1 -2 3	5957.58	6278.68
3 -4 2	2779.09	2768.66	3 1 2	1530.03	1464.25	2 7 2	4.41	15.13	2 -2 3	410.51	417.69
4 -4 2	448.83	448.65	4 1 2	1754.51	1791.50	-2 8 2	192.40	210.57	3 -2 3	142.36	130.27
5 -4 2	896.93	866.53	5 1 2	62.40	58.27	-1 8 2	55.98	29.18	4 -2 3	772.91	698.27
6 -4 2	670.88	706.68	6 1 2	398.06	490.93	0 -8 3	155.55	194.61	5 -2 3	215.21	209.16
7 -4 2	2.85	2.83	7 1 2	0.45	13.56	1 -8 3	1.94	69.37	6 -2 3	1970.53	2128.05
-6 -3 2	332.98	357.71	-7 2 2	26.25	13.56	2 -8 3	22.60	50.02	7 -2 3	5.45	3.13
-5 -3 2	485.98	518.87	-6 2 2	259.65	256.74	3 -8 3	2.39	41.77	-7 -1 3	0.11	16.29
-4 -3 2	7.64	6.19	-5 2 2	519.52	486.08	-2 -7 3	11.02	118.85	-6 -1 3	5.64	17.49
-3 -3 2	4195.61	4022.37	-4 2 2	1246.50	1217.15	-1 -7 3	67.89	45.15	-5 -1 3	1417.49	1569.67
-2 -3 2	4495.58	4550.65	-3 2 2	4225.12	4316.82	0 -7 3	158.39	144.27	-4 -1 3	670.89	631.02
-1 -3 2	3520.58	3515.11	-2 2 2	398.07	375.93	1 -7 3	0.74	28.40	-3 -1 3	3739.05	3416.04
0 -3 2	5041.06	4829.54	-1 2 2	4088.13	4369.86	2 -7 3	45.26	131.95	-2 -1 3	6115.71	6234.31
1 -3 2	6.43	18.74	0 2 2	90.19	76.66	3 -7 3	118.43	2.91	-1 -1 3	146.44	179.93
2 -3 2	620.19	585.91	1 2 2	341.59	349.00	4 -7 3	250.10	211.64	0 -1 3	927.85	1030.89
3 -3 2	412.66	430.75	2 2 2	35.54	6.56	5 -7 3	38.19	28.79	1 -1 3	31446.82	31397.83
4 -3 2	3166.50	2912.94	3 2 2	832.17	752.79	-4 -6 3	49.94	3.85	2 -1 3	2903.20	3020.53
5 -3 2	20.84	22.97	4 2 2	1.94	20.14	-3 -6 3	279.33	224.97	3 -1 3	20430.86	20557.75
6 -3 2	72.68	32.01	5 2 2	604.59	574.75	-2 -6 3	19.09	69.98	4 -1 3	3711.50	3714.51
7 -3 2	102.66	12.33	6 2 2	50.49	4.35	-1 -6 3	493.70	451.24	5 -1 3	294.47	335.02
-7 -2 2	43.79	113.33	-7 3 2	43.91	14.01	0 -6 3	3.31	26.61	6 -1 3	845.59	911.61
-6 -2 2	18.95	66.55	-6 3 2	52.70	51.06	1 -6 3	33.44	88.62	7 -1 3	465.59	593.61
-5 -2 2	425.95	474.85	-5 3 2	745.00	703.44	2 -6 3	26.53	55.15	-7 0 3	837.63	860.08

Çizelge E.2. (Devam) II. Kristal için, yansımaların gözlenen ve hesaplanan yapı faktörü değerleri

-2 0 3	5999.20	6077.40	2 5 3	478.97	460.09	1 -3 4	1852.33	1973.45	1 2 4	500.86	475.91
-1 0 3	15786.77	16660.59	3 5 3	42.96	15.80	2 -3 4	56.96	61.86	2 2 4	7729.25	7561.53
0 0 3	1597.99	1659.82	4 5 3	3.57	83.87	3 -3 4	132.92	141.65	3 2 4	2171.99	2204.09
1 0 3	13714.86	13746.98	-5 6 3	44.25	32.85	4 -3 4	580.55	609.76	4 2 4	4307.00	4243.42
2 0 3	362.84	444.53	-4 6 3	165.19	182.55	5 -3 4	37.90	38.22	5 2 4	2156.88	2200.66
3 0 3	5.10	5.71	-3 6 3	372.17	407.78	6 -3 4	164.48	144.56	6 2 4	153.17	107.94
4 0 3	2.42	10.60	-2 6 3	445.70	531.73	7 -3 4	0.14	93.27	-7 3 4	22.49	21.13
5 0 3	1813.96	1861.33	-1 6 3	1188.84	1223.11	-6 -2 4	13.83	47.13	-6 3 4	1850.56	1882.44
6 0 3	278.19	291.45	0 6 3	6.63	11.41	-5 -2 4	201.68	204.60	-5 3 4	17.55	29.45
7 0 3	239.28	272.21	1 6 3	532.77	495.80	-4 -2 4	1233.08	1204.42	-4 3 4	3576.40	3464.68
-7 1 3	6.64	10.68	2 6 3	156.49	188.87	-3 -2 4	1269.22	1282.67	-3 3 4	311.97	312.21
-6 1 3	62.84	28.53	3 6 3	34.20	55.33	-2 -2 4	3483.81	3263.83	-2 3 4	199.50	239.08
-5 1 3	840.28	881.67	-4 7 3	224.25	196.65	-1 -2 4	2649.69	2552.34	-1 3 4	1833.72	1977.79
-4 1 3	1086.42	1049.76	-3 7 3	3.69	13.83	0 -2 4	1786.19	1693.78	0 3 4	8019.69	8122.97
-3 1 3	2671.72	2740.50	-2 7 3	725.03	681.62	1 -2 4	438.61	453.83	1 3 4	79.51	80.99
-2 1 3	145.12	184.20	-1 7 3	25.16	37.47	2 -2 4	143.20	154.71	2 3 4	4477.25	4280.04
-1 1 3	303.59	349.91	0 7 3	180.53	256.35	3 -2 4	688.96	669.58	3 3 4	90.42	79.24
0 1 3	8127.14	8142.77	1 7 3	10.06	54.07	4 -2 4	67.06	21.81	4 3 4	0.71	38.22
1 1 3	19807.62	20265.07	2 7 3	20.17	101.95	5 -2 4	1917.29	2061.08	5 3 4	46.81	48.65
2 1 3	3721.11	4056.47	0 -8 4	156.20	173.44	6 -2 4	2.57	96.12	6 3 4	407.50	332.79
3 1 3	14254.16	13553.22	1 -8 4	2.91	71.21	7 -2 4	422.29	503.44	-7 4 4	24.27	29.71
4 1 3	190.79	185.53	2 -8 4	931.55	1020.73	-7 -1 4	66.91	54.61	-6 4 4	5.10	64.19
5 1 3	894.20	948.80	3 -8 4	166.09	191.22	-6 -1 4	16.72	11.74	-5 4 4	42.31	11.16
6 1 3	825.63	862.94	-2 -7 4	268.62	294.37	-5 -1 4	685.98	706.03	-4 4 4	795.72	742.12
7 1 3	137.76	153.19	-1 -7 4	522.25	571.24	-4 -1 4	230.38	270.60	-3 4 4	61.77	24.39
-7 2 3	175.76	218.79	0 -7 4	1343.05	1423.47	-3 -1 4	1197.16	1134.37	-2 4 4	4102.29	3811.75
-6 2 3	492.66	532.29	1 -7 4	180.35	195.97	-2 -1 4	734.60	774.35	-1 4 4	31.10	0.00
-5 2 3	1192.53	1246.25	2 -7 4	204.61	256.35	-1 -1 4	222.48	219.87	0 4 4	16.11	35.99
-4 2 3	603.15	568.91	3 -7 4	27.62	16.19	0 -1 4	648.26	707.33	1 4 4	918.89	927.14
-3 2 3	813.21	836.64	4 -7 4	162.57	186.53	1 -1 4	606.05	643.33	2 4 4	4695.98	4696.58
-2 2 3	12103.20	12211.16	5 -7 4	9.73	46.97	2 -1 4	4.37	4.61	3 4 4	349.25	339.95
-1 2 3	1875.82	1881.38	-4 -6 4	79.38	73.28	3 -1 4	82.45	78.59	4 4 4	2878.94	2808.59
0 2 3	16175.78	15763.25	-3 -6 4	450.54	455.91	4 -1 4	301.01	316.53	5 4 4	70.34	64.97
1 2 3	1922.81	1790.47	-2 -6 4	39.04	21.36	5 -1 4	370.29	381.15	-6 5 4	426.70	401.89
2 2 3	121.35	113.59	-1 -6 4	1.47	7.80	6 -1 4	251.69	345.82	-5 5 4	519.67	502.34
3 2 3	53.68	66.95	0 -6 4	456.75	477.51	7 -1 4	195.30	12.68	-4 5 4	914.82	882.40
4 2 3	932.81	840.88	1 -6 4	486.56	491.47	-7 0 4	8.32	52.47	-3 5 4	61.43	61.67
5 2 3	296.50	273.02	2 -6 4	2044.16	1757.60	-6 0 4	0.74	82.09	-2 5 4	16.72	11.08
6 2 3	210.58	234.58	3 -6 4	32.35	40.67	-5 0 4	625.12	624.91	-1 5 4	2766.91	3213.87
-7 3 3	4.13	12.25	4 -6 4	921.65	874.44	-4 0 4	5.67	17.09	0 5 4	1386.66	1566.77
-6 3 3	37.82	38.37	5 -6 4	138.42	126.13	-3 0 4	8364.95	8158.18	1 5 4	1705.49	1777.08
-5 3 3	9.57	33.55	6 -6 4	10.01	13.38	-2 0 4	59.41	41.77	2 5 4	1659.45	1583.23
-4 3 3	1090.26	1076.80	-5 -5 4	47.51	46.80	-1 0 4	13103.84	14019.97	3 5 4	106.10	113.33
-3 3 3	1.02	0.77	-4 -5 4	105.12	116.99	0 0 4	1081.58	1153.34	4 5 4	0.81	105.92
-2 3 3	88.91	76.66	-3 -5 4	422.87	479.65	1 0 4	3.68	14.75	-5 6 4	73.83	47.81
-1 3 3	286.35	310.06	-2 -5 4	4.74	1.34	2 0 4	3221.98	3407.50	-4 6 4	26.63	21.81
0 3 3	4878.78	4807.53	-1 -5 4	4291.85	4394.08	3 0 4	5829.99	5624.18	-3 6 4	706.17	604.35
1 3 3	1511.81	1434.54	0 -5 4	503.69	477.51	4 0 4	595.71	537.37	-2 6 4	156.58	19.38
2 3 3	5073.70	4971.24	1 -5 4	2834.60	2636.81	5 0 4	3847.14	3986.88	-1 6 4	195.35	273.02
3 3 3	1794.58	1759.65	2 -5 4	99.82	195.29	6 0 4	5.96	29.58	0 6 4	7.85	74.33
4 3 3	368.77	375.45	3 -5 4	69.04	82.75	7 0 4	205.18	254.79	1 6 4	584.54	540.20
5 3 3	163.69	98.04	4 -5 4	21.26	5.09	-7 1 4	22.55	51.59	2 6 4	354.88	327.47
6 3 3	278.90	306.63	5 -5 4	401.08	502.89	-6 1 4	887.77	871.56	3 6 4	821.25	840.88
-7 4 3	44.61	7.66	6 -5 4	17.63	50.54	-5 1 4	1071.77	988.27	-4 7 4	9.32	151.99
-6 4 3	31.26	18.11	-5 -4 4	52.85	16.39	-4 1 4	2538.92	2535.12	-3 7 4	48.87	49.85
-5 4 3	217.57	242.87	-4 -4 4	530.28	514.44	-3 1 4	1453.16	1450.28	-2 7 4	102.37	40.99
-4 4 3	234.64	239.46	-3 -4 4	312.19	324.83	-2 1 4	13.90	18.74	-1 7 4	916.58	1064.83
-3 4 3	1177.71	1170.80	-2 -4 4	977.97	957.84	-1 1 4	129.67	141.94	0 7 4	34.03	34.40
-2 4 3	4418.30	4323.23	-1 -4 4	128.13	135.05	0 1 4	4911.96	4810.92	1 7 4	722.31	730.87
-1 4 3	1407.61	1523.63	0 -4 4	320.94	308.34	1 1 4	3102.14	3237.41	1 -8 5	5.34	14.38
0 4 3	4412.31	4644.91	1 -4 4	756.90	700.86	2 1 4	3101.79	3233.25	2 -8 5	173.67	168.98
1 4 3	228.25	201.47	2 -4 4	890.20	856.51	3 1 4	188.31	157.14	-2 -7 5	650.35	726.26
2 4 3	127.96	140.20	3 -4 4	189.61	228.27	4 1 4	8.83	19.38	-1 -7 5	3.99	60.34
3 4 3	32.23	38.53	4 -4 4	335.96	331.46	5 1 4	854.07	797.60	0 -7 5	226.61	254.40
4 4 3	416.83	424.20	5 -4 4	202.33	206.70	6 1 4	75.93	31.33	1 -7 5	189.51	199.74
5 4 3	122.87	96.12	6 -4 4	18.40	55.51	7 1 4	494.91	638.39	2 -7 5	373.21	373.57
-6 5 3	10.88	50.54	7 -4 4	407.45	378.29	-7 2 4	2.40	37.47	3 -7 5	414.93	491.47
-5 5 3	180.51	199.40	-6 -3 4	59.04	17.60	-6 2 4	9.20	10.44	4 -7 5	951.99	844.42
-4 5 3	16.42	28.01	-5 -3 4	2.41	30.51	-5 2 4	42.97	1.15	-3 -6 5	30.84	74.12
-3 5 3	827.25	819.79	-4 -3 4	1.68	8.49	-4 2 4	1225.17	1193.44	-2 -6 5	101.14	75.59

Çizelge E.2. (Devam) II. Kristal için, yansımaların gözlenen ve hesaplanan yapı faktörü değerleri

3 -6 5	369.62	418.19	-3 0 5	346.72	325.27	4 5 5	495.66	458.52	0 -2 6	534.81	518.32
4 -6 5	20.41	23.20	-2 0 5	3710.95	3665.62	-5 6 5	467.27	466.91	1 -2 6	3244.87	3263.83
5 -6 5	25.23	28.27	-1 0 5	741.62	760.84	-4 6 5	31.81	0.00	2 -2 6	2834.99	2961.85
-4 -5 5	4.25	27.37	0 0 5	21703.68	21832.27	-3 6 5	1211.11	1177.49	3 -2 6	171.74	172.48
-3 -5 5	958.06	952.56	1 0 5	479.20	522.77	-2 6 5	60.61	45.47	4 -2 6	5604.20	5475.20
-2 -5 5	311.83	303.23	2 0 5	6411.75	6294.15	-1 6 5	2.70	38.83	5 -2 6	2138.79	2085.51
-1 -5 5	586.54	650.15	3 0 5	25.88	3.81	0 6 5	0.53	4.10	6 -2 6	894.05	972.23
0 -5 5	277.80	277.87	4 0 5	9.66	22.50	1 6 5	1355.10	1406.96	7 -2 6	567.15	609.76
1 -5 5	1877.43	1818.44	5 0 5	94.91	90.93	2 6 5	11.91	16.29	-6 -1 6	762.49	765.56
2 -5 5	65.57	64.38	6 0 5	392.86	454.87	3 6 5	431.25	552.17	-5 -1 6	22.28	76.44
3 -5 5	5517.27	5392.50	7 0 5	64.16	26.23	-3 7 5	250.08	256.35	-4 -1 6	4270.86	4093.84
4 -5 5	834.24	788.67	-7 1 5	126.79	217.35	-2 7 5	0.03	79.02	-3 -1 6	919.47	839.46
5 -5 5	787.52	826.09	-6 1 5	7.69	75.17	-1 7 5	829.21	786.62	-2 -1 6	2440.69	2424.61
6 -5 5	745.05	680.35	-5 1 5	122.58	116.73	0 7 5	35.30	89.54	-1 -1 6	4736.52	5188.51
-5 -4 5	988.78	1039.52	-4 1 5	10.96	21.13	1 7 5	88.99	56.24	0 -1 6	3524.11	3554.26
-4 -4 5	43.55	26.48	-3 1 5	2336.10	2141.57	-2 -7 6	3.27	42.72	1 -1 6	2109.17	2113.45
-3 -4 5	532.78	458.52	-2 1 5	209.58	232.34	-1 -7 6	315.35	310.92	2 -1 6	11931.85	12012.54
-2 -4 5	1480.48	1454.93	-1 1 5	2804.82	2619.31	0 -7 6	128.77	99.74	3 -1 6	79.90	71.00
-1 -4 5	2126.22	2258.24	0 1 5	615.01	606.75	1 -7 6	304.68	259.09	4 -1 6	2481.43	2455.93
0 -4 5	2096.38	2021.41	1 1 5	1929.92	1956.16	2 -7 6	71.37	11.99	5 -1 6	45.42	38.07
1 -4 5	8245.29	8231.04	2 1 5	1232.14	1324.94	3 -7 6	2.88	49.68	6 -1 6	161.61	18.85
2 -4 5	42.81	54.25	3 1 5	271.51	274.63	4 -7 6	0.12	100.96	7 -1 6	26.39	40.05
3 -4 5	2178.92	2135.93	4 1 5	50.22	13.65	-3 -6 6	92.37	65.36	-7 0 6	134.17	24.75
4 -4 5	14.75	9.29	5 1 5	17.27	3.85	-2 -6 6	819.50	847.96	-6 0 6	173.77	197.68
5 -4 5	371.90	342.65	6 1 5	107.86	104.92	-1 -6 6	196.91	236.07	-5 0 6	4.10	16.29
6 -4 5	1.25	30.65	-7 2 5	1.07	43.84	0 -6 6	993.02	1046.61	-4 0 6	3.13	66.75
7 -4 5	320.33	295.21	-6 2 5	0.30	31.19	1 -6 6	233.95	209.16	-3 0 6	130.87	176.99
-6 -3 5	4.72	31.19	-5 2 5	20.89	24.39	2 -6 6	143.92	210.93	-2 0 6	4164.43	4199.06
-5 -3 5	0.02	9.97	-4 2 5	482.75	474.85	3 -6 6	0.24	15.51	-1 0 6	658.35	682.26
-4 -3 5	355.85	344.91	-3 2 5	105.04	83.64	4 -6 6	9.80	4.35	0 0 6	996.41	861.51
-3 -3 5	984.10	868.68	-2 2 5	3742.77	3834.37	5 -6 6	248.87	225.70	1 0 6	1580.82	1717.95
-2 -3 5	831.38	804.50	-1 2 5	2569.02	2727.75	-4 -5 6	21.20	20.36	2 0 6	2326.47	2427.01
-1 -3 5	876.47	921.21	0 2 5	2148.79	2007.18	-3 -5 6	599.95	607.35	3 0 6	876.87	878.05
0 -3 5	41.16	29.98	1 2 5	2152.95	1998.45	-2 -5 6	11.70	16.00	4 0 6	7786.92	7589.12
1 -3 5	2973.73	3162.91	2 2 5	0.47	39.90	-1 -5 6	650.42	664.54	5 0 6	20.02	10.13
2 -3 5	931.39	914.56	3 2 5	2.72	18.42	0 -5 6	228.75	228.64	6 0 6	1483.20	1603.67
3 -3 5	10796.03	10677.89	4 2 5	0.67	55.33	1 -5 6	107.86	104.17	-7 1 6	99.68	12.51
4 -3 5	13.89	27.11	5 2 5	71.99	141.07	2 -5 6	0.78	2.75	-6 1 6	230.52	222.41
5 -3 5	2555.31	2511.84	6 2 5	0.13	41.45	3 -5 6	202.26	229.01	-5 1 6	907.14	964.64
6 -3 5	535.60	561.38	-7 3 5	17.40	38.68	4 -5 6	0.33	12.08	-4 1 6	2984.94	2799.55
7 -3 5	8.88	43.04	-6 3 5	37.91	88.85	5 -5 6	41.72	20.47	-3 1 6	302.08	323.51
-6 -2 5	503.20	664.54	-5 3 5	90.79	76.66	6 -5 6	9.96	77.09	-2 1 6	2268.13	2341.27
-5 -2 5	440.43	381.15	-4 3 5	453.59	462.71	-5 -4 6	1.42	25.00	-1 1 6	6409.97	6356.21
-4 -2 5	220.85	274.23	-3 3 5	205.01	236.45	-4 -4 6	2.14	29.84	0 1 6	362.00	344.01
-3 -2 5	733.89	720.36	-2 3 5	3016.32	2920.84	-3 -4 6	798.87	774.35	1 1 6	10246.36	9835.81
-2 -2 5	5270.40	5322.88	-1 3 5	565.87	605.55	-2 -4 6	197.62	198.37	2 1 6	8562.78	8317.56
-1 -2 5	28.00	29.18	0 3 5	4123.27	4050.26	-1 -4 6	3710.51	3702.63	3 1 6	3168.92	3150.58
0 -2 5	16411.63	17518.15	1 3 5	338.79	311.35	0 -4 6	730.07	738.14	4 1 6	1225.60	1297.57
1 -2 5	5070.03	5259.02	2 3 5	203.05	218.79	1 -4 6	1453.57	1539.86	5 1 6	94.51	94.69
2 -2 5	5249.94	4972.96	3 3 5	59.22	26.48	2 -4 6	1453.36	1456.79	6 1 6	13.68	4.98
3 -2 5	2088.76	2182.39	4 3 5	751.06	728.89	3 -4 6	185.83	188.53	-7 2 6	146.76	242.11
4 -2 5	40.78	55.88	5 3 5	3.19	1.49	4 -4 6	229.46	215.91	-6 2 6	45.53	32.01
5 -2 5	30.23	4.50	-6 4 5	14.58	131.11	5 -4 6	2405.71	2399.45	-5 2 6	246.70	239.84
6 -2 5	311.80	312.64	-5 4 5	354.29	278.69	6 -4 6	34.21	0.00	-4 2 6	0.84	34.12
7 -2 5	159.99	207.75	-4 4 5	530.41	483.93	-6 -3 6	250.83	273.42	-3 2 6	1270.47	1143.43
-7 -1 5	1.79	69.77	-3 4 5	657.41	627.35	-5 -3 6	492.91	388.32	-2 2 6	52.29	83.87
-6 -1 5	185.56	209.87	-2 4 5	1487.87	1486.73	-4 -3 6	972.01	987.50	-1 2 6	3420.22	3717.48
-5 -1 5	6.64	1.18	-1 4 5	565.29	616.40	-3 -3 6	2542.43	2502.07	0 2 6	4.43	8.93
-4 -1 5	765.18	668.94	0 4 5	36.65	6.25	-2 -3 6	587.35	601.96	1 2 6	1.20	6.81
-3 -1 5	337.62	304.08	1 4 5	118.89	3.95	-1 -3 6	824.18	766.23	2 2 6	1318.08	1222.26
-2 -1 5	2939.61	2995.12	2 4 5	548.43	510.02	0 -3 6	1331.30	1293.18	3 2 6	2376.75	2272.17
-1 -1 5	681.87	732.19	3 4 5	84.20	63.80	1 -3 6	225.46	237.20	4 2 6	1924.77	1863.44
0 -1 5	32.29	6.19	4 4 5	86.48	13.74	2 -3 6	3099.03	3119.17	5 2 6	511.79	506.72
1 -1 5	3853.28	4283.23	5 4 5	3.22	9.22	3 -3 6	917.60	850.10	6 2 6	637.40	686.72
2 -1 5	4727.72	5005.69	-6 5 5	0.14	61.86	4 -3 6	302.99	322.20	-6 3 6	0.79	2.96
3 -1 5	3138.29	3073.04	-5 5 5	34.39	5.89	5 -3 6	46.73	39.75	-5 3 6	897.94	826.79
4 -1 5	724.93	720.36	-4 5 5	190.05	25.73	6 -3 6	43.67	33.27	-4 3 6	2.78	32.71
5 -1 5	1238.70	1383.27	-3 5 5	366.24	352.20	7 -3 6	109.00	172.80	-3 3 6	56.41	86.80
6 -1 5	115.94	99.26	-2 5 5	1208.25	1293.18	-6 -2 6	83.68	32.99	-2 3 6	999.50	970.71
7 -1 5	28.24	19.92	-1 5 5	906.57	929.37	-5 -2 6	55.97	3.95	-1 3 6	2099.12	2255.92

Çizelge E.2. (Devam) II. Kristal için, yansımaların gözlenen ve hesaplanan yapı faktörü değerleri

4 3 6	73.98	47.81	-4 -3 7	51.20	104.92	4 2 7	299.65	405.82	4 -4 8	1429.77	1425.31
5 3 6	3.79	3.62	-3 -3 7	766.25	771.64	5 2 7	523.25	545.88	5 -4 8	5.89	21.70
-6 4 6	86.00	55.15	-2 -3 7	27.82	20.36	-6 3 7	103.70	125.59	6 -4 8	923.54	1052.14
-5 4 6	22.26	56.79	-1 -3 7	2919.49	2867.05	-5 3 7	360.50	398.97	-5 -3 8	102.84	107.18
-4 4 6	2.58	21.93	0 -3 7	2.29	3.21	-4 3 7	3.20	21.13	-4 -3 8	787.02	725.60
-3 4 6	554.38	537.93	1 -3 7	3409.09	3636.15	-3 3 7	72.82	41.77	-3 -3 8	484.55	462.71
-2 4 6	1034.95	1027.76	2 -3 7	683.54	693.77	-2 3 7	57.37	22.62	-2 -3 8	2073.92	2058.87
-1 4 6	506.10	538.50	3 -3 7	369.10	354.03	-1 3 7	2425.99	2577.04	-1 -3 8	438.65	455.91
0 4 6	1259.94	1340.97	4 -3 7	38.06	34.26	0 3 7	179.72	176.67	0 -3 8	444.66	442.47
1 4 6	175.47	160.52	5 -3 7	65.70	20.58	1 3 7	1840.35	1650.89	1 -3 8	3657.89	3577.56
2 4 6	181.23	191.56	6 -3 7	42.26	26.11	2 3 7	602.69	593.61	2 -3 8	2648.17	2718.84
3 4 6	670.89	662.02	-6 -2 7	0.27	17.80	3 3 7	169.40	186.86	3 -3 8	2595.06	2655.63
4 4 6	23.32	33.83	-5 -2 7	59.80	41.93	4 3 7	41.95	58.09	4 -3 8	2683.53	2706.14
-6 5 6	26.16	32.99	-4 -2 7	566.52	555.04	5 3 7	1641.02	1637.05	5 -3 8	1.23	4.87
-5 5 6	53.08	48.82	-3 -2 7	24.51	4.98	-6 4 7	105.98	108.19	6 -3 8	331.47	302.38
-4 5 6	77.64	128.61	-2 -2 7	2148.39	2035.69	-5 4 7	239.15	202.16	-6 -2 8	29.72	11.83
-3 5 6	81.22	45.64	-1 -2 7	53.72	55.33	-4 4 7	250.46	294.79	-5 -2 8	1008.25	1123.72
-2 5 6	78.34	34.26	0 -2 7	4260.24	4565.46	-3 4 7	3219.21	2916.89	-4 -2 8	48.47	99.50
-1 5 6	790.66	853.65	1 -2 7	950.09	1018.39	-2 4 7	210.78	180.25	-3 -2 8	26.16	27.88
0 5 6	388.83	427.22	2 -2 7	551.55	556.19	-1 4 7	1074.62	1188.39	-2 -2 8	81.71	57.34
1 5 6	1509.75	1621.30	3 -2 7	56.82	42.56	0 4 7	1249.10	1347.23	-1 -2 8	2119.67	2219.00
2 5 6	766.21	694.41	4 -2 7	1.99	9.82	1 4 7	276.17	274.23	0 -2 8	0.01	17.19
3 5 6	67.61	3.08	5 -2 7	8.02	69.77	2 4 7	1287.20	1271.34	1 -2 8	1513.60	1484.85
-5 6 6	36.95	91.87	6 -2 7	165.82	151.99	3 4 7	2206.87	2214.41	2 -2 8	75.22	100.47
-4 6 6	70.73	63.99	-6 -1 7	195.01	218.43	4 4 7	201.94	202.16	3 -2 8	118.30	146.62
-3 6 6	2.42	20.14	-5 -1 7	65.67	34.26	-5 5 7	66.36	93.27	4 -2 8	979.48	976.04
-2 6 6	242.15	301.11	-4 -1 7	94.53	72.45	-4 5 7	82.23	80.99	5 -2 8	375.73	411.24
-1 6 6	117.59	18.42	-3 -1 7	288.14	310.92	-3 5 7	0.77	16.29	6 -2 8	715.24	839.46
0 6 6	321.97	303.65	-2 -1 7	1589.42	1591.00	-2 5 7	509.22	504.53	-6 -1 8	0.23	29.98
1 6 6	439.23	357.71	-1 -1 7	2648.82	2757.13	-1 5 7	143.94	118.58	-5 -1 8	93.17	50.20
2 6 6	6.98	89.54	0 -1 7	7705.52	7650.86	0 5 7	480.98	530.61	-4 -1 8	25.56	0.00
-3 7 6	161.57	182.55	1 -1 7	1358.97	1390.54	1 5 7	373.11	364.66	-3 -1 8	528.25	496.35
-2 7 6	92.56	60.15	2 -1 7	1908.53	1935.72	2 5 7	6.03	8.71	-2 -1 8	610.35	588.86
-1 7 6	271.46	329.24	3 -1 7	935.39	907.20	3 5 7	75.06	34.26	-1 -1 8	71.43	59.02
0 7 6	224.66	122.87	4 -1 7	98.21	64.97	-4 6 7	551.50	475.38	0 -1 8	372.23	389.28
-1 -7 7	190.22	155.62	5 -1 7	111.92	100.47	-3 6 7	74.12	56.06	1 -1 8	6363.77	6274.81
-0 -7 7	99.42	73.91	6 -1 7	932.65	974.52	-2 6 7	246.41	192.91	2 -1 8	140.40	142.81
1 -7 7	12.91	56.98	-6 0 7	0.67	42.40	-1 6 7	80.82	42.88	3 -1 8	6410.02	6363.99
2 -7 7	10.10	20.14	-5 0 7	276.56	260.67	0 6 7	329.34	429.74	4 -1 8	290.48	324.83
3 -7 7	449.19	488.77	-4 0 7	1153.50	1141.78	1 6 7	0.90	33.83	5 -1 8	121.88	149.59
4 -7 7	37.39	46.13	-3 0 7	855.92	918.25	2 6 7	1108.10	1167.47	6 -1 8	197.26	250.14
-3 -6 7	88.05	122.33	-2 0 7	7470.65	7407.51	-1 -7 8	268.19	297.73	-6 0 8	105.64	97.56
-2 -6 7	42.54	9.00	-1 0 7	2138.38	2309.52	0 -7 8	8.32	45.80	-5 0 8	535.28	507.82
-1 -6 7	90.71	105.92	0 0 7	2114.57	1910.05	1 -7 8	0.93	38.53	-4 0 8	90.06	100.47
0 -6 7	897.88	833.82	1 0 7	74.24	82.98	2 -7 8	295.77	265.41	-3 0 8	1.27	5.26
1 -6 7	587.01	659.52	2 0 7	18.09	28.79	3 -7 8	186.62	198.03	-2 0 8	1683.13	1673.76
2 -6 7	1596.32	1542.73	3 0 7	475.40	413.71	-3 -6 8	0.26	48.14	-1 0 8	135.32	133.07
3 -6 7	612.99	634.09	4 0 7	817.00	845.13	-2 -6 8	47.29	98.04	0 0 8	2089.79	2033.49
4 -6 7	52.36	49.51	5 0 7	122.58	120.45	-1 -6 8	288.90	218.07	1 0 8	363.28	275.84
5 -6 7	13.83	111.00	6 0 7	43.50	4.61	0 -6 8	409.29	384.96	2 0 8	1352.44	1243.67
-4 -5 7	1.13	8.57	-7 1 7	136.31	170.88	1 -6 8	480.50	575.92	3 0 8	145.35	172.80
-3 -5 7	174.77	151.69	-6 1 7	18.74	23.67	2 -6 8	2.05	48.82	4 0 8	382.97	304.93
-2 -5 7	491.14	578.85	-5 1 7	308.73	338.60	3 -6 8	58.10	19.27	5 0 8	202.10	225.33
-1 -5 7	240.99	233.83	-4 1 7	1.36	23.79	4 -6 8	376.90	407.78	6 0 8	142.35	172.16
0 -5 7	599.94	703.44	-3 1 7	20.34	42.72	5 -6 8	221.78	142.52	-6 1 8	29.84	160.83
1 -5 7	290.34	340.40	-2 1 7	1153.86	1135.19	-4 -5 8	588.30	624.91	-5 1 8	58.36	102.93
2 -5 7	88.30	92.80	-1 1 7	191.02	155.92	-3 -5 8	161.38	176.67	-4 1 8	126.67	101.45
3 -5 7	320.63	295.21	0 1 7	7497.66	7680.76	-2 -5 8	1916.42	1870.82	-3 1 8	143.16	131.11
4 -5 7	131.93	169.93	1 1 7	163.63	183.87	-1 -5 8	439.49	484.47	-2 1 8	3.75	7.46
5 -5 7	472.15	444.01	2 1 7	3599.98	3453.21	0 -5 8	0.01	6.87	-1 1 8	1159.60	1185.87
6 -5 7	0.07	19.70	3 1 7	471.21	464.81	1 -5 8	663.11	660.14	0 1 8	87.72	63.60
-5 -4 7	43.51	13.29	4 1 7	102.03	92.57	2 -5 8	2007.71	2121.30	1 1 8	5936.10	5834.61
-4 -4 7	105.88	84.09	5 1 7	1119.02	1106.62	3 -5 8	13.55	12.85	2 1 8	1494.39	1513.18
-3 -4 7	72.76	95.64	6 1 7	918.97	983.67	4 -5 8	2220.11	2329.49	3 1 8	848.80	894.75
-2 -4 7	163.55	171.84	-6 2 7	11.38	8.93	5 -5 8	121.04	55.51	4 1 8	15.47	1.23
-1 -4 7	41.73	40.67	-5 2 7	910.51	808.66	-5 -4 8	57.84	29.18	5 1 8	12.21	35.12
0 -4 7	3401.53	3167.03	-4 2 7	119.63	122.33	-4 -4 8	341.40	333.24	6 1 8	20.95	174.41
1 -4 7	83.27	77.09	-3 2 7	5862.98	5658.98	-3 -4 8	8.64	2.63	-6 2 8	141.61	162.07
2 -4 7	3841.41	3768.21	-2 2 7	1271.91	1154.17	-2 -4 8	147.01	149.29	-5 2 8	24.49	111.00
3 -4 7	8.43	23.44	-1 2 7	2859.18	2940.65	-1 -4 8	296.93	301.95	-4 2 8	4.32	23.44



Çizelge E.2. (Devam) II. Kristal için, yansımaların gözlenen ve hesaplanan yapı faktörü değerleri

1 2 8	1628.87	1581.29	-1 -3 9	65.28	69.57	-1 3 9	230.67	277.06	-1 -1 10	3166.34	3319.80
2 2 8	665.22	635.93	0 -3 9	2014.89	2096.66	0 3 9	1036.39	1096.90	0 -1 10	100.54	84.76
3 2 8	461.12	436.34	1 -3 9	354.55	327.47	1 3 9	325.00	347.64	1 -1 10	4675.17	4521.08
4 2 8	216.14	187.20	2 -3 9	1749.54	1841.40	2 3 9	632.82	625.52	2 -1 10	64.97	51.06
5 2 8	35.84	8.28	3 -3 9	11.10	7.00	3 3 9	221.25	174.41	3 -1 10	634.23	611.57
-6 3 8	5.09	21.36	4 -3 9	141.77	85.89	4 3 9	108.40	139.91	4 -1 10	179.74	150.49
-5 3 8	19.25	26.86	5 -3 9	431.75	369.34	-5 4 9	44.91	94.22	5 -1 10	4.12	18.74
-4 3 8	106.83	60.72	6 -3 9	354.95	326.15	-4 4 9	187.14	160.52	-5 0 10	42.63	4.93
-3 3 8	457.35	453.31	-5 -2 9	248.07	233.83	-3 4 9	20.52	130.83	-4 0 10	248.27	242.49
-2 3 8	171.19	174.73	-4 -2 9	0.53	33.83	-2 4 9	129.65	179.27	-3 0 10	15.40	24.39
-1 3 8	3046.84	3450.34	-3 -2 9	2683.12	2502.07	-1 4 9	7.41	8.93	-2 0 10	271.08	304.93
0 3 8	736.69	725.60	-2 -2 9	869.41	847.96	0 4 9	23.51	77.09	-1 0 10	18.12	41.14
1 3 8	1407.45	1385.09	-1 -2 9	4531.79	4653.22	1 4 9	17.37	17.60	0 0 10	172.31	182.22
2 3 8	270.93	269.80	0 -2 9	2440.52	2591.92	2 4 9	1140.46	1204.42	1 0 10	941.85	938.31
3 3 8	1.58	35.70	1 -2 9	0.95	1.83	3 4 9	102.83	42.24	2 0 10	30.08	22.73
4 3 8	1.48	43.68	2 -2 9	1847.45	1807.02	-4 5 9	1.32	44.65	3 0 10	1463.10	1360.69
5 3 8	169.16	16.69	3 -2 9	2146.88	2156.27	-3 5 9	0.29	2.32	4 0 10	44.90	20.91
-5 4 8	48.41	25.98	4 -2 9	124.19	117.78	-2 5 9	0.65	38.83	5 0 10	167.04	166.13
-4 4 8	288.14	237.95	5 -2 9	2486.75	2527.76	-1 5 9	114.90	51.94	-5 1 10	50.08	100.47
-3 4 8	4.13	6.43	6 -2 9	134.69	201.13	0 5 9	70.42	79.46	-4 1 10	193.89	99.50
-2 4 8	208.67	203.21	-6 -1 9	212.97	258.70	1 5 9	529.07	535.11	-3 1 10	14.03	2.21
-1 4 8	857.35	913.82	-5 -1 9	360.70	380.19	2 5 9	13.54	9.90	-2 1 10	1782.49	1753.51
0 4 8	43.51	53.71	-4 -1 9	74.24	95.64	-2 6 9	43.38	39.44	-1 1 10	1917.66	2184.67
1 4 8	1570.62	1324.06	-3 -1 9	1286.74	1378.74	-1 6 9	0.09	20.47	0 1 10	3632.18	3600.94
2 4 8	32.48	44.82	-2 -1 9	110.10	102.44	-2 -6 10	23.38	3.85	1 1 10	2034.33	2055.55
3 4 8	528.71	550.45	-1 -1 9	209.33	216.99	-1 -6 10	101.46	105.42	2 1 10	14.56	29.84
4 4 8	31.71	6.07	0 -1 9	1.37	19.81	0 -6 10	19.81	27.11	3 1 10	859.45	741.46
-5 5 8	0.01	23.91	1 -1 9	2134.99	2085.51	1 -6 10	522.15	604.95	4 1 10	732.72	690.56
-4 5 8	190.60	179.60	2 -1 9	250.84	289.37	2 -6 10	5.14	5.89	5 1 10	4.37	16.99
-3 5 8	160.41	30.78	3 -1 9	259.25	220.24	3 -6 10	192.00	53.35	-5 2 10	69.37	41.45
-2 5 8	1236.49	1254.88	4 -1 9	195.39	161.76	-3 -5 10	131.08	110.75	-4 2 10	547.40	615.80
-1 5 8	811.48	921.21	5 -1 9	881.39	951.81	-2 -5 10	4.77	6.13	-3 2 10	14.10	49.33
0 5 8	1110.52	1115.56	6 -1 9	0.25	64.97	-1 -5 10	94.41	66.35	-2 2 10	1349.98	1456.79
1 5 8	150.53	121.25	-6 0 9	0.02	19.70	0 -5 10	1.10	17.39	-1 2 10	140.95	131.95
2 5 8	28.77	64.58	-5 0 9	77.55	54.61	1 -5 10	334.20	358.17	0 2 10	50.85	29.31
3 5 8	14.07	29.18	-4 0 9	93.16	81.43	2 -5 10	66.45	115.68	1 2 10	123.02	116.73
-3 6 8	1.48	69.98	-3 0 9	4058.73	3881.33	3 -5 10	1464.77	1551.36	2 2 10	933.48	876.61
-2 6 8	60.76	29.05	-2 0 9	731.06	693.13	4 -5 10	138.22	154.40	3 2 10	429.95	374.04
-1 6 8	131.21	130.00	-1 0 9	5254.38	5367.46	-4 -4 10	164.85	165.19	4 2 10	301.13	284.42
0 6 8	507.33	483.93	0 0 9	760.09	754.80	-3 -4 10	114.26	134.20	-5 3 10	14.23	29.71
1 6 8	119.05	136.19	1 0 9	530.41	441.96	-2 -4 10	61.61	17.60	-4 3 10	59.30	36.88
0 -7 9	16.77	37.17	2 0 9	2728.00	2665.69	-1 -4 10	1.71	11.49	-3 3 10	72.16	82.31
1 -7 9	408.88	457.48	3 0 9	3126.38	2983.12	0 -4 10	405.08	413.71	-2 3 10	2078.34	2131.42
2 -7 9	2.48	13.47	4 0 9	1064.49	1062.45	1 -4 10	729.54	712.53	-1 3 10	50.22	0.00
-2 -6 9	121.56	65.56	5 0 9	2538.64	2565.91	2 -4 10	904.82	842.29	0 3 10	2889.05	2835.80
-1 -6 9	171.45	179.93	6 0 9	2.12	68.76	3 -4 10	150.27	197.00	1 3 10	281.00	278.28
0 -6 9	531.83	663.91	-6 1 9	360.03	365.60	4 -4 10	344.97	350.83	2 3 10	194.12	187.86
1 -6 9	2.10	45.80	-5 1 9	94.16	20.80	5 -4 10	10.02	8.21	3 3 10	477.97	492.01
2 -6 9	189.72	136.76	-4 1 9	1115.76	1069.61	-5 -3 10	8.00	1.73	4 3 10	729.01	788.67
3 -6 9	0.29	84.99	-3 1 9	479.89	522.21	-4 -3 10	1.44	114.11	-4 4 10	211.57	182.88
4 -6 9	0.23	31.46	-2 1 9	97.99	100.23	-3 -3 10	16.50	21.59	-3 4 10	594.74	663.28
-3 -5 9	0.10	6.56	-1 1 9	0.08	12.08	-2 -3 10	88.47	86.34	-2 4 10	232.04	267.80
-2 -5 9	25.27	22.16	0 1 9	1171.86	1125.36	-1 -3 10	200.75	245.54	-1 4 10	21.45	57.16
-1 -5 9	273.91	296.05	1 1 9	897.01	916.04	0 -3 10	270.56	276.25	0 4 10	19.72	32.43
0 -5 9	649.92	606.15	2 1 9	1023.75	1034.80	1 -3 10	2031.05	2021.41	1 4 10	205.72	203.90
1 -5 9	390.47	379.24	3 1 9	29.74	32.01	2 -3 10	6.30	5.71	2 4 10	509.51	422.19
2 -5 9	495.58	493.63	4 1 9	107.61	125.86	3 -3 10	1136.84	1155.83	3 4 10	65.11	33.13
3 -5 9	349.92	308.34	5 1 9	321.61	340.40	4 -3 10	55.25	4.82	-3 5 10	244.12	263.83
4 -5 9	36.47	29.84	-6 2 9	7.60	16.29	5 -3 10	206.19	224.60	-2 5 10	351.52	277.47
5 -5 9	78.65	76.23	-5 2 9	79.40	7.26	-5 -2 10	12.00	14.57	-1 5 10	702.16	734.17
-4 -4 9	180.19	195.29	-4 2 9	447.74	383.53	-4 -2 10	86.80	32.01	0 5 10	396.20	453.31
-3 -4 9	279.88	238.33	-3 2 9	437.25	403.36	-3 -2 10	3.28	24.27	1 5 10	37.03	62.05
-2 -4 9	1721.14	1638.03	-2 2 9	1420.97	1286.17	-2 -2 10	59.00	56.98	-1 -6 11	480.23	470.08
-1 -4 9	314.88	333.68	-1 2 9	1016.08	1147.55	-1 -2 10	44.69	16.59	0 -6 11	437.58	505.08
0 -4 9	1942.21	2104.49	0 2 9	34.32	17.19	0 -2 10	1074.68	1002.12	1 -6 11	178.48	191.22
1 -4 9	20.64	92.80	1 2 9	566.89	620.65	1 -2 10	187.75	217.71	2 -6 11	451.89	440.42
2 -4 9	223.17	196.65	2 2 9	1981.88	1957.24	2 -2 10	1349.08	1366.09	3 -6 11	115.76	99.74
3 -4 9	561.91	511.13	3 2 9	422.18	479.65	3 -2 10	209.38	215.56	-2 -5 11	1.01	45.64
4 -4 9	178.63	175.05	4 2 9	1963.91	2032.39	4 -2 10	563.19	547.59	-1 -5 11	204.74	221.69
5 -4 9	286.08	280.32	5 2 9	553.98	492.55	5 -2 10	46.74	23.44	0 -5 11	35.02	26.73

Çizelge E.2. (Devam) II. Kristal için, yansımaların gözlenen ve hesaplanan yapı faktörü değerleri

-5 -3 9	160.81	118.05	1 2 11	5.95	28.012	-3 0 12	633.56	617.61	0 0 13	640.81	686.08
-4 -3 9	53.21	15.71	4 2 11	521.10	540.77	2 0 12	1104.82	1194.29	2 0 13	1826.81	1793.57
-2 -3 9	0.71	3.44	-4 3 11	33.02	6.87	-1 0 12	394.59	519.99	3 0 13	301.82	259.88
-3 -3 9	186.07	203.90	-3 3 11	12.13	84.09	0 0 12	1096.93	1009.85	-4 1 13	15.93	18.01
-3 -4 11	200.97	179.27	-2 3 11	70.67	143.98	1 0 12	11.94	3.48	-3 1 13	201.54	189.87
-2 -4 11	89.29	97.56	1 1 12	128.89	116.20	2 0 12	25.09	28.92	-2 1 13	0.02	127.51
-1 -4 11	1123.67	1077.60	2 1 12	600.54	631.63	3 0 12	260.58	261.85	-1 1 13	1198.48	1303.72
0 -4 11	48.85	59.39	3 1 12	414.43	458.00	4 0 12	324.68	301.95	0 1 13	4.05	7.20
1 -4 11	854.56	808.66	4 1 12	1.53	85.21	-4 1 12	22.34	46.47	1 1 13	774.90	661.40
2 -4 11	736.35	807.97	-4 2 12	3.67	55.51	-3 1 12	0.03	10.05	2 1 13	27.33	4.20
3 -4 11	187.39	223.14	-3 2 12	997.16	985.97	-2 1 12	260.02	240.21	3 1 13	8.46	44.17
4 -4 11	633.44	622.47	-1 3 11	197.11	134.20	-1 1 12	367.76	408.28	-3 2 13	33.43	2.59
-4 -3 11	481.66	525.56	0 3 11	6.65	20.58	0 1 12	1031.12	1193.44	-2 2 13	0.92	20.14
-3 -3 11	351.15	296.89	1 3 11	276.27	235.70	-2 2 12	2.56	59.39	-1 2 13	250.91	339.95
-2 -3 11	628.65	605.55	2 3 11	171.92	188.87	-1 2 12	552.40	580.61	0 2 13	34.72	131.39
-1 -3 11	218.11	211.64	3 3 11	38.78	4.55	0 2 12	141.54	192.91	1 2 13	1150.19	1118.00
0 -3 11	286.24	253.24	-4 4 11	111.16	215.20	1 2 12	154.49	102.44	2 2 13	401.05	388.32
1 -3 11	1.49	19.92	-3 4 11	6.35	63.60	2 2 12	122.41	7.59	-2 3 13	279.90	177.64
2 -3 11	1174.47	1194.29	-2 4 11	37.34	20.14	3 2 12	600.85	547.02	-1 3 13	804.67	963.13
3 -3 11	30.85	12.59	-1 4 11	153.06	63.41	-4 3 12	58.87	76.23	0 3 13	178.39	190.88
4 -3 11	62.00	51.59	0 4 11	831.13	877.33	-3 3 12	0.62	24.87	1 3 13	365.23	407.29
5 -3 11	12.92	87.02	1 4 11	601.43	541.33	-2 3 12	59.92	57.34	0 -4 14	716.48	742.12
-5 -2 11	12.19	55.88	2 4 11	640.43	523.89	-1 3 12	247.99	222.78	1 -4 14	76.14	25.61
-4 -2 11	1.06	41.45	-2 5 11	3.26	0.00	0 3 12	26.44	27.88	-2 -3 14	24.38	56.98
-3 -2 11	60.25	3.17	-1 5 11	280.65	310.49	1 3 12	181.15	141.36	-1 -3 14	18.39	40.21
-2 -2 11	274.34	216.99	-2 -5 12	1.45	41.77	2 3 12	0.42	101.21	0 -3 14	327.23	384.96
-1 -2 11	402.87	389.76	-1 -5 12	533.78	488.77	-2 4 12	125.07	147.22	1 -3 14	57.37	117.26
0 -2 11	94.35	42.72	0 -5 12	2.80	184.20	-1 4 12	9.19	16.59	2 -3 14	361.25	385.92
1 -2 11	599.91	579.43	1 -5 12	1134.90	1158.32	0 4 12	29.08	67.55	-2 -2 14	10.83	109.47
2 -2 11	429.98	492.55	2 -5 12	0.83	0.84	1 4 12	63.71	25.49	-1 -2 14	923.26	874.44
3 -2 11	186.05	169.29	3 -5 12	508.73	467.44	0 -5 13	33.74	73.70	0 -2 14	137.88	137.90
4 -2 11	2156.82	2228.20	-3 -4 12	62.16	128.06	1 -5 13	152.45	168.34	1 -2 14	83.19	66.75
5 -2 11	538.61	554.46	-2 -4 12	158.24	155.01	2 -5 13	84.69	97.32	2 -2 14	246.46	232.34
-5 -1 11	72.34	76.23	-1 -4 12	137.51	126.41	-2 -4 13	30.69	27.24	3 -2 14	232.97	204.25
-4 -1 11	779.53	777.07	0 -4 12	322.49	288.96	-1 -4 13	2.12	4.82	-3 -1 14	127.72	218.43
-3 -1 11	119.05	102.44	1 -4 12	7.83	32.99	0 -4 13	12.32	82.98	-2 -1 14	319.26	356.79
-2 -1 11	517.91	500.70	2 -4 12	161.70	98.29	1 -4 13	20.00	32.15	-1 -1 14	0.52	61.29
-1 -1 11	153.81	6.68	3 -4 12	447.95	448.13	2 -4 13	125.13	102.44	0 -1 14	66.08	55.69
0 -1 11	218.95	190.88	4 -4 12	0.40	81.21	3 -4 13	23.80	40.36	1 -1 14	44.88	86.11
1 -1 11	823.15	750.78	-3 -3 12	2.06	32.29	-3 -3 13	75.17	14.11	2 -1 14	13.56	1.61
2 -1 11	1210.48	1151.69	-2 -3 12	262.23	242.49	-2 -3 13	28.85	48.14	3 -1 14	23.97	73.70
3 -1 11	377.99	360.95	-1 -3 12	560.53	507.82	-1 -3 13	3.93	13.47	-3 0 14	217.87	196.31
4 -1 11	157.55	189.54	0 -3 12	1163.48	1185.03	0 -3 13	0.04	50.89	-2 0 14	58.77	45.64
5 -1 11	62.69	33.69	1 -3 12	1747.07	1898.34	1 -3 13	335.31	282.36	-1 0 14	413.19	410.25
-5 0 11	204.13	230.49	2 -3 12	241.06	268.60	2 -3 13	9.85	45.15	0 0 14	6.51	151.09
-4 0 11	40.77	38.98	3 -3 12	1542.30	1441.94	3 -3 13	298.96	286.48	1 0 14	12.74	48.31
-3 0 11	4.55	28.66	4 -3 12	117.17	68.35	-3 -2 13	156.27	220.24	2 0 14	154.46	74.12
-2 0 11	56.12	1.18	-4 -2 12	282.81	234.95	-2 -2 13	0.47	59.96	-3 1 14	1.11	22.97
-1 0 11	20.87	4.45	-3 -2 12	26.73	29.58	-1 -2 13	15.62	59.39	-2 1 14	258.69	263.43
0 0 11	9.53	48.14	-2 -2 12	1346.05	1337.40	0 -2 13	446.80	528.92	-1 1 14	17.83	85.44
1 0 11	13.73	22.62	-1 -2 12	1.12	4.61	1 -2 13	12.33	54.43	0 1 14	2.82	9.44
2 0 11	1284.69	1275.70	0 -2 12	905.58	910.88	2 -2 13	1468.79	1386.91	1 1 14	70.81	126.41
3 0 11	1.37	31.33	1 -2 12	0.01	23.91	3 -2 13	0.54	181.89	2 1 14	4.14	93.75
4 0 11	1529.03	1492.38	2 -2 12	14.71	26.86	4 -2 13	898.99	880.95	-2 2 14	55.32	29.98
5 0 11	6.00	36.58	3 -2 12	93.47	114.63	-4 -1 13	8.35	36.44	-1 2 14	9.13	6.68
-5 1 11	145.35	148.10	4 -2 12	298.76	281.95	-3 -1 13	11.50	7.80	0 2 14	56.13	85.44
-4 1 11	87.66	1.46	-4 -1 12	30.08	86.11	-2 -1 13	31.30	0.00	1 2 14	5.27	44.65
-3 1 11	276.23	273.42	-3 -1 12	3.82	29.84	-1 -1 13	239.66	309.20	-1 -2 15	12.51	10.21
-2 1 11	31.99	17.90	-2 -1 12	576.39	531.73	0 -1 13	20.79	98.04	0 -2 15	7.32	84.54
-1 1 11	9.47	44.33	-1 -1 12	4.68	28.40	1 -1 13	310.59	243.63	1 -2 15	284.06	243.63
0 1 11	138.51	105.42	0 -1 12	3189.94	2967.16	2 -1 13	1.89	34.12	-1 -1 15	421.48	388.80
1 1 11	1260.71	1126.99	1 -1 12	221.50	260.27	3 -1 13	195.32	205.65	0 -1 15	182.34	176.99
2 1 11	50.81	88.85	2 -1 12	1165.19	1158.32	4 -1 13	70.18	112.55	1 -1 15	1110.39	1131.09
3 1 11	852.30	835.93	3 -1 12	1152.91	1083.21	-4 0 13	184.68	194.27	-1 0 15	13.89	38.83
4 1 11	5.31	23.67	4 -1 12	95.75	104.92	-3 0 13	7.62	59.39	0 0 15	2.72	23.55
-5 2 11	37.75	80.33	4 0 12	78.47	10.92	-1 0 13	223.11	240.59			

**Ek.3. C<sub>22</sub>H<sub>19</sub>O<sub>3</sub>N<sub>3</sub> Kristaline Ait Atomların gözlenen ve hesaplanan faktörü değerleri.**





Çizelge E.3.III. Kristal için, yansımaların gözlenen ve hesaplanan yapı faktörü değerleri

H K L	Fc	Fo	H K L	Fc	Fo	H K L	Fc	Fo	H K L	Fc	Fo
1 0 0	574.58	508.87	-6 4 0	52.20	48.32	-5 8 0	53.34	50.33	3 -9 1	50.92	71.45
2 0 0	1294.83	1178.68	-5 4 0	48.51	46.60	-4 8 0	5.14	7.38	4 -9 1	0.34	7.57
3 0 0	88.13	91.78	-4 4 0	88.01	85.04	-3 8 0	32.84	12.90	5 -9 1	14.36	5.31
4 0 0	42.99	49.32	-3 4 0	80.07	79.21	-2 8 0	38.71	33.94	6 -9 1	1.34	0.00
5 0 0	1.05	6.26	-2 4 0	175.56	155.25	-1 8 0	3.31	16.89	7 -9 1	23.30	9.89
6 0 0	22.72	30.89	-1 4 0	1120.22	1172.30	0 8 0	52.25	50.66	8 -9 1	6.36	7.28
7 0 0	91.68	76.99	0 4 0	1093.78	1092.21	1 8 0	70.33	75.74	-5 -8 1	0.08	8.07
8 0 0	27.69	2.82	1 4 0	281.73	303.26	2 8 0	24.66	10.58	-4 -8 1	0.67	30.09
9 0 0	30.15	5.31	2 4 0	454.18	475.23	3 8 0	7.92	4.68	-3 -8 1	18.38	13.42
-9 1 0	26.03	43.24	3 4 0	29.33	11.29	4 8 0	1.83	15.04	-2 -8 1	0.15	7.97
-8 1 0	2.19	2.70	4 4 0	197.47	202.93	5 8 0	1.61	2.94	-1 -8 1	49.35	57.41
-7 1 0	7.58	2.25	5 4 0	160.61	154.73	-8 9 0	3.02	1.43	0 -8 1	25.32	37.36
-6 1 0	123.57	113.08	6 4 0	21.55	35.84	-7 9 0	12.77	6.17	1 -8 1	223.95	203.45
-5 1 0	197.35	212.22	7 4 0	21.63	40.24	-6 9 0	43.84	57.14	2 -8 1	0.10	10.46
-4 1 0	29.87	29.51	-9 5 0	0.16	6.81	-5 9 0	128.07	148.12	3 -8 1	0.15	12.77
-3 1 0	3422.77	3170.23	-8 5 0	16.73	12.39	-4 9 0	1.62	12.52	4 -8 1	29.54	9.23
-2 1 0	677.76	554.24	-7 5 0	40.65	7.57	-3 9 0	0.98	7.28	5 -8 1	3.15	6.71
-1 1 0	2664.50	2293.34	-6 5 0	28.32	14.08	-2 9 0	229.27	249.08	6 -8 1	0.02	5.48
1 1 0	424.25	367.84	-5 5 0	46.86	49.57	-1 9 0	8.78	5.07	7 -8 1	53.08	18.39
2 1 0	261.34	248.24	-4 5 0	306.06	316.43	0 9 0	3.35	34.66	8 -8 1	17.14	44.19
3 1 0	423.94	424.57	-3 5 0	236.95	232.52	1 9 0	6.03	8.48	-6 -7 1	31.75	48.07
4 1 0	66.02	61.55	-2 5 0	449.93	461.35	2 9 0	0.11	23.62	-5 -7 1	51.04	23.45
5 1 0	11.03	11.77	-1 5 0	91.38	95.22	3 9 0	0.01	3.39	-4 -7 1	12.87	0.00
6 1 0	31.26	38.89	0 5 0	1.02	9.25	4 9 0	0.33	18.55	-3 -7 1	13.61	0.00
7 1 0	81.64	70.55	1 5 0	267.32	275.23	-7 10 0	13.20	51.35	-2 -7 1	14.32	9.01
8 1 0	1.68	5.31	2 5 0	104.43	124.77	-6 10 0	50.67	6.53	-1 -7 1	0.90	4.01
9 1 0	53.60	95.20	3 5 0	304.80	322.13	-5 10 0	46.32	56.60	0 -7 1	1.85	8.44
-9 2 0	86.44	91.41	4 5 0	104.25	100.16	-4 10 0	15.27	8.59	1 -7 1	53.67	48.32
-8 2 0	128.99	72.67	5 5 0	147.47	134.12	-3 10 0	23.37	36.91	2 -7 1	14.00	12.52
-7 2 0	93.28	104.86	6 5 0	2.87	8.80	-2 10 0	1.84	8.69	3 -7 1	198.81	208.06
-6 2 0	283.00	243.54	7 5 0	24.55	29.70	-1 10 0	1.20	2.94	4 -7 1	0.84	17.63
-5 2 0	0.16	7.87	-9 6 0	2.37	16.31	0 10 0	60.15	72.61	5 -7 1	3.38	4.30
-4 2 0	1240.35	1149.83	-8 6 0	9.39	6.71	1 10 0	0.26	11.89	6 -7 1	3.37	2.94
-3 2 0	447.42	385.84	-7 6 0	69.24	72.05	2 10 0	4.73	0.00	7 -7 1	169.70	169.75
-2 2 0	3210.74	2911.35	-6 6 0	0.22	41.15	-6 11 0	0.00	12.39	8 -7 1	0.95	15.17
-1 2 0	5862.60	5456.31	-5 6 0	11.00	0.00	-5 11 0	2.06	33.31	9 -7 1	0.52	48.07
0 2 0	447.86	407.65	-4 6 0	310.77	332.50	-4 11 0	0.57	16.89	-6 -6 1	10.37	6.62
1 2 0	624.61	569.82	-3 6 0	136.92	117.70	-3 11 0	41.82	37.79	-5 -6 1	114.97	104.86
2 2 0	12.32	13.95	-2 6 0	134.91	133.31	-2 11 0	4.43	22.59	-4 -6 1	1.99	4.99
3 2 0	101.72	106.35	-1 6 0	210.11	199.41	-1 11 0	4.66	4.52	-3 -6 1	0.84	4.37
4 2 0	170.60	177.80	0 6 0	291.21	298.89	0 11 0	2.71	10.70	-2 -6 1	183.78	174.94
5 2 0	1.99	5.15	1 6 0	1.31	5.07	-1 -11 1	0.49	16.60	-1 -6 1	19.17	21.09
6 2 0	0.19	4.75	2 6 0	50.36	56.87	0 -11 1	1.66	10.33	0 -6 1	245.77	248.32
7 2 0	6.48	4.83	3 6 0	3.58	17.19	1 -11 1	2.18	0.00	1 -6 1	4.75	0.00
8 2 0	0.18	12.02	4 6 0	6.99	4.15	2 -11 1	26.49	23.45	2 -6 1	285.17	279.40
-9 3 0	179.67	199.35	5 6 0	23.34	17.34	3 -11 1	58.14	83.06	3 -6 1	215.29	201.94
-8 3 0	148.69	92.45	6 6 0	11.35	10.00	4 -11 1	0.79	3.39	4 -6 1	240.51	230.31
-7 3 0	13.18	4.75	-9 7 0	64.82	6.81	5 -11 1	8.05	0.00	5 -6 1	0.76	3.86
-6 3 0	66.52	72.66	-8 7 0	65.59	50.59	6 -11 1	20.81	39.34	6 -6 1	12.55	17.34
-5 3 0	291.68	293.32	-7 7 0	53.79	34.36	-2 -10 1	3.55	15.31	7 -6 1	64.65	2.82
-4 3 0	976.95	1007.45	-6 7 0	199.19	187.93	-1 -10 1	4.88	11.17	8 -6 1	9.86	5.73
-3 3 0	53.49	59.88	-5 7 0	16.80	2.15	0 -10 1	36.30	41.91	9 -6 1	4.79	19.80
-2 3 0	1208.16	1154.39	-4 7 0	50.85	48.57	1 -10 1	4.05	0.00	-7 -5 1	0.02	1.39
-1 3 0	4801.07	4592.13	-3 7 0	33.47	33.52	2 -10 1	34.03	47.83	-6 -5 1	1.20	9.78
0 3 0	271.67	270.02	-2 7 0	36.79	38.90	3 -10 1	40.27	26.86	-5 -5 1	119.86	126.77
1 3 0	0.46	1.00	-1 7 0	1.96	12.52	4 -10 1	23.05	31.28	-4 -5 1	2.72	1.89
2 3 0	1.13	5.48	0 7 0	0.00	4.40	5 -10 1	46.80	6.26	-3 -5 1	0.43	0.00
3 3 0	266.86	267.58	1 7 0	0.29	0.00	6 -10 1	3.00	0.00	-2 -5 1	450.02	439.94
4 3 0	5.40	5.31	2 7 0	12.65	4.52	7 -10 1	6.33	9.56	-1 -5 1	386.38	410.42
5 3 0	1027.54	979.28	3 7 0	10.71	2.53	-4 -9 1	0.05	17.63	0 -5 1	25.48	19.99
6 3 0	14.01	7.18	4 7 0	0.04	8.59	-3 -9 1	9.36	1.94	1 -5 1	92.70	103.05
7 3 0	9.24	8.48	5 7 0	3.35	22.09	-2 -9 1	27.21	38.01	2 -5 1	49.73	53.69
8 3 0	1.72	10.00	-9 8 0	2.43	18.70	-1 -9 1	53.22	46.36	3 -5 1	1.66	8.59
-9 4 0	29.27	10.23	-8 8 0	6.34	6.35	0 -9 1	32.22	17.49	4 -5 1	18.63	19.80
-8 4 0	15.90	19.32	-7 8 0	41.49	28.36	1 -9 1	1.98	22.09	5 -5 1	100.76	106.70
-7 4 0	35.62	17.79	-6 8 0	2.69	6.35	2 -9 1	130.20	123.17	6 -5 1	25.73	32.70

Çizelge E.3. (Devam) III. Kristal için, yansımaların gözlenen ve hesaplanan yapı faktörü değerleri

7 -5 1	0.45	28.74	2 -1 1	7627.24	6552.93	-5 3 1	417.42	422.84	-6 7 1	0.57	4.75
8 -5 1	6.30	13.16	3 -1 1	351.76	364.85	-4 3 1	777.72	759.50	-5 7 1	1.40	17.04
9 -5 1	0.78	38.45	4 -1 1	1389.58	1494.92	-3 3 1	1909.40	1789.41	-4 7 1	381.77	408.85
-8 -4 1	7.72	2.94	5 -1 1	57.80	55.27	-2 3 1	1520.74	1407.72	-3 7 1	47.83	27.79
-7 -4 1	0.02	45.62	6 -1 1	255.52	258.24	-1 3 1	1573.70	1560.07	-2 7 1	25.73	10.81
-6 -4 1	33.92	16.89	7 -1 1	37.62	30.89	0 3 1	14.81	10.14	-1 7 1	36.89	27.79
-5 -4 1	59.87	53.68	8 -1 1	3.32	15.88	1 3 1	717.76	714.25	0 7 1	45.47	43.13
-4 -4 1	0.95	3.45	9 -1 1	0.52	8.69	2 3 1	91.14	84.39	1 7 1	43.09	43.25
-3 -4 1	19.60	27.98	-9 0 1	15.96	13.16	3 3 1	10.15	9.56	2 7 1	106.28	103.40
-2 -4 1	487.64	457.53	-8 0 1	62.40	69.35	4 3 1	25.89	32.29	3 7 1	36.44	43.24
-1 -4 1	1373.46	1470.47	-7 0 1	96.71	97.67	5 3 1	0.73	10.35	4 7 1	91.87	100.87
0 -4 1	166.54	160.40	-6 0 1	81.13	75.12	6 3 1	3.94	17.04	5 7 1	24.21	24.50
1 -4 1	81.64	83.74	-5 0 1	50.52	48.33	7 3 1	0.54	17.48	-9 8 1	7.27	14.22
2 -4 1	68.82	73.28	-4 0 1	2.55	5.73	8 3 1	47.41	58.77	-8 8 1	4.96	6.35
3 -4 1	133.27	136.64	-3 0 1	10.11	16.17	-10 4 1	1.73	3.59	-7 8 1	3.28	2.88
4 -4 1	8.89	1.39	-2 0 1	5454.53	5386.12	-9 4 1	48.64	48.32	-6 8 1	71.78	63.81
5 -4 1	19.63	1.89	-1 0 1	286.73	287.46	-8 4 1	1.85	31.68	-5 8 1	7.31	7.18
6 -4 1	1.15	23.45	1 0 1	108.05	103.51	-7 4 1	163.61	164.21	-4 8 1	52.71	46.36
7 -4 1	7.95	1.66	2 0 1	1030.50	1008.57	-6 4 1	1.61	20.93	-3 8 1	15.95	15.74
8 -4 1	1.64	17.04	3 0 1	1521.03	1488.13	-5 4 1	183.25	174.48	-2 8 1	1.49	6.35
9 -4 1	0.13	14.08	4 0 1	114.30	109.69	-4 4 1	44.54	41.85	-1 8 1	0.61	2.15
-8 -3 1	2.85	13.42	5 0 1	226.65	236.32	-3 4 1	1062.82	1079.76	0 8 1	19.70	22.20
-7 -3 1	50.70	8.59	6 0 1	12.96	18.86	-2 4 1	727.29	712.15	1 8 1	186.96	184.99
-6 -3 1	230.77	229.19	7 0 1	5.80	17.04	-1 4 1	76.08	62.12	2 8 1	16.10	11.65
-5 -3 1	1.06	8.07	8 0 1	107.40	111.55	0 4 1	127.10	123.34	3 8 1	4.01	11.53
-4 -3 1	191.37	183.08	9 0 1	15.54	26.85	1 4 1	344.59	370.18	4 8 1	37.25	69.64
-3 -3 1	21.43	9.78	-9 1 1	14.11	15.88	2 4 1	42.90	52.12	-8 9 1	54.28	56.33
-2 -3 1	51.38	45.15	-8 1 1	0.03	10.69	3 4 1	110.84	104.51	-7 9 1	3.22	0.00
-1 -3 1	24.01	15.46	-7 1 1	366.93	344.33	4 4 1	31.53	26.86	-6 9 1	1.44	5.82
0 -3 1	56.24	52.40	-6 1 1	137.11	144.68	5 4 1	767.82	748.78	-5 9 1	27.02	41.15
1 -3 1	150.49	137.53	-5 1 1	1316.01	1263.47	6 4 1	37.25	44.43	-4 9 1	40.84	50.33
2 -3 1	1018.75	973.16	-4 1 1	2283.12	2262.80	7 4 1	1.76	9.45	-3 9 1	0.29	20.12
3 -3 1	329.54	317.22	-3 1 1	215.93	221.82	-9 5 1	0.70	56.33	-2 9 1	96.85	78.25
4 -3 1	79.25	75.13	-2 1 1	4770.71	4702.15	-8 5 1	33.93	8.28	-1 9 1	12.78	5.07
5 -3 1	352.03	367.34	-1 1 1	170.40	181.42	-7 5 1	28.16	26.12	0 9 1	5.00	37.56
6 -3 1	1.31	15.17	0 1 1	3311.72	3171.57	-6 5 1	4.54	4.01	1 9 1	55.47	72.35
7 -3 1	3.44	6.44	1 1 1	93.93	93.88	-5 5 1	36.78	29.32	2 9 1	125.71	121.98
8 -3 1	21.67	19.01	2 1 1	434.21	463.28	-4 5 1	72.69	81.45	3 9 1	1.57	75.42
9 -3 1	57.13	20.28	3 1 1	86.92	71.77	-3 5 1	7.19	6.71	-7 10 1	7.94	1.35
-8 -2 1	26.88	9.45	4 1 1	21.74	15.60	-2 5 1	349.04	351.15	-6 10 1	8.92	0.00
-7 -2 1	10.17	7.77	5 1 1	0.06	3.45	-1 5 1	536.87	539.05	-5 10 1	7.75	9.78
-6 -2 1	773.31	756.69	6 1 1	120.70	118.46	0 5 1	354.05	352.65	-4 10 1	35.80	11.17
-5 -2 1	4.45	4.83	7 1 1	11.29	2.59	1 5 1	0.00	14.49	-3 10 1	5.96	22.42
-4 -2 1	13.96	5.91	8 1 1	2.80	12.14	2 5 1	263.80	257.12	-2 10 1	3.23	19.64
-3 -2 1	420.91	425.21	9 1 1	2.23	49.07	3 5 1	13.07	19.80	-1 10 1	9.25	8.59
-2 -2 1	860.03	829.28	-9 2 1	2.31	3.07	4 5 1	66.55	58.50	0 10 1	0.01	8.20
-1 -2 1	47.44	44.68	-8 2 1	6.23	10.58	5 5 1	64.93	69.95	1 10 1	19.48	28.36
0 -2 1	2523.21	2387.06	-7 2 1	52.23	39.34	6 5 1	29.74	26.67	2 10 1	11.64	10.69
1 -2 1	46.71	34.16	-6 2 1	0.03	1.84	7 5 1	0.32	17.19	-6 11 1	5.35	13.29
2 -2 1	433.49	400.23	-5 2 1	14.30	2.94	-9 6 1	1.61	10.35	-5 11 1	0.36	3.45
3 -2 1	136.60	114.26	-4 2 1	62.88	47.34	-8 6 1	0.91	14.22	-4 11 1	2.11	5.99
4 -2 1	236.75	209.17	-3 2 1	647.95	635.10	-7 6 1	4.24	4.99	-3 11 1	18.31	13.95
5 -2 1	526.86	553.06	-2 2 1	614.82	583.48	-6 6 1	24.24	17.34	-2 11 1	10.20	38.67
6 -2 1	59.40	64.38	-1 2 1	43.89	45.88	-5 6 1	11.17	30.10	-1 11 1	3.07	19.80
7 -2 1	219.35	198.87	0 2 1	690.50	581.76	-4 6 1	532.34	514.17	0 11 1	5.19	1.74
8 -2 1	37.62	44.19	1 2 1	900.20	840.73	-3 6 1	64.22	50.34	-1 -11 2	1.52	21.92
9 -2 1	25.44	53.94	2 2 1	412.62	406.37	-2 6 1	140.20	145.12	0 -11 2	2.46	5.79
-9 -1 1	3.43	0.71	3 2 1	68.02	72.06	-1 6 1	4.83	0.00	1 -11 2	63.08	82.09
-8 -1 1	8.24	4.60	4 2 1	199.62	192.40	0 6 1	319.69	313.15	2 -11 2	15.68	2.59
-7 -1 1	118.82	98.38	5 2 1	40.66	45.87	1 6 1	74.67	79.52	3 -11 2	30.56	22.42
-6 -1 1	34.84	4.08	6 2 1	76.31	62.39	2 6 1	21.52	3.93	4 -11 2	17.78	4.15
-5 -1 1	12.45	11.65	7 2 1	256.72	249.09	3 6 1	119.83	142.10	5 -11 2	3.45	7.18
-4 -1 1	368.03	391.10	8 2 1	4.20	3.26	4 6 1	5.07	6.71	6 -11 2	0.01	15.17
-3 -1 1	172.16	155.69	-10 3 1	5.99	10.69	5 6 1	64.16	83.39	-2 -10 2	1.24	0.00
-2 -1 1	163.11	152.18	-9 3 1	28.98	9.89	6 6 1	0.44	5.40	-1 -10 2	2.42	3.13
-1 -1 1	1815.14	1782.43	-8 3 1	182.11	167.90	-9 7 1	4.89	10.81	0 -10 2	10.48	24.12
0 -1 1	472.26	477.67	-7 3 1	13.78	11.29	-8 7 1	4.61	11.89	1 -10 2	4.84	2.88
1 -1 1	9.49	2.25	-6 3 1	7.11	5.48	-7 7 1	37.71	49.32	2 -10 2	9.17	28.17

Çizelge E.3. (Devam) III. Kristal için, yansımaların gözlenen ve hesaplanan yapı faktörü değerleri

3 -10 2	9.78	3.00	-3 -5 2	0.21	5.48	-9 -1 2	2.33	10.46	3 2 2	26.11	28.93
4 -10 2	16.90	23.97	-2 -5 2	69.01	72.97	-8 -1 2	0.96	14.49	4 2 2	21.06	21.09
5 -10 2	5.96	21.25	-1 -5 2	74.56	68.17	-7 -1 2	0.02	14.22	5 2 2	24.12	26.49
6 -10 2	8.30	6.90	0 -5 2	23.98	24.80	-6 -1 2	208.21	188.43	6 2 2	3.47	0.00
7 -10 2	1.84	14.90	1 -5 2	49.54	56.34	-5 -1 2	119.89	145.53	7 2 2	27.49	11.41
-4 -9 2	0.08	14.90	2 -5 2	547.29	571.90	-4 -1 2	109.35	114.99	8 2 2	10.43	10.00
-3 -9 2	14.59	2.04	3 -5 2	308.66	296.42	-3 -1 2	42.96	50.33	-10 3 2	0.14	14.22
-2 -9 2	47.79	61.82	4 -5 2	0.03	0.00	-2 -1 2	341.70	340.76	-9 3 2	40.43	51.86
-1 -9 2	2.20	24.50	5 -5 2	30.94	41.16	-1 -1 2	0.05	25.75	-8 3 2	28.67	33.94
0 -9 2	0.82	11.00	6 -5 2	56.56	66.70	0 -1 2	2176.95	2266.65	-7 3 2	2.20	14.76
1 -9 2	0.49	12.39	7 -5 2	10.29	24.50	1 -1 2	1464.14	1485.89	-6 3 2	33.24	16.60
2 -9 2	56.61	60.43	8 -5 2	71.25	76.68	2 -1 2	2.76	3.32	-5 3 2	187.45	170.26
3 -9 2	25.75	42.31	9 -5 2	20.47	6.53	3 -1 2	11.32	0.00	-4 3 2	93.65	96.62
4 -9 2	0.06	25.57	-8 -4 2	53.97	63.81	4 -1 2	61.02	80.16	-3 3 2	305.24	294.67
5 -9 2	19.61	12.14	-7 -4 2	1.69	0.00	5 -1 2	9.87	1.75	-2 3 2	887.41	872.19
6 -9 2	81.88	95.55	-6 -4 2	37.51	48.82	6 -1 2	54.01	54.74	-1 3 2	2774.15	2705.24
7 -9 2	68.88	74.81	-5 -4 2	27.12	27.60	7 -1 2	242.38	253.06	0 3 2	74.91	77.89
8 -9 2	2.21	15.31	-4 -4 2	60.83	70.85	8 -1 2	53.40	23.80	1 3 2	271.76	277.70
-5 -8 2	2.96	3.66	-3 -4 2	106.46	128.79	9 -1 2	2.61	13.95	2 3 2	31.40	19.96
-4 -8 2	0.08	13.16	-2 -4 2	829.41	863.39	-9 0 2	0.01	20.12	3 3 2	100.92	104.87
-3 -8 2	17.65	12.39	-1 -4 2	847.89	893.51	-8 0 2	2.87	7.97	4 3 2	5.49	36.05
-2 -8 2	19.30	5.15	0 -4 2	209.11	197.00	-7 0 2	0.00	18.55	5 3 2	328.28	309.41
-1 -8 2	2.20	25.94	1 -4 2	88.12	75.76	-6 0 2	33.42	19.17	6 3 2	45.91	40.70
0 -8 2	10.36	14.28	2 -4 2	730.27	744.87	-5 0 2	194.88	215.88	7 3 2	0.00	21.42
1 -8 2	1.92	5.48	3 -4 2	604.60	596.29	-4 0 2	36.83	56.33	8 3 2	0.81	9.34
2 -8 2	93.55	91.07	4 -4 2	43.42	32.09	-3 0 2	1583.91	1621.77	-10 4 2	2.19	4.01
3 -8 2	60.14	55.27	5 -4 2	147.27	168.83	-2 0 2	688.59	677.26	-9 4 2	26.44	24.86
4 -8 2	211.13	211.15	6 -4 2	127.72	133.71	-1 0 2	1151.22	1155.83	-8 4 2	3.18	4.75
5 -8 2	120.15	94.87	7 -4 2	23.32	11.17	0 0 2	6498.15	6471.85	-7 4 2	0.17	14.22
6 -8 2	38.09	37.35	8 -4 2	39.25	61.54	1 0 2	8.81	11.89	-6 4 2	134.78	159.66
7 -8 2	25.27	49.07	9 -4 2	5.83	0.00	2 0 2	116.82	113.12	-5 4 2	220.17	198.40
8 -8 2	21.55	28.36	-8 -3 2	24.58	12.27	3 0 2	261.91	268.22	-4 4 2	166.25	155.65
-6 -7 2	10.43	5.91	-7 -3 2	4.92	11.53	4 0 2	336.74	352.45	-3 4 2	323.45	306.42
-5 -7 2	2.31	0.00	-6 -3 2	360.35	321.48	5 0 2	82.80	92.79	-2 4 2	11.83	10.12
-4 -7 2	3.36	15.60	-5 -3 2	141.89	154.29	6 0 2	7.39	10.69	-1 4 2	251.30	248.10
-3 -7 2	103.77	98.38	-4 -3 2	43.13	43.72	7 0 2	262.39	216.40	0 4 2	156.87	162.21
-2 -7 2	1.21	3.13	-3 -3 2	242.78	253.70	8 0 2	0.26	20.76	1 4 2	300.16	304.50
-1 -7 2	155.55	187.43	-2 -3 2	81.01	69.96	9 0 2	4.17	48.32	2 4 2	16.93	8.80
0 -7 2	14.92	10.28	-1 -3 2	1496.15	1542.64	-9 1 2	11.18	6.26	3 4 2	239.41	223.85
1 -7 2	493.66	489.25	0 -3 2	272.59	257.70	-8 1 2	14.65	8.28	4 4 2	411.08	421.98
2 -7 2	2.00	16.31	1 -3 2	61.59	66.71	-7 1 2	123.31	112.32	5 4 2	22.00	4.75
3 -7 2	62.16	47.34	2 -3 2	269.18	272.39	-6 1 2	102.69	85.70	6 4 2	3.27	33.52
4 -7 2	193.04	183.07	3 -3 2	56.14	62.11	-5 1 2	60.89	58.78	7 4 2	9.09	29.32
5 -7 2	1.54	4.37	4 -3 2	4.54	4.08	-4 1 2	143.56	156.10	-9 5 2	13.57	3.26
6 -7 2	5.87	4.91	5 -3 2	1.01	0.00	-3 1 2	425.54	435.05	-8 5 2	14.29	12.14
7 -7 2	65.96	71.15	6 -3 2	17.95	2.25	-2 1 2	2864.77	2838.58	-7 5 2	0.78	7.09
8 -7 2	49.75	82.73	7 -3 2	21.66	7.77	-1 1 2	9667.06	9807.93	-6 5 2	0.95	12.14
9 -7 2	8.40	17.94	8 -3 2	18.32	9.67	0 1 2	104.93	99.70	-5 5 2	28.44	31.28
-6 -6 2	0.07	8.69	9 -3 2	1.28	2.59	1 1 2	115.82	113.90	-4 5 2	748.23	689.71
-5 -6 2	5.16	2.76	-9 -2 2	3.36	22.09	2 1 2	3365.61	3377.05	-3 5 2	38.23	36.27
-4 -6 2	17.73	7.18	-8 -2 2	2.14	9.45	3 1 2	356.61	386.21	-2 5 2	732.10	656.49
-3 -6 2	15.88	17.04	-7 -2 2	49.21	30.89	4 1 2	771.01	755.24	-1 5 2	111.25	110.07
-2 -6 2	96.23	115.36	-6 -2 2	312.54	268.11	5 1 2	0.43	5.56	0 5 2	13.14	13.25
-1 -6 2	48.82	50.84	-5 -2 2	0.94	1.89	6 1 2	359.05	374.14	1 5 2	7.64	7.67
0 -6 2	8.56	11.89	-4 -2 2	37.96	25.22	7 1 2	10.83	26.12	2 5 2	9.09	10.35
1 -6 2	1.39	10.69	-3 -2 2	2496.20	2756.78	8 1 2	2.70	5.07	3 5 2	4.85	4.01
2 -6 2	7.33	4.60	-2 -2 2	1213.15	1259.32	-9 2 2	125.25	180.13	4 5 2	343.51	320.20
3 -6 2	286.10	266.39	-1 -2 2	2087.92	2113.31	-8 2 2	13.19	13.95	5 5 2	8.67	13.03
4 -6 2	127.36	132.89	0 -2 2	4.68	8.21	-7 2 2	5.64	10.93	6 5 2	2.22	8.59
5 -6 2	25.06	17.94	1 -2 2	74.13	56.09	-6 2 2	64.46	46.85	7 5 2	0.19	10.58
6 -6 2	11.26	9.78	2 -2 2	59.77	54.75	-5 2 2	43.96	44.43	-9 6 2	8.22	22.59
7 -6 2	210.48	200.88	3 -2 2	1761.22	1594.72	-4 2 2	47.90	47.58	-8 6 2	4.12	36.70
8 -6 2	0.96	17.63	4 -2 2	18.36	0.18	-3 2 2	114.58	111.21	-7 6 2	6.25	14.62
9 -6 2	2.04	6.71	5 -2 2	0.84	16.02	-2 2 2	521.85	506.12	-6 6 2	71.49	62.96
-7 -5 2	27.70	9.67	6 -2 2	40.26	3.93	-1 2 2	19270.44	19319.95	-5 6 2	305.27	302.53
-6 -5 2	1.77	6.90	7 -2 2	109.48	93.13	0 2 2	475.77	491.04	-4 6 2	68.82	62.11
-5 -5 2	0.83	0.83	8 -2 2	198.80	188.41	1 2 2	2.35	9.01	-3 6 2	6.41	0.71
-4 -5 2	3.08	16.74	9 -2 2	26.37	3.26	2 2 2	721.53	690.33	-2 6 2	92.91	83.40

Çizelge E.3. (Devam) III. Kristal için, yansımaların gözlenen ve hesaplanan yapı faktörü değerleri

-1 6 2	115.92	91.77	2-11 3	6.73	5.56	7 -6 3	39.74	48.82	4 -2 3	13.49	11.17
0 6 2	33.16	39.39	3-11 3	0.12	6.99	8 -6 3	29.91	21.75	5 -2 3	253.99	275.77
1 6 2	40.78	35.62	4-11 3	1.09	4.99	9 -6 3	0.46	34.77	6 -2 3	24.15	2.04
2 6 2	24.82	29.12	5-11 3	0.08	3.72	-7 -5 3	65.48	95.90	7 -2 3	10.21	19.48
3 6 2	159.94	161.47	-2-10 3	7.07	3.59	-6 -5 3	75.67	58.77	8 -2 3	21.96	9.89
4 6 2	0.08	15.60	-1-10 3	35.12	16.89	-5 -5 3	28.93	23.80	9 -2 3	22.19	36.91
5 6 2	1.46	14.76	0-10 3	18.35	16.31	-4 -5 3	15.31	14.08	-9 -1 3	4.03	14.35
6 6 2	1.89	3.45	1-10 3	35.08	47.83	-3 -5 3	8.93	26.49	-8 -1 3	21.09	29.12
-9 7 2	32.17	10.23	2-10 3	96.27	82.74	-2 -5 3	0.14	9.67	-7 -1 3	272.51	263.99
-8 7 2	33.03	30.10	3-10 3	0.01	46.11	-1 -5 3	0.06	9.56	-6 -1 3	13.37	47.33
-7 7 2	10.84	26.48	4-10 3	0.04	26.67	0 -5 3	1.42	4.36	-5 -1 3	223.08	225.98
-6 7 2	55.71	65.24	5-10 3	26.28	25.39	1 -5 3	16.29	17.48	-4 -1 3	589.06	609.31
-5 7 2	156.70	151.64	6-10 3	42.61	64.66	2 -5 3	147.54	149.90	-3 -1 3	17.57	18.55
-4 7 2	248.63	244.06	7-10 3	15.68	3.86	3 -5 3	46.82	59.60	-2 -1 3	250.17	261.29
-3 7 2	0.67	16.89	-4 -9 3	0.61	7.57	4 -5 3	0.78	16.74	-1 -1 3	8.88	14.22
-2 7 2	57.80	65.53	-3 -9 3	0.00	32.29	5 -5 3	16.36	9.01	0 -1 3	1551.27	1579.75
-1 7 2	99.42	104.13	-2 -9 3	67.82	96.60	6 -5 3	393.62	423.41	1 -1 3	216.76	226.69
0 7 2	23.63	24.16	-1 -9 3	5.57	16.60	7 -5 3	10.23	12.14	2 -1 3	476.07	500.15
1 7 2	182.59	203.93	0 -9 3	0.58	15.50	8 -5 3	0.05	11.77	3 -1 3	120.18	127.60
2 7 2	86.81	98.37	1 -9 3	129.43	121.20	9 -5 3	6.09	19.80	4 -1 3	1.97	1.80
3 7 2	3.40	5.73	2 -9 3	29.11	24.15	-8 -4 3	11.20	14.90	5 -1 3	5.06	27.60
4 7 2	53.46	63.52	3 -9 3	5.97	10.93	-7 -4 3	0.22	15.31	6 -1 3	86.85	69.95
5 7 2	0.00	6.81	4 -9 3	10.66	13.68	-6 -4 3	8.82	14.76	7 -1 3	44.57	46.11
-9 8 2	1.09	17.94	5 -9 3	85.90	81.44	-5 -4 3	12.42	2.25	8 -1 3	79.54	46.85
-8 8 2	4.00	25.39	6 -9 3	22.38	6.53	-4 -4 3	6.38	20.28	9 -1 3	3.00	27.60
-7 8 2	18.29	38.23	7 -9 3	41.89	11.53	-3 -4 3	533.99	550.50	-9 0 3	2.18	3.45
-6 8 2	83.11	81.44	-5 -8 3	1.88	8.38	-2 -4 3	0.75	9.78	-8 0 3	15.13	16.02
-5 8 2	100.59	77.31	-4 -8 3	1.59	3.32	-1 -4 3	67.10	76.68	-7 0 3	150.35	142.53
-4 8 2	28.50	20.28	-3 -8 3	11.54	0.56	0 -4 3	789.37	809.36	-6 0 3	14.35	10.81
-3 8 2	6.37	19.64	-2 -8 3	1.00	0.00	1 -4 3	51.84	60.71	-5 0 3	21.36	26.86
-2 8 2	0.00	12.90	-1 -8 3	170.56	192.85	2 -4 3	325.82	342.48	-4 0 3	342.03	329.37
-1 8 2	1.60	6.62	0 -8 3	0.49	4.61	3 -4 3	7.58	13.29	-3 0 3	865.00	968.29
0 8 2	22.42	28.45	1 -8 3	380.12	365.90	4 -4 3	325.27	323.48	-2 0 3	7.85	7.28
1 8 2	32.75	33.73	2 -8 3	294.81	265.77	5 -4 3	24.01	19.96	-1 0 3	599.60	644.81
2 8 2	0.57	24.15	3 -8 3	111.02	126.36	6 -4 3	136.56	142.53	0 0 3	134.65	134.43
3 8 2	0.24	11.89	4 -8 3	61.80	65.24	7 -4 3	0.25	9.89	1 0 3	783.20	800.11
4 8 2	49.88	55.00	5 -8 3	131.61	145.96	8 -4 3	65.88	72.05	2 0 3	63.33	58.51
-8 9 2	4.51	30.69	6 -8 3	17.93	0.00	9 -4 3	2.79	15.04	3 0 3	147.73	175.43
-7 9 2	16.14	3.13	7 -8 3	13.37	3.00	-8 -3 3	3.84	32.90	4 0 3	136.67	150.77
-6 9 2	12.27	14.35	8 -8 3	2.44	15.45	-7 -3 3	9.06	3.59	5 0 3	462.51	457.32
-5 9 2	31.29	8.17	-6 -7 3	7.24	0.00	-6 -3 3	5.13	4.83	6 0 3	276.39	314.42
-4 9 2	0.14	5.15	-5 -7 3	0.93	6.26	-5 -3 3	76.17	64.96	7 0 3	17.83	9.78
-3 9 2	31.07	29.71	-4 -7 3	78.65	75.43	-4 -3 3	57.60	60.71	8 0 3	13.54	12.14
-2 9 2	6.77	10.00	-3 -7 3	0.11	2.64	-3 -3 3	488.06	453.67	9 0 3	0.35	26.30
-1 9 2	2.38	7.67	-2 -7 3	31.44	35.62	-2 -3 3	700.54	797.28	-9 1 3	7.78	22.09
0 9 2	6.82	4.55	-1 -7 3	10.70	8.69	-1 -3 3	0.76	4.45	-8 1 3	18.04	3.52
1 9 2	6.86	5.82	0 -7 3	90.08	81.16	0 -3 3	743.10	753.34	-7 1 3	31.29	33.11
2 9 2	18.41	6.35	1 -7 3	17.68	22.76	1 -3 3	8.50	8.38	-6 1 3	66.95	83.72
3 9 2	1.89	1.39	2 -7 3	10.57	16.89	2 -3 3	0.08	6.08	-5 1 3	576.36	617.15
-7 10 2	29.05	27.23	3 -7 3	30.56	38.67	3 -3 3	586.52	589.31	-4 1 3	537.47	567.66
-6 10 2	7.41	6.44	4 -7 3	0.48	8.38	4 -3 3	14.01	19.96	-3 1 3	392.49	420.11
-5 10 2	12.32	6.17	5 -7 3	4.98	0.00	5 -3 3	19.01	14.08	-2 1 3	388.04	408.64
-4 10 2	5.35	5.82	6 -7 3	117.70	121.59	6 -3 3	41.61	41.85	-1 1 3	14.96	2.82
-3 10 2	1.82	11.41	7 -7 3	10.81	4.60	7 -3 3	6.22	18.70	0 1 3	832.31	821.74
-2 10 2	46.15	21.75	8 -7 3	3.25	6.35	8 -3 3	0.02	19.96	1 1 3	133.86	129.66
-1 10 2	6.59	5.99	-6 -6 3	1.07	8.07	9 -3 3	12.96	14.49	2 1 3	69.02	82.75
0 10 2	135.48	140.80	-5 -6 3	28.86	32.09	-8 -2 3	0.24	6.44	3 1 3	4.54	5.31
1 10 2	0.00	19.48	-4 -6 3	4.03	10.46	-7 -2 3	76.18	52.64	4 1 3	0.70	6.26
2 10 2	1.89	10.46	-3 -6 3	0.09	0.97	-6 -2 3	84.12	83.39	5 1 3	155.24	141.69
-6 11 2	8.42	14.49	-2 -6 3	157.63	161.03	-5 -2 3	18.63	1.66	6 1 3	0.32	2.36
-5 11 2	0.11	10.12	-1 -6 3	425.55	409.65	-4 -2 3	0.01	6.62	7 1 3	5.90	21.75
-4 11 2	0.58	55.79	0 -6 3	2.83	1.93	-3 -2 3	64.29	76.06	8 1 3	57.99	66.99
-3 11 2	8.76	22.09	1 -6 3	50.98	50.08	-2 -2 3	453.45	484.87	-9 2 3	8.27	13.81
-2 11 2	7.28	16.31	2 -6 3	55.60	60.99	-1 -2 3	2667.40	2777.32	-8 2 3	18.23	14.62
-1 11 2	25.67	39.56	3 -6 3	39.67	1.89	0 -2 3	129.34	115.05	-7 2 3	0.03	22.25
0 11 2	6.88	27.28	4 -6 3	77.74	72.97	1 -2 3	30.72	24.15	-6 2 3	184.91	188.43
0-11 3	5.18	3.14	5 -6 3	26.38	31.08	2 -2 3	7.87	14.08	-5 2 3	21.30	29.12
1-11 3	0.18	43.01	6 -6 3	218.35	245.71	3 -2 3	18.50	7.87	-4 2 3	6.95	4.22



Çizelge E.3. (Devam) III. Kristal için, yansımaların gözlenen ve hesaplanan yapı faktörü değerleri

-3 2 3	546.73	494.55	-5 6 3	3.68	0.00	1 -11 4	8.14	7.28	-7 -5 4	11.01	14.35
-2 2 3	121.03	115.79	-4 6 3	34.78	46.11	2 -11 4	8.41	5.73	-6 -5 4	0.41	18.85
-1 2 3	5364.36	5447.66	-3 6 3	2.20	3.45	3 -11 4	0.00	7.18	-5 -5 4	28.91	5.48
0 2 3	1330.45	1387.24	-2 6 3	443.55	461.17	4 -11 4	7.75	0.00	-4 -5 4	0.76	9.56
1 2 3	1709.25	1761.33	-1 6 3	123.23	139.98	5 -11 4	30.94	16.89	-3 -5 4	134.01	107.08
2 2 3	5.76	8.17	0 6 3	2.40	3.93	-2 -10 4	7.46	7.38	-2 -5 4	6.80	6.90
3 2 3	6.28	13.81	1 6 3	0.00	19.01	-1 -10 4	1.42	6.44	-1 -5 4	35.64	34.78
4 2 3	4.12	0.00	2 6 3	105.62	118.07	0 -10 4	29.52	55.55	0 -5 4	379.78	383.08
5 2 3	2.60	0.00	3 6 3	7.20	9.34	1 -10 4	7.17	15.31	1 -5 4	4.29	13.03
6 2 3	0.20	10.93	4 6 3	162.05	174.44	2 -10 4	77.52	83.72	2 -5 4	615.54	668.03
7 2 3	44.55	42.54	5 6 3	27.39	25.39	3 -10 4	30.03	48.07	3 -5 4	944.76	1006.59
8 2 3	1.41	33.73	6 6 3	1.30	4.91	4 -10 4	51.48	34.99	4 -5 4	87.87	97.32
-10 3 3	3.82	0.00	-9 7 3	0.86	3.45	5 -10 4	7.59	0.71	5 -5 4	4.38	12.27
-9 3 3	5.40	23.97	-8 7 3	27.83	27.23	6 -10 4	40.61	6.71	6 -5 4	165.35	160.57
-8 3 3	13.81	50.33	-7 7 3	31.01	0.00	-3 -9 4	2.73	8.48	7 -5 4	15.10	20.60
-7 3 3	91.95	98.02	-6 7 3	23.32	24.68	-2 -9 4	2.63	1.31	8 -5 4	14.18	22.42
-6 3 3	38.66	32.90	-5 7 3	11.77	1.89	-1 -9 4	4.42	39.56	9 -5 4	4.18	16.45
-5 3 3	59.82	43.72	-4 7 3	22.90	24.86	0 -9 4	28.51	28.27	-8 -4 4	20.97	19.01
-4 3 3	180.26	167.94	-3 7 3	49.68	51.61	1 -9 4	104.34	86.69	-7 -4 4	0.03	12.39
-3 3 3	18.26	39.34	-2 7 3	99.65	108.93	2 -9 4	18.77	7.77	-6 -4 4	31.94	23.45
-2 3 3	13.14	15.88	-1 7 3	0.01	9.78	3 -9 4	105.37	85.37	-5 -4 4	36.17	4.91
-1 3 3	1303.65	1321.47	0 7 3	2.22	5.04	4 -9 4	21.99	31.48	-4 -4 4	27.35	35.20
0 3 3	30.86	15.80	1 7 3	22.66	4.52	5 -9 4	28.74	44.43	-3 -4 4	14.96	37.57
1 3 3	141.84	140.86	2 7 3	70.62	65.53	6 -9 4	8.23	3.45	-2 -4 4	29.44	29.90
2 3 3	42.27	36.70	3 7 3	80.46	59.32	7 -9 4	11.58	16.89	-1 -4 4	50.21	65.83
3 3 3	20.98	24.68	4 7 3	65.85	82.41	-5 -8 4	9.30	14.22	0 -4 4	17.65	26.58
4 3 3	41.60	13.68	5 7 3	0.38	17.04	-4 -8 4	0.64	12.77	1 -4 4	82.81	88.37
5 3 3	40.82	22.09	-9 8 3	1.50	6.44	-3 -8 4	2.79	8.07	2 -4 4	946.85	1055.42
6 3 3	102.26	84.38	-8 8 3	12.72	0.00	-2 -8 4	25.49	25.03	3 -4 4	175.10	167.47
7 3 3	22.08	27.60	-7 8 3	31.22	14.76	-1 -8 4	23.81	15.88	4 -4 4	152.36	176.83
-10 4 3	0.36	21.42	-6 8 3	60.15	62.67	0 -8 4	315.88	314.05	5 -4 4	120.02	128.39
-9 4 3	19.44	18.09	-5 8 3	1.04	2.53	1 -8 4	1.78	6.81	6 -4 4	563.94	576.67
-8 4 3	86.56	96.61	-4 8 3	4.53	2.36	2 -8 4	16.02	11.53	7 -4 4	140.86	142.95
-7 4 3	4.67	4.22	-3 8 3	0.83	20.28	3 -8 4	78.26	67.28	8 -4 4	2.54	17.19
-6 4 3	13.74	19.64	-2 8 3	15.51	12.65	4 -8 4	11.34	12.14	9 -4 4	2.93	13.81
-5 4 3	118.39	134.12	-1 8 3	54.65	48.08	5 -8 4	36.88	44.67	-8 -3 4	3.92	19.96
-4 4 3	37.14	41.16	0 8 3	53.20	58.63	6 -8 4	2.85	31.28	-7 -3 4	0.26	1.23
-3 4 3	112.44	101.97	1 8 3	0.00	7.87	7 -8 4	15.68	25.03	-6 -3 4	0.33	7.38
-2 4 3	156.35	164.25	2 8 3	2.63	44.42	8 -8 4	0.02	33.31	-5 -3 4	1.15	2.09
-1 4 3	168.99	169.81	3 8 3	8.46	15.74	-5 -7 4	0.07	1.27	-4 -3 4	249.27	253.10
0 4 3	114.54	109.64	4 8 3	3.34	8.80	-4 -7 4	6.56	6.81	-3 -3 4	79.60	72.67
1 4 3	217.38	213.29	-8 9 3	8.46	24.15	-3 -7 4	191.52	173.98	-2 -3 4	570.86	708.46
2 4 3	20.22	18.39	-7 9 3	54.81	72.66	-2 -7 4	220.38	197.36	-1 -3 4	24.55	12.65
3 4 3	66.17	60.71	-6 9 3	0.67	8.91	-1 -7 4	17.76	17.63	0 -3 4	929.15	961.82
4 4 3	163.97	145.54	-5 9 3	26.32	48.82	0 -7 4	96.37	89.08	1 -3 4	4557.95	4877.75
5 4 3	0.68	7.67	-4 9 3	15.72	23.28	1 -7 4	549.40	584.48	2 -3 4	140.36	166.54
6 4 3	25.70	27.41	-3 9 3	25.84	2.64	2 -7 4	157.01	150.32	3 -3 4	23.94	26.67
7 4 3	0.10	2.76	-2 9 3	0.42	30.88	3 -7 4	0.52	8.17	4 -3 4	60.06	75.43
-9 5 3	47.77	84.37	-1 9 3	144.87	138.71	4 -7 4	34.52	37.35	5 -3 4	9.89	7.38
-8 5 3	0.24	52.12	0 9 3	18.28	18.88	5 -7 4	2.83	4.75	6 -3 4	62.78	62.11
-7 5 3	0.02	16.74	1 9 3	46.06	3.00	6 -7 4	115.98	127.17	7 -3 4	27.84	10.35
-6 5 3	126.78	118.46	2 9 3	15.08	5.73	7 -7 4	27.43	5.91	8 -3 4	0.32	35.83
-5 5 3	273.09	249.71	3 9 3	15.24	27.60	8 -7 4	4.51	0.00	9 -3 4	11.94	21.42
-4 5 3	220.37	209.63	-7 10 3	43.90	44.43	-6 -6 4	23.89	0.00	-8 -2 4	22.68	9.34
-3 5 3	40.84	48.82	-6 10 3	5.31	13.29	-5 -6 4	30.29	64.09	-7 -2 4	5.24	26.67
-2 5 3	463.48	472.11	-5 10 3	0.02	12.52	-4 -6 4	43.36	40.93	-6 -2 4	2.69	9.01
-1 5 3	461.61	472.10	-4 10 3	0.38	6.08	-3 -6 4	8.19	15.04	-5 -2 4	0.69	7.38
0 5 3	49.64	52.63	-3 10 3	0.22	17.63	-2 -6 4	21.64	21.09	-4 -2 4	38.06	34.78
1 5 3	71.53	78.25	-2 10 3	10.94	23.62	-1 -6 4	55.75	56.07	-3 -2 4	252.43	266.40
2 5 3	9.53	5.48	-1 10 3	6.61	9.34	0 -6 4	24.71	22.22	-2 -2 4	512.58	547.45
3 5 3	0.03	0.62	0 10 3	47.32	81.30	1 -6 4	68.42	59.60	-1 -2 4	1072.74	1140.31
4 5 3	148.22	148.57	1 10 3	9.27	2.09	2 -6 4	10.21	7.67	0 -2 4	424.85	424.06
5 5 3	32.20	45.87	-5 11 3	2.58	13.81	3 -6 4	4.07	5.48	1 -2 4	136.02	121.64
6 5 3	0.03	9.78	-4 11 3	22.84	26.85	4 -6 4	173.34	184.03	2 -2 4	492.33	540.76
-9 6 3	24.04	35.84	-3 11 3	7.66	11.65	5 -6 4	0.73	7.67	3 -2 4	405.58	390.46
-8 6 3	9.27	17.19	-2 11 3	19.30	27.79	6 -6 4	234.83	240.14	4 -2 4	592.34	638.70
-7 6 3	1.07	7.77	-1 11 3	0.08	7.18	7 -6 4	90.76	75.12	5 -2 4	43.48	35.41
-6 6 3	172.62	172.10	0 -11 4	0.22	25.49	8 -6 4	23.43	27.98	6 -2 4	13.30	18.39

Çizelge E.3. (Devam) III. Kristal için, yansımaların gözlenen ve hesaplanan yapı faktörü değerleri

7 -2 4	0.01	25.75	1 2 4	120.62	107.10	2 6 4	0.27	2.31	5 -10 5	53.05	7.28
8 -2 4	15.33	5.99	2 2 4	1137.61	1183.15	3 6 4	105.16	101.23	6 -10 5	3.29	4.67
9 -2 4	4.60	3.79	3 2 4	116.98	135.37	4 6 4	21.89	50.33	-3 -9 5	8.85	1.99
-9 -1 4	4.53	12.64	4 2 4	1.47	3.19	5 6 4	25.51	26.49	-2 -9 5	0.27	3.32
-8 -1 4	10.19	3.86	5 2 4	19.50	18.24	-9 7 4	0.34	18.09	-1 -9 5	1.27	9.45
-7 -1 4	194.04	203.93	6 2 4	26.35	22.59	-8 7 4	3.00	9.67	0 -9 5	25.97	19.67
-6 -1 4	115.82	115.37	7 2 4	3.95	6.26	-7 7 4	16.13	18.86	1 -9 5	44.47	62.39
-5 -1 4	48.27	47.83	8 2 4	1.02	14.08	-6 7 4	54.44	64.09	2 -9 5	159.66	155.62
-4 -1 4	164.78	193.87	-9 3 4	1.81	46.84	-5 7 4	74.28	75.43	3 -9 5	5.25	5.48
-3 -1 4	261.82	256.60	-8 3 4	44.00	52.90	-4 7 4	7.35	15.04	4 -9 5	8.87	11.41
-2 -1 4	1411.37	1648.77	-7 3 4	65.87	85.69	-3 7 4	11.04	8.48	5 -9 5	10.11	23.97
-1 -1 4	175.35	188.02	-6 3 4	340.67	370.70	-2 7 4	0.67	6.08	6 -9 5	7.44	0.00
0 -1 4	315.25	332.87	-5 3 4	24.79	14.62	-1 7 4	3.05	2.15	7 -9 5	1.58	9.12
1 -1 4	73.23	74.52	-4 3 4	3.84	15.60	0 7 4	1.36	13.12	-4 -8 5	9.18	8.48
2 -1 4	702.94	742.93	-3 3 4	7.58	1.31	1 7 4	81.75	89.37	-3 -8 5	26.28	19.32
3 -1 4	359.99	368.80	-2 3 4	682.90	691.92	2 7 4	0.22	7.87	-2 -8 5	14.41	13.55
4 -1 4	152.67	173.99	-1 3 4	519.98	499.21	3 7 4	76.10	67.28	-1 -8 5	11.23	2.20
5 -1 4	6.74	8.07	0 3 4	13.12	13.88	4 7 4	2.74	13.16	0 -8 5	65.72	63.54
6 -1 4	86.20	93.13	1 3 4	750.21	757.37	5 7 4	0.41	0.00	1 -8 5	40.52	48.82
7 -1 4	137.88	134.12	2 3 4	180.32	181.15	-8 8 4	5.38	29.51	2 -8 5	138.62	135.36
8 -1 4	2.65	9.89	3 3 4	132.43	128.39	-7 8 4	6.78	6.17	3 -8 5	212.52	204.96
9 -1 4	3.62	11.41	4 3 4	2.50	3.13	-6 8 4	28.91	24.68	4 -8 5	15.72	8.59
-9 0 4	2.31	6.62	5 3 4	53.67	60.71	-5 8 4	119.33	154.72	5 -8 5	239.14	239.58
-8 0 4	16.65	15.74	6 3 4	0.46	27.98	-4 8 4	5.35	4.83	6 -8 5	178.38	214.77
-7 0 4	224.25	239.58	7 3 4	3.72	10.12	-3 8 4	325.83	325.96	7 -8 5	0.90	22.93
-6 0 4	92.08	104.13	-9 4 4	1.43	40.92	-2 8 4	34.21	36.91	-5 -7 5	6.51	13.68
-5 0 4	374.38	378.39	-8 4 4	25.76	12.14	-1 8 4	5.77	9.89	-4 -7 5	88.65	75.43
-4 0 4	399.39	428.76	-7 4 4	4.29	2.36	0 8 4	3.13	11.51	-3 -7 5	64.71	72.05
-3 0 4	47.13	39.35	-6 4 4	2.14	0.37	1 8 4	93.54	117.28	-2 -7 5	49.70	46.36
-2 0 4	319.19	337.97	-5 4 4	5.69	13.81	2 8 4	56.42	64.95	-1 -7 5	38.51	9.67
-1 0 4	270.12	273.62	-4 4 4	41.41	32.09	3 8 4	10.97	15.17	0 -7 5	981.71	941.98
0 0 4	3278.75	3207.85	-3 4 4	28.64	30.69	4 8 4	7.80	4.37	1 -7 5	202.89	212.20
1 0 4	17.29	5.99	-2 4 4	2215.95	2239.76	-8 9 4	3.39	24.68	2 -7 5	9.30	1.00
2 0 4	4.04	6.35	-1 4 4	158.71	142.56	-7 9 4	1.44	3.32	3 -7 5	30.48	37.79
3 0 4	2.92	8.48	0 4 4	12.94	18.03	-6 9 4	16.75	15.45	4 -7 5	19.28	0.00
4 0 4	18.33	18.39	1 4 4	97.06	98.03	-5 9 4	7.77	2.82	5 -7 5	129.60	138.29
5 0 4	6.27	10.93	2 4 4	21.32	0.00	-4 9 4	39.51	5.56	6 -7 5	34.66	32.29
6 0 4	111.93	109.30	3 4 4	72.39	56.07	-3 9 4	27.67	27.98	7 -7 5	6.64	3.66
7 0 4	9.99	20.60	4 4 4	26.02	11.65	-2 9 4	0.88	7.47	8 -7 5	8.52	45.62
8 0 4	8.05	6.35	5 4 4	2.62	8.17	-1 9 4	1.19	6.81	-6 -6 5	8.96	26.48
-9 1 4	10.84	53.41	6 4 4	3.51	45.38	0 9 4	0.97	12.68	-5 -6 5	0.58	9.45
-8 1 4	2.92	32.90	7 4 4	43.34	50.08	1 9 4	1.29	6.35	-4 -6 5	40.54	33.73
-7 1 4	72.92	69.65	-9 5 4	5.25	19.32	2 9 4	0.00	9.89	-3 -6 5	290.38	307.49
-6 1 4	2.76	13.68	-8 5 4	57.73	74.81	-7 10 4	23.69	26.85	-2 -6 5	52.45	49.57
-5 1 4	20.40	34.77	-7 5 4	5.41	13.03	-6 10 4	2.67	5.31	-1 -6 5	13.32	0.00
-4 1 4	0.23	6.26	-6 5 4	6.13	11.29	-5 10 4	0.40	0.00	0 -6 5	1.41	8.85
-3 1 4	1.63	12.90	-5 5 4	0.03	3.19	-4 10 4	42.22	51.86	1 -6 5	142.54	149.88
-2 1 4	219.21	249.79	-4 5 4	154.44	156.08	-3 10 4	0.29	15.04	2 -6 5	70.62	78.89
-1 1 4	287.83	295.96	-3 5 4	70.40	64.39	-2 10 4	5.67	27.79	3 -6 5	0.17	7.77
0 1 4	122.07	100.74	-2 5 4	1254.90	1295.15	-1 10 4	5.21	31.28	4 -6 5	45.32	36.27
1 1 4	914.64	937.71	-1 5 4	10.67	13.42	0 10 4	7.61	19.04	5 -6 5	1.84	2.70
2 1 4	16.46	18.24	0 5 4	63.28	64.63	1 10 4	0.00	3.45	6 -6 5	6.42	7.77
3 1 4	1599.23	1683.47	1 5 4	86.53	92.10	-5 11 4	3.07	3.66	7 -6 5	44.09	79.20
4 1 4	85.67	74.20	2 5 4	1.89	5.82	-4 11 4	0.47	3.59	8 -6 5	16.28	30.69
5 1 4	10.13	12.77	3 5 4	37.58	40.47	-3 11 4	0.98	7.09	-7 -5 5	23.51	46.11
6 1 4	207.46	185.49	4 5 4	234.60	249.65	-2 11 4	0.30	7.18	-6 -5 5	43.48	46.84
7 1 4	67.48	55.53	5 5 4	4.05	9.01	-1 11 4	11.42	18.55	-5 -5 5	52.38	25.22
8 1 4	3.90	10.46	6 5 4	3.54	3.32	1 -11 5	37.86	59.59	-4 -5 5	1.89	7.47
-9 2 4	4.54	9.45	-9 6 4	3.84	26.48	2 -11 5	5.79	2.76	-3 -5 5	92.13	81.77
-8 2 4	20.05	9.56	-8 6 4	19.16	18.55	3 -11 5	6.38	1.39	-2 -5 5	478.25	462.70
-7 2 4	6.45	7.77	-7 6 4	13.59	10.35	4 -11 5	5.65	45.62	-1 -5 5	2.91	8.17
-6 2 4	0.02	13.68	-6 6 4	79.56	63.24	-2 -10 5	12.89	8.38	0 -5 5	18.99	5.38
-5 2 4	0.00	3.19	-5 6 4	3.38	45.62	-1 -10 5	0.84	7.18	1 -5 5	101.41	108.56
-4 2 4	38.47	30.10	-4 6 4	0.35	5.91	0 -10 5	1.47	7.12	2 -5 5	5.22	4.91
-3 2 4	88.55	78.58	-3 6 4	2.96	0.00	1 -10 5	47.14	59.87	3 -5 5	1.10	1.75
-2 2 4	1078.39	1061.72	-2 6 4	53.15	43.72	2 -10 5	4.95	18.55	4 -5 5	0.39	2.25
-1 2 4	10.71	6.53	-1 6 4	0.08	3.66	3 -10 5	5.69	6.17	5 -5 5	91.96	92.79
0 2 4	19.54	14.01	0 6 4	31.46	20.30	4 -10 5	9.56	22.09	6 -5 5	8.16	12.39

Çizelge E.3. (Devam) III. Kristal için, yansımaların gözlenen ve hesaplanan yapı faktörü değerleri

7 -5 5	0.29	12.90	7 -1 5	1.11	11.17	4 3 5	1.22	4.52	-5 8 5	0.60	23.97
8 -5 5	115.42	143.37	8 -1 5	0.01	13.95	5 3 5	157.41	161.02	-4 8 5	38.86	25.39
-7 -4 5	13.17	44.19	-9 0 5	1.37	11.41	6 3 5	5.53	5.91	-3 8 5	5.89	7.67
-6 -4 5	26.06	41.85	-8 0 5	80.80	92.78	7 3 5	0.66	57.67	-2 8 5	7.13	17.94
-5 -4 5	1.87	13.03	-7 0 5	278.90	272.78	-9 4 5	18.38	46.11	-1 8 5	88.97	89.71
-4 -4 5	0.01	10.23	-6 0 5	52.52	51.10	-8 4 5	15.61	5.65	0 8 5	17.82	16.45
-3 -4 5	572.30	587.17	-5 0 5	38.23	35.84	-7 4 5	0.09	2.25	1 8 5	8.11	11.17
-2 -4 5	173.98	165.15	-4 0 5	253.05	267.55	-6 4 5	7.51	13.81	2 8 5	32.89	13.95
-1 -4 5	71.41	73.58	-3 0 5	14.76	14.62	-5 4 5	12.01	13.81	3 8 5	17.08	28.55
0 -4 5	2.00	4.86	-2 0 5	3.57	5.07	-4 4 5	74.07	74.82	-7 9 5	17.82	10.00
1 -4 5	85.25	98.38	-1 0 5	289.91	290.99	-3 4 5	0.06	8.07	-6 9 5	0.21	3.13
2 -4 5	15.88	13.95	0 0 5	409.22	411.96	-2 4 5	461.86	456.67	-5 9 5	2.75	26.85
3 -4 5	140.90	150.77	1 0 5	67.84	62.68	-1 4 5	296.10	327.33	-4 9 5	3.44	2.94
4 -4 5	71.40	72.67	2 0 5	515.78	529.90	0 4 5	271.84	260.06	-3 9 5	34.47	44.67
5 -4 5	673.80	698.68	3 0 5	90.33	90.74	1 4 5	13.26	1.66	-2 9 5	22.50	11.05
6 -4 5	128.95	161.46	4 0 5	18.43	14.08	2 4 5	3.40	7.67	-1 9 5	21.05	45.87
7 -4 5	0.21	10.93	5 0 5	99.42	98.38	3 4 5	55.62	60.71	0 9 5	14.96	9.53
8 -4 5	4.88	19.01	6 0 5	16.44	22.09	4 4 5	7.03	30.09	1 9 5	1.05	28.74
-8 -3 5	0.70	25.75	7 0 5	50.73	43.48	5 4 5	48.79	31.29	2 9 5	0.59	13.81
-7 -3 5	1.71	3.19	8 0 5	1.29	43.48	6 4 5	83.53	70.55	-6 10 5	0.06	10.69
-6 -3 5	11.82	15.74	-9 1 5	2.46	62.10	-9 5 5	32.45	3.59	-5 10 5	22.44	44.19
-5 -3 5	41.47	32.50	-8 1 5	31.53	2.82	-8 5 5	22.39	15.60	-4 10 5	0.00	15.88
-4 -3 5	0.26	50.33	-7 1 5	2.08	5.65	-7 5 5	17.25	22.93	-3 10 5	0.99	3.13
-3 -3 5	79.31	87.69	-6 1 5	3.29	16.31	-6 5 5	124.37	107.45	-2 10 5	36.93	23.11
-2 -3 5	9.16	17.04	-5 1 5	113.62	104.51	-5 5 5	79.41	77.94	-1 10 5	0.71	7.18
-1 -3 5	2.02	13.95	-4 1 5	8.21	1.70	-4 5 5	11.85	7.67	0 10 5	0.10	9.69
0 -3 5	144.54	154.76	-3 1 5	0.03	11.17	-3 5 5	6.02	10.69	-4 11 5	7.17	7.87
1 -3 5	108.54	98.04	-2 1 5	906.55	936.13	-2 5 5	495.08	472.05	-3 11 5	0.24	14.22
2 -3 5	619.27	631.69	-1 1 5	173.83	166.12	-1 5 5	13.92	18.24	-2 -11 6	25.40	7.77
3 -3 5	513.07	527.28	0 1 5	53.92	43.12	0 5 5	7.73	11.74	-1 -10 6	9.32	11.17
4 -3 5	2.80	17.19	1 1 5	38.70	40.70	1 5 5	111.60	118.46	0 -10 6	36.35	50.99
5 -3 5	129.52	120.42	2 1 5	0.40	13.29	2 5 5	176.96	185.97	1 -10 6	9.95	28.74
6 -3 5	43.98	51.86	3 1 5	94.43	91.42	3 5 5	166.85	183.53	2 -10 6	36.81	19.48
7 -3 5	28.12	19.01	4 1 5	50.96	49.83	4 5 5	5.50	2.76	3 -10 6	4.91	3.19
8 -3 5	1.81	0.00	5 1 5	5.62	5.65	5 5 5	0.20	3.19	4 -10 6	32.47	6.62
-8 -2 5	1.37	10.46	6 1 5	67.46	64.67	6 5 5	5.70	7.28	5 -10 6	0.02	11.77
-7 -2 5	0.00	5.99	7 1 5	90.88	95.21	-9 6 5	64.87	81.76	-3 -9 6	5.71	17.19
-6 -2 5	210.56	224.34	8 1 5	8.78	14.62	-8 6 5	0.38	16.02	-2 -9 6	0.08	19.17
-5 -2 5	8.53	4.01	-9 2 5	24.89	15.18	-7 6 5	83.53	95.90	-1 -9 6	3.38	21.09
-4 -2 5	25.14	21.75	-8 2 5	63.13	81.76	-6 6 5	31.52	44.67	0 -9 6	25.82	35.06
-3 -2 5	14.29	0.97	-7 2 5	14.69	34.35	-5 6 5	38.76	31.89	1 -9 6	56.91	8.48
-2 -2 5	291.42	288.48	-6 2 5	7.35	27.60	-4 6 5	13.25	13.68	2 -9 6	3.50	9.34
-1 -2 5	1260.97	1363.30	-5 2 5	143.83	157.42	-3 6 5	0.00	0.00	3 -9 6	36.93	50.58
0 -2 5	84.44	104.71	-4 2 5	1162.21	1150.92	-2 6 5	35.74	3.93	4 -9 6	13.45	19.48
1 -2 5	153.72	200.41	-3 2 5	350.31	373.60	-1 6 5	136.56	123.98	5 -9 6	59.65	17.94
2 -2 5	155.60	185.51	-2 2 5	26.37	25.22	0 6 5	528.00	518.17	6 -9 6	0.77	15.45
3 -2 5	4.04	17.33	-1 2 5	171.83	199.92	1 6 5	49.03	52.12	-4 -8 6	0.50	0.68
4 -2 5	108.32	110.43	0 2 5	737.36	756.76	2 6 5	114.35	129.60	-3 -8 6	3.42	3.72
5 -2 5	126.09	107.45	1 2 5	93.11	107.45	3 6 5	108.74	107.44	-2 -8 6	20.67	11.41
6 -2 5	35.63	41.85	2 2 5	1.41	1.89	4 6 5	0.10	26.85	-1 -8 6	2.17	10.69
7 -2 5	151.27	170.21	3 2 5	12.68	7.18	5 6 5	53.04	47.58	0 -8 6	48.73	26.16
8 -2 5	3.12	47.58	4 2 5	5.34	0.00	-9 7 5	0.42	3.72	1 -8 6	120.25	130.41
-9 -1 5	6.73	45.38	5 2 5	109.31	119.23	-8 7 5	1.99	10.00	2 -8 6	113.88	127.17
-8 -1 5	23.01	20.28	6 2 5	60.82	49.83	-7 7 5	15.58	17.94	3 -8 6	54.41	35.62
-7 -1 5	6.90	2.59	7 2 5	123.45	104.50	-6 7 5	0.84	10.81	4 -8 6	46.05	55.00
-6 -1 5	47.95	2.53	-9 3 5	2.13	17.19	-5 7 5	3.46	62.66	5 -8 6	9.42	2.88
-5 -1 5	4.67	6.53	-8 3 5	98.08	135.35	-4 7 5	128.88	133.29	6 -8 6	5.33	15.60
-4 -1 5	622.77	648.72	-7 3 5	0.75	33.52	-3 7 5	135.31	143.81	7 -8 6	0.14	12.02
-3 -1 5	1495.73	1549.36	-6 3 5	99.95	107.44	-2 7 5	52.91	52.90	-5 -7 6	13.74	18.24
-2 -1 5	11.85	5.82	-5 3 5	265.22	279.35	-1 7 5	58.99	56.07	-4 -7 6	10.28	21.09
-1 -1 5	10.87	16.45	-4 3 5	6.55	7.09	0 7 5	9.56	8.03	-3 -7 6	0.01	0.00
0 -1 5	0.19	2.67	-3 3 5	21.71	7.48	1 7 5	0.90	32.29	-2 -7 6	130.61	114.22
1 -1 5	0.52	8.59	-2 3 5	436.98	446.82	2 7 5	5.04	14.62	-1 -7 6	477.97	463.37
2 -1 5	372.58	376.43	-1 3 5	17.44	8.07	3 7 5	9.12	26.85	0 -7 6	428.05	421.24
3 -1 5	21.66	0.00	0 3 5	66.15	71.02	4 7 5	2.16	36.48	1 -7 6	137.86	102.69
4 -1 5	144.72	136.21	1 3 5	71.51	67.87	-8 8 5	25.30	17.63	2 -7 6	6.94	4.45
5 -1 5	3.28	5.48	2 3 5	2.04	1.66	-7 8 5	65.47	76.05	3 -7 6	28.52	20.44
6 -1 5	53.66	7.77	3 3 5	39.79	37.35	-6 8 5	65.65	11.77	4 -7 6	2.58	12.39



Çizelge E.3. (Devam) III. Kristal için, yansımaların gözlenen ve hesaplanan yapı faktörü değerleri

5 -7 6	39.82	34.15	-7 -2 6	17.30	0.00	-9 2 6	3.14	0.00	-5 6 6	1.42	7.28
6 -7 6	45.70	41.85	-6 -2 6	3.04	11.17	-8 2 6	61.68	45.15	-4 6 6	30.30	18.09
7 -7 6	30.13	11.53	-5 -2 6	12.38	22.59	-7 2 6	16.45	7.47	-3 6 6	12.27	19.17
-6 -6 6	1.01	17.04	-4 -2 6	32.40	23.45	-6 2 6	54.19	50.59	-2 6 6	119.16	117.29
-5 -6 6	3.60	3.00	-3 -2 6	232.23	265.18	-5 2 6	36.01	9.34	-1 6 6	16.10	22.76
-4 -6 6	82.61	86.35	-2 -2 6	333.94	323.51	-4 2 6	1.17	21.25	0 6 6	190.82	228.05
-3 -6 6	8.70	6.71	-1 -2 6	258.55	278.21	-3 2 6	273.02	292.70	1 6 6	89.34	88.36
-2 -6 6	15.14	8.80	0 -2 6	2.83	6.13	-2 2 6	1095.47	1186.51	2 6 6	8.06	17.94
-1 -6 6	37.75	38.67	1 -2 6	360.52	405.36	-1 2 6	9.03	5.73	3 6 6	44.44	34.15
0 -6 6	248.75	237.56	2 -2 6	28.99	16.02	0 2 6	120.95	113.09	4 6 6	2.03	3.32
1 -6 6	62.69	80.80	3 -2 6	87.82	86.36	1 2 6	8.12	8.59	5 6 6	12.10	3.52
2 -6 6	0.13	4.60	4 -2 6	80.83	79.52	2 2 6	95.48	105.60	-8 7 6	4.37	3.26
3 -6 6	25.20	29.51	5 -2 6	473.41	439.84	3 2 6	19.59	19.17	-7 7 6	0.01	8.91
4 -6 6	15.86	15.04	6 -2 6	31.87	32.09	4 2 6	0.02	2.31	-6 7 6	29.00	44.67
5 -6 6	3.48	1.48	7 -2 6	9.05	14.49	5 2 6	55.61	39.12	-5 7 6	62.75	63.24
6 -6 6	0.55	16.60	8 -2 6	39.14	33.94	6 2 6	4.73	9.23	-4 7 6	105.28	124.76
7 -6 6	0.00	15.45	-8 -1 6	20.32	5.56	7 2 6	1.07	12.02	-3 7 6	122.68	137.03
8 -6 6	26.96	13.16	-7 -1 6	0.39	21.42	-9 3 6	1.63	29.70	-2 7 6	341.50	324.69
-7 -5 6	3.48	10.58	-6 -1 6	36.86	22.26	-8 3 6	4.05	5.73	-1 7 6	59.11	41.39
-6 -5 6	0.08	10.12	-5 -1 6	111.44	126.77	-7 3 6	0.38	7.47	0 7 6	13.25	1.47
-5 -5 6	28.41	37.79	-4 -1 6	2.16	20.60	-6 3 6	22.19	11.17	1 7 6	50.25	55.00
-4 -5 6	4.35	1.23	-3 -1 6	182.13	210.14	-5 3 6	166.05	137.89	2 7 6	12.55	9.01
-3 -5 6	48.38	56.06	-2 -1 6	106.09	95.92	-4 3 6	67.16	57.96	3 7 6	30.15	29.51
-2 -5 6	140.12	141.26	-1 -1 6	183.53	193.90	-3 3 6	1.55	0.00	4 7 6	2.52	31.48
-1 -5 6	215.71	217.45	0 -1 6	800.07	843.08	-2 3 6	34.80	42.54	-8 8 6	37.09	21.92
0 -5 6	19.33	28.61	1 -1 6	1013.74	1012.00	-1 3 6	366.01	356.50	-7 8 6	21.72	20.12
1 -5 6	7.10	17.48	2 -1 6	72.24	71.45	0 3 6	7.36	3.43	-6 8 6	12.77	15.45
2 -5 6	0.85	10.81	3 -1 6	14.41	7.28	1 3 6	1.91	11.41	-5 8 6	8.79	32.09
3 -5 6	22.88	1.94	4 -1 6	0.94	17.04	2 3 6	149.22	165.59	-4 8 6	2.79	8.38
4 -5 6	0.16	4.91	5 -1 6	20.24	2.42	3 3 6	6.35	3.39	-3 8 6	0.11	2.64
5 -5 6	39.20	47.58	6 -1 6	3.14	5.07	4 3 6	1.70	9.89	-2 8 6	0.48	0.00
6 -5 6	82.71	77.94	7 -1 6	1.61	3.26	5 3 6	2.37	8.59	-1 8 6	13.72	31.89
7 -5 6	24.34	28.17	8 -1 6	1.59	7.47	6 3 6	33.13	3.26	0 8 6	0.05	7.59
8 -5 6	0.16	19.01	-9 0 6	9.14	27.60	-9 4 6	5.23	15.31	1 8 6	2.36	9.34
-7 -4 6	4.62	3.26	-8 0 6	36.39	42.54	-8 4 6	14.55	18.39	2 8 6	34.04	28.93
-6 -4 6	20.33	4.37	-7 0 6	19.51	6.08	-7 4 6	57.77	61.82	3 8 6	0.11	0.74
-5 -4 6	10.94	7.47	-6 0 6	3.66	31.08	-6 4 6	0.47	6.99	-7 9 6	0.25	17.33
-4 -4 6	224.32	188.43	-5 0 6	2.39	2.25	-5 4 6	0.33	2.53	-6 9 6	0.72	45.38
-3 -4 6	131.49	123.18	-4 0 6	70.06	80.80	-4 4 6	13.97	19.96	-5 9 6	32.68	46.35
-2 -4 6	117.10	92.11	-3 0 6	267.25	277.60	-3 4 6	396.88	435.36	-4 9 6	44.54	62.10
-1 -4 6	19.90	27.60	-2 0 6	56.64	58.78	-2 4 6	31.00	27.41	-3 9 6	9.93	23.28
0 -4 6	6.34	20.68	-1 0 6	261.02	269.94	-1 4 6	230.56	226.53	-2 9 6	0.29	0.00
1 -4 6	323.33	328.64	0 0 6	23.22	13.84	0 4 6	231.41	231.68	-1 9 6	4.35	15.17
2 -4 6	133.61	135.38	1 0 6	597.28	583.19	1 4 6	18.54	24.32	0 9 6	19.12	32.29
3 -4 6	0.57	2.94	2 0 6	177.43	197.88	2 4 6	83.78	89.71	1 9 6	21.30	26.85
4 -4 6	146.92	164.67	3 0 6	77.48	85.37	3 4 6	68.79	77.93	-6 10 6	0.22	16.31
5 -4 6	631.32	636.65	4 0 6	195.34	212.20	4 4 6	26.68	10.81	-5 10 6	0.79	23.97
6 -4 6	92.92	78.89	5 0 6	97.02	136.18	5 4 6	8.57	6.17	-4 10 6	33.37	4.83
7 -4 6	3.55	20.44	6 0 6	13.21	8.59	6 4 6	26.03	22.59	-3 10 6	3.48	3.45
8 -4 6	0.68	15.31	7 0 6	104.64	84.38	-9 5 6	16.49	57.13	-2 10 6	1.02	6.71
-8 -3 6	12.51	22.25	8 0 6	4.72	21.09	-8 5 6	24.83	47.33	-1 10 6	0.43	10.93
-7 -3 6	3.09	9.12	-9 1 6	4.17	0.00	-7 5 6	20.68	16.02	-1 -10 7	15.56	38.89
-6 -3 6	16.91	15.74	-8 1 6	56.94	67.57	-6 5 6	6.03	13.42	0 -10 7	2.87	17.24
-5 -3 6	71.33	82.09	-7 1 6	5.24	15.04	-5 5 6	22.03	28.36	1 -10 7	6.41	3.32
-4 -3 6	123.67	127.98	-6 1 6	22.65	38.89	-4 5 6	94.82	102.32	2 -10 7	0.69	7.38
-3 -3 6	7.81	2.64	-5 1 6	40.13	46.84	-3 5 6	92.32	105.60	3 -10 7	16.32	23.45
-2 -3 6	388.47	397.44	-4 1 6	5.57	8.07	-2 5 6	5.52	10.93	4 -10 7	1.68	6.26
-1 -3 6	0.50	6.71	-3 1 6	261.85	256.57	-1 5 6	5.19	9.23	-2 -9 7	9.22	10.23
0 -3 6	0.87	29.21	-2 1 6	125.79	137.05	0 5 6	106.64	125.84	-1 -9 7	32.09	3.45
1 -3 6	860.25	960.61	-1 1 6	34.63	40.70	1 5 6	143.39	129.20	0 -9 7	146.85	157.00
2 -3 6	173.07	161.50	0 1 6	71.63	80.15	2 5 6	239.80	232.46	1 -9 7	7.04	6.62
3 -3 6	4.65	7.87	1 1 6	785.36	751.45	3 5 6	64.05	80.16	2 -9 7	34.50	53.94
4 -3 6	0.15	1.89	2 1 6	183.70	201.42	4 5 6	105.51	105.96	3 -9 7	14.49	10.93
5 -3 6	1019.00	999.38	3 1 6	7.81	0.00	5 5 6	58.33	47.09	4 -9 7	29.87	25.76
6 -3 6	165.23	166.97	4 1 6	10.40	4.37	-9 6 6	41.72	6.99	5 -9 7	6.07	25.03
7 -3 6	11.66	16.31	5 1 6	25.19	12.77	-8 6 6	0.01	1.27	6 -9 7	1.57	1.43
8 -3 6	2.53	24.50	6 1 6	0.31	4.08	-6 6 6	0.05	10.69	-4 -8 7	3.33	7.67
-8 -2 6	4.74	3.66	7 1 6	2.14	10.12	-7 6 6	2.03	20.28	-3 -8 7	4.25	22.42

Çizelge E.3. (Devam) III. Kristal için, yansımaların gözlenen ve hesaplanan yapı faktörü değerleri

-2 -8 7	23.03	8.91	-6 -3 7	10.69	15.74	-7 1 7	179.09	192.85	-4 5 7	123.29	126.77
-1 -8 7	9.59	12.52	-5 -3 7	8.15	9.23	-6 1 7	42.51	57.95	-3 5 7	1.24	4.08
0 -8 7	22.04	9.05	-4 -3 7	12.11	9.89	-5 1 7	182.52	189.90	-2 5 7	117.03	107.08
1 -8 7	145.67	159.65	-3 -3 7	22.45	9.67	-4 1 7	93.06	92.10	-1 5 7	53.69	46.36
2 -8 7	31.61	5.31	-2 -3 7	96.74	99.45	-3 1 7	0.95	3.66	0 5 7	4.67	6.71
3 -8 7	0.75	12.52	-1 -3 7	107.27	111.19	-2 1 7	0.88	0.23	1 5 7	37.58	39.12
4 -8 7	37.66	33.11	0 -3 7	27.28	23.24	-1 1 7	75.93	52.65	2 5 7	76.12	78.25
5 -8 7	5.56	10.69	1 -3 7	117.67	117.69	0 1 7	74.45	86.50	3 5 7	35.31	33.11
6 -8 7	0.00	16.60	2 -3 7	29.12	8.07	1 1 7	10.56	12.65	4 5 7	5.84	17.33
-5 -7 7	5.72	3.45	3 -3 7	41.26	42.31	2 1 7	174.32	171.17	5 5 7	11.52	10.81
-4 -7 7	7.51	11.77	4 -3 7	337.60	339.03	3 1 7	15.13	9.89	-8 6 7	2.92	9.78
-3 -7 7	2.56	2.88	5 -3 7	7.03	7.28	4 1 7	1.00	11.29	-7 6 7	11.11	20.60
-2 -7 7	14.93	10.81	6 -3 7	45.99	41.39	5 1 7	37.96	40.47	-6 6 7	0.64	2.70
-1 -7 7	9.64	14.08	7 -3 7	80.08	94.51	6 1 7	3.29	5.91	-5 6 7	63.16	10.58
0 -7 7	172.24	186.46	8 -3 7	1.49	14.08	7 1 7	3.70	10.93	-4 6 7	1.58	2.47
1 -7 7	0.40	23.80	-8 -2 7	11.20	20.93	-9 2 7	33.54	3.45	-3 6 7	351.62	311.31
2 -7 7	22.81	17.48	-7 -2 7	1.48	2.70	-8 2 7	82.66	91.75	-2 6 7	148.46	145.97
3 -7 7	0.40	0.00	-6 -2 7	0.94	14.90	-7 2 7	25.56	41.61	-1 6 7	174.98	172.57
4 -7 7	10.58	13.16	-5 -2 7	19.03	25.75	-6 2 7	12.42	5.31	0 6 7	263.07	247.63
5 -7 7	11.00	3.32	-4 -2 7	575.84	552.12	-5 2 7	16.21	0.00	1 6 7	10.31	8.80
6 -7 7	20.29	10.93	-3 -2 7	95.26	99.80	-4 2 7	9.11	3.59	2 6 7	16.37	26.49
7 -7 7	1.69	17.19	-2 -2 7	53.19	49.58	-3 2 7	39.40	32.70	3 6 7	42.95	35.41
-6 -6 7	33.13	3.86	-1 -2 7	291.42	269.33	-2 2 7	31.53	33.32	4 6 7	1.58	0.00
-5 -6 7	0.00	10.46	0 -2 7	6.81	2.79	-1 2 7	3.59	3.07	-8 7 7	0.13	3.66
-4 -6 7	104.43	89.37	1 -2 7	805.16	864.11	0 2 7	0.87	6.56	-7 7 7	0.08	28.17
-3 -6 7	48.24	5.73	2 -2 7	0.36	2.88	1 2 7	156.57	150.33	-6 7 7	44.64	40.02
-2 -6 7	12.43	33.31	3 -2 7	1.92	20.28	2 2 7	17.54	5.40	-5 7 7	24.27	36.26
-1 -6 7	1021.98	984.70	4 -2 7	431.01	423.47	3 2 7	71.59	90.05	-4 7 7	53.92	42.54
0 -6 7	25.57	33.92	5 -2 7	114.00	102.68	4 2 7	0.74	12.02	-3 7 7	52.15	17.64
1 -6 7	2.00	17.04	6 -2 7	39.93	52.12	5 2 7	40.72	38.89	-2 7 7	6.28	19.96
2 -6 7	11.39	7.57	7 -2 7	0.12	0.00	6 2 7	46.18	55.00	-1 7 7	54.51	62.67
3 -6 7	42.40	51.09	8 -2 7	3.93	21.25	-9 3 7	6.82	0.00	0 7 7	1.78	3.76
4 -6 7	67.44	63.52	-8 -1 7	1.23	3.72	-8 3 7	44.79	13.95	1 7 7	1.18	5.65
5 -6 7	182.22	183.53	-7 -1 7	1.28	5.65	-7 3 7	30.06	26.30	2 7 7	5.67	11.53
6 -6 7	37.65	6.99	-6 -1 7	0.81	22.09	-6 3 7	168.38	169.29	3 7 7	0.66	13.42
7 -6 7	26.74	7.77	-5 -1 7	73.46	72.36	-5 3 7	25.30	30.10	-7 8 7	16.72	33.11
-6 -5 7	3.00	3.19	-4 -1 7	18.28	25.39	-4 3 7	37.51	40.47	-6 8 7	62.09	64.09
-5 -5 7	4.02	31.48	-3 -1 7	44.04	9.89	-3 3 7	120.95	113.08	-5 8 7	17.56	20.76
-4 -5 7	117.51	155.61	-2 -1 7	31.19	35.41	-2 3 7	5.38	7.28	-4 8 7	32.93	16.02
-3 -5 7	98.80	90.05	-1 -1 7	2.59	5.73	-1 3 7	6.18	9.89	-3 8 7	58.34	54.21
-2 -5 7	4.35	9.67	0 -1 7	512.29	526.62	0 3 7	15.58	14.62	-2 8 7	9.51	11.05
-1 -5 7	408.87	429.36	1 -1 7	251.55	240.76	1 3 7	0.01	33.31	-1 8 7	87.00	99.79
0 -5 7	208.47	200.72	2 -1 7	243.01	253.67	2 3 7	25.82	22.59	0 8 7	0.04	14.25
1 -5 7	12.33	11.89	3 -1 7	69.48	77.31	3 3 7	0.28	15.74	1 8 7	0.04	9.89
2 -5 7	23.00	16.17	4 -1 7	99.29	92.79	4 3 7	2.06	9.56	2 8 7	2.12	17.19
3 -5 7	235.66	233.01	5 -1 7	19.79	9.56	5 3 7	151.90	124.37	-6 9 7	3.03	9.23
4 -5 7	77.80	77.31	6 -1 7	114.64	135.77	6 3 7	109.62	120.40	-5 9 7	0.84	19.48
5 -5 7	77.44	83.72	7 -1 7	25.95	17.34	-9 4 7	21.37	3.93	-4 9 7	0.01	6.62
6 -5 7	75.77	84.70	-9 0 7	4.71	17.78	-8 4 7	2.09	9.12	-3 9 7	21.16	3.13
7 -5 7	19.64	26.12	-8 0 7	10.05	11.65	-7 4 7	4.10	21.59	-2 9 7	12.80	12.52
-7 -4 7	2.15	43.71	-7 0 7	41.39	29.32	-6 4 7	24.42	32.70	-1 9 7	4.81	6.71
-6 -4 7	0.09	3.32	-6 0 7	23.04	23.62	-5 4 7	33.38	17.49	0 9 7	5.65	11.84
-5 -4 7	1.02	7.87	-5 0 7	27.03	12.39	-4 4 7	54.93	52.38	1 9 7	3.98	24.86
-4 -4 7	79.16	84.37	-4 0 7	56.55	58.77	-3 4 7	36.31	40.70	-4 10 7	25.80	7.28
-3 -4 7	384.29	366.60	-3 0 7	7.22	12.90	-2 4 7	5.55	10.93	-3 10 7	24.46	13.95
-2 -4 7	131.19	130.02	-2 0 7	126.24	159.67	-1 4 7	24.96	33.73	-2 10 7	3.56	7.38
-1 -4 7	89.09	105.23	-1 0 7	4.29	10.23	0 4 7	28.61	29.83	1 -10 8	1.00	3.52
0 -4 7	19.02	8.10	0 0 7	59.75	65.69	1 4 7	72.58	40.25	2 -10 8	43.09	62.39
1 -4 7	0.18	2.04	1 0 7	0.00	2.88	2 4 7	0.34	9.34	3 -10 8	0.59	24.86
2 -4 7	140.27	132.07	2 0 7	18.42	3.32	3 4 7	2.83	5.23	-2 -9 8	7.71	24.50
3 -4 7	10.13	8.17	3 0 7	45.99	4.15	4 4 7	88.27	90.39	-1 -9 8	1.70	6.62
4 -4 7	145.12	166.51	4 0 7	56.44	48.08	5 4 7	3.44	0.00	0 -9 8	7.24	1.58
5 -4 7	11.13	16.17	5 0 7	1.45	8.07	-9 5 7	0.67	14.90	1 -9 8	3.66	9.45
6 -4 7	3.90	0.54	6 0 7	64.71	64.96	-8 5 7	1.32	6.26	2 -9 8	1.24	3.13
7 -4 7	47.32	39.34	7 0 7	8.55	14.22	-7 5 7	10.40	3.07	3 -9 8	0.79	12.27
8 -4 7	0.60	8.07	-9 1 7	13.60	20.60	-6 5 7	57.07	50.33	4 -9 8	0.03	5.31
-7 -3 7	0.88	0.62	-8 1 7	24.59	23.11	-5 5 7	1.71	34.56	5 -9 8	9.00	12.14

Çizelge E.3. (Devam) III. Kristal için, yansımaların gözlenen ve hesaplanan yapı faktörü değerleri

-3 -8 8	6.57	4.67	-2 -3 8	0.51	4.52	2 1 8	0.00	8.69	-3 6 8	79.59	62.39
-2 -8 8	2.81	8.38	-1 -3 8	27.01	14.76	3 1 8	197.91	207.01	-2 6 8	61.29	57.68
-1 -8 8	42.96	3.32	0 -3 8	216.76	209.89	4 1 8	14.51	4.52	-1 6 8	2.68	22.42
0 -8 8	28.29	29.05	1 -3 8	6.05	8.69	5 1 8	0.17	36.69	0 6 8	10.74	6.76
1 -8 8	17.08	9.67	2 -3 8	142.72	149.44	6 1 8	0.87	6.90	1 6 8	16.43	5.73
2 -8 8	26.77	31.28	3 -3 8	13.59	16.75	-9 2 8	1.31	10.00	2 6 8	21.84	34.14
3 -8 8	17.50	13.42	4 -3 8	13.39	23.28	-8 2 8	0.46	28.36	3 6 8	0.05	8.91
4 -8 8	9.86	3.07	5 -3 8	7.57	13.95	-7 2 8	50.04	56.60	-7 7 8	9.58	13.16
5 -8 8	3.49	35.83	6 -3 8	16.24	25.94	-6 2 8	29.98	17.04	-6 7 8	17.57	21.42
6 -8 8	4.10	4.91	7 -3 8	74.78	88.69	-5 2 8	81.96	74.81	-5 7 8	5.37	2.88
-4 -7 8	0.58	52.63	-8 -2 8	0.19	3.52	-4 2 8	159.75	139.57	-4 7 8	12.28	14.49
-3 -7 8	11.92	0.00	-7 -2 8	0.78	13.68	-3 2 8	10.77	3.72	-3 7 8	22.76	13.03
-2 -7 8	6.20	14.08	-6 -2 8	3.07	7.09	-2 2 8	232.46	210.67	-2 7 8	36.45	13.55
-1 -7 8	1.94	9.67	-5 -2 8	38.14	17.04	-1 2 8	86.20	98.73	-1 7 8	44.29	53.16
0 -7 8	78.71	82.59	-4 -2 8	306.75	319.54	0 2 8	74.45	75.14	0 7 8	0.03	1.86
1 -7 8	82.69	90.39	-3 -2 8	46.90	42.08	1 2 8	130.30	120.42	1 7 8	5.33	3.07
2 -7 8	32.93	3.00	-2 -2 8	43.16	30.10	2 2 8	98.91	103.40	2 7 8	34.09	41.38
3 -7 8	169.95	139.98	-1 -2 8	10.55	8.17	3 2 8	95.68	104.86	-7 8 8	4.48	24.68
4 -7 8	1.09	10.00	0 -2 8	29.40	38.65	4 2 8	16.47	23.97	-6 8 8	6.21	19.48
5 -7 8	3.72	10.00	1 -2 8	102.07	89.38	5 2 8	58.87	36.27	-5 8 8	0.76	34.56
6 -7 8	0.01	19.96	2 -2 8	64.80	71.45	6 2 8	6.01	30.29	-4 8 8	5.22	9.56
-5 -6 8	1.26	3.93	3 -2 8	32.73	46.60	-9 3 8	3.56	28.55	-3 8 8	5.71	3.13
-4 -6 8	22.43	15.46	4 -2 8	1721.78	1698.73	-8 3 8	1.49	0.62	-2 8 8	2.76	18.09
-3 -6 8	52.21	24.68	5 -2 8	131.89	111.94	-7 3 8	0.59	0.00	-1 8 8	23.82	27.60
-2 -6 8	4.71	8.69	6 -2 8	0.07	6.62	-6 3 8	6.70	18.85	0 8 8	4.03	11.62
-1 -6 8	1.96	13.81	7 -2 8	6.30	16.60	-5 3 8	0.01	20.44	1 8 8	3.50	3.39
0 -6 8	148.89	140.83	-8 -1 8	3.74	10.12	-4 3 8	0.90	20.76	-5 9 8	6.43	3.59
1 -6 8	6.10	5.40	-7 -1 8	3.07	23.80	-3 3 8	93.00	79.85	-4 9 8	2.75	3.52
2 -6 8	252.94	229.74	-6 -1 8	47.87	49.57	-2 3 8	6.98	6.17	-3 9 8	16.85	0.00
3 -6 8	71.13	62.11	-5 -1 8	1.90	6.90	-1 3 8	72.79	91.07	-2 9 8	0.90	14.62
4 -6 8	204.43	186.94	-4 -1 8	122.49	125.17	0 3 8	329.32	324.07	-1 9 8	4.39	34.35
5 -6 8	26.92	14.35	-3 -1 8	4.40	26.12	1 3 8	32.60	33.32	-1 -9 9	33.84	6.99
6 -6 8	20.64	3.72	-2 -1 8	96.81	105.97	2 3 8	42.81	33.11	0 -9 9	2.89	18.36
7 -6 8	8.08	0.00	-1 -1 8	0.11	4.99	3 3 8	19.49	23.62	1 -9 9	23.55	30.29
-6 -5 8	0.20	13.55	0 -1 8	153.58	150.55	4 3 8	75.26	76.68	2 -9 9	1.72	6.71
-5 -5 8	12.96	21.09	1 -1 8	33.84	9.89	5 3 8	2.44	3.32	3 -9 9	10.60	4.15
-4 -5 8	0.74	19.17	2 -1 8	231.10	210.66	-8 4 8	7.97	8.69	4 -9 9	10.20	7.09
-3 -5 8	50.80	5.65	3 -1 8	147.55	163.30	-7 4 8	0.17	11.53	-3 -8 9	5.52	42.54
-2 -5 8	269.99	239.61	4 -1 8	263.33	265.74	-6 4 8	4.27	7.77	-2 -8 9	74.77	92.43
-1 -5 8	497.78	513.18	5 -1 8	51.97	44.43	-5 4 8	47.99	39.34	-1 -8 9	31.88	27.04
0 -5 8	82.76	83.60	6 -1 8	0.26	7.77	-4 4 8	17.82	23.11	0 -8 9	16.66	9.09
1 -5 8	31.63	38.23	7 -1 8	4.56	2.70	-3 4 8	74.43	69.35	1 -8 9	0.01	0.00
2 -5 8	46.95	35.41	-8 0 8	0.40	35.83	-2 4 8	19.76	4.08	2 -8 9	47.31	60.43
3 -5 8	22.65	21.26	-7 0 8	6.01	16.89	-1 4 8	9.69	15.04	3 -8 9	0.05	3.13
4 -5 8	102.59	71.76	-6 0 8	0.40	15.88	0 4 8	54.21	47.35	4 -8 9	3.00	11.41
5 -5 8	83.85	86.69	-5 0 8	477.01	481.26	1 4 8	0.69	7.18	5 -8 9	0.72	17.48
6 -5 8	64.37	40.70	-4 0 8	61.90	55.27	2 4 8	7.55	5.23	-4 -7 9	8.59	38.89
7 -5 8	0.32	23.80	-3 0 8	14.33	2.10	3 4 8	0.27	5.48	-3 -7 9	1.59	3.19
-7 -4 8	7.84	15.04	-2 0 8	34.82	41.39	4 4 8	5.62	0.00	-2 -7 9	18.72	2.04
-6 -4 8	15.73	25.57	-1 0 8	1.23	5.65	5 4 8	2.96	7.18	-1 -7 9	86.31	77.94
-5 -4 8	-3.31	11.17	0 0 8	378.19	367.78	-8 5 8	4.71	13.16	0 -7 9	2.61	10.87
-4 -4 8	6.40	7.47	1 0 8	81.44	84.71	-7 5 8	19.45	7.87	1 -7 9	30.22	14.08
-3 -4 8	11.68	0.00	2 0 8	65.75	36.27	-6 5 8	23.16	16.60	2 -7 9	8.66	3.26
-2 -4 8	62.93	68.16	3 0 8	1.98	10.00	-5 5 8	39.17	32.50	3 -7 9	2.60	5.82
-1 -4 8	9.92	13.95	4 0 8	130.28	114.22	-4 5 8	25.80	4.99	4 -7 9	32.72	6.17
0 -4 8	96.65	98.74	5 0 8	48.26	40.93	-3 5 8	2.01	15.74	5 -7 9	5.17	2.31
1 -4 8	40.27	36.48	6 0 8	11.97	6.17	-2 5 8	128.38	142.52	6 -7 9	12.01	49.82
2 -4 8	9.69	2.42	7 0 8	18.15	11.41	-1 5 8	41.72	50.58	-5 -6 9	15.83	15.60
3 -4 8	175.76	197.35	-8 1 8	0.27	25.57	0 5 8	7.97	5.34	-4 -6 9	1.02	22.25
4 -4 8	34.16	28.93	-7 1 8	11.27	16.60	1 5 8	157.70	184.49	-3 -6 9	76.66	14.63
5 -4 8	110.79	121.58	-6 1 8	16.76	5.82	2 5 8	32.98	36.91	-2 -6 9	7.57	6.26
6 -4 8	81.45	20.60	-5 1 8	61.94	74.50	3 5 8	22.86	13.68	-1 -6 9	92.75	94.16
7 -4 8	1.48	33.31	-4 1 8	289.23	295.72	4 5 8	0.08	13.81	0 -6 9	52.87	17.15
-7 -3 8	15.27	25.57	-3 1 8	5.12	2.76	-8 6 8	0.28	32.29	1 -6 9	0.66	5.31
-6 -3 8	2.58	3.32	-2 1 8	0.13	10.23	-7 6 8	1.56	0.00	2 -6 9	0.74	0.00
-5 -3 8	80.57	96.26	-1 1 8	188.28	179.71	-6 6 8	40.36	39.57	3 -6 9	69.28	79.20
-4 -3 8	24.57	22.94	0 1 8	327.93	333.83	-5 6 8	8.24	14.35	4 -6 9	0.08	2.88
-3 -3 8	343.18	333.14	1 1 8	69.27	63.24	-4 6 8	12.45	0.00	5 -6 9	4.59	7.28

Çizelge E.3. (Devam) III. Kristal için, yansımaların gözlenen ve hesaplanan yapı faktörü değerleri

6 -6 9	23.23	19.17	4 -1 9	59.00	60.43	-1 4 9	46.76	44.67	-1 -6 10	40.18	6.53
-6 -5 9	3.26	38.89	5 -1 9	27.46	28.93	0 4 9	74.26	79.46	0 -6 10	23.18	16.17
-5 -5 9	13.47	25.57	6 -1 9	58.61	78.88	1 4 9	0.34	20.12	1 -6 10	86.32	81.44
-4 -5 9	0.46	5.82	-8 0 9	0.37	61.82	2 4 9	0.08	8.69	2 -6 10	164.37	155.17
-3 -5 9	103.66	80.16	-7 0 9	33.57	15.88	3 4 9	1.40	14.22	3 -6 10	20.30	18.70
-2 -5 9	326.89	337.67	-6 0 9	1.48	13.55	4 4 9	4.84	15.04	4 -6 10	17.68	24.15
-1 -5 9	12.03	8.80	-5 0 9	80.40	78.25	-8 5 9	4.68	15.60	5 -6 10	13.81	6.71
0 -5 9	139.83	142.67	-4 0 9	37.88	47.33	-7 5 9	22.70	32.90	-5 -5 10	18.26	8.17
1 -5 9	25.79	7.09	-3 0 9	3.16	4.08	-6 5 9	1.88	5.82	-4 -5 10	53.51	52.90
2 -5 9	1.73	12.14	-2 0 9	5.09	12.14	-5 5 9	8.04	8.91	-3 -5 10	1.66	14.49
3 -5 9	22.99	15.60	-1 0 9	1.40	11.41	-4 5 9	67.47	63.52	-2 -5 10	2.50	12.64
4 -5 9	5.00	27.41	0 0 9	11.55	6.68	-3 5 9	17.16	40.02	-1 -5 10	39.13	35.62
5 -5 9	9.03	2.09	1 0 9	66.46	89.03	-2 5 9	2.60	2.64	0 -5 10	14.82	7.85
6 -5 9	8.04	9.89	2 0 9	53.92	51.35	-1 5 9	1.60	2.47	1 -5 10	76.11	53.68
-6 -4 9	9.82	36.26	3 0 9	64.34	77.30	0 5 9	14.46	8.91	2 -5 10	32.55	31.28
-5 -4 9	77.40	77.62	4 0 9	4.88	4.37	1 5 9	6.24	0.00	3 -5 10	41.36	55.00
-4 -4 9	15.98	21.75	5 0 9	4.45	20.60	2 5 9	3.28	29.32	4 -5 10	18.47	3.52
-3 -4 9	0.02	5.73	6 0 9	37.55	39.57	3 5 9	4.01	25.75	5 -5 10	4.08	22.76
-2 -4 9	832.31	832.34	-8 1 9	0.80	0.68	4 5 9	17.82	17.78	6 -5 10	31.22	16.45
-1 -4 9	4.45	0.31	-7 1 9	92.90	106.69	-7 6 9	3.95	33.11	-6 -4 10	0.05	34.56
0 -4 9	18.64	20.27	-6 1 9	9.73	18.24	-6 6 9	2.35	6.71	-5 -4 10	2.77	12.64
1 -4 9	118.86	98.74	-5 1 9	46.07	37.13	-5 6 9	42.46	31.69	-4 -4 10	0.04	7.38
2 -4 9	144.74	141.68	-4 1 9	41.73	46.84	-4 6 9	0.05	11.77	-3 -4 10	9.15	9.45
3 -4 9	4.98	4.83	-3 1 9	44.88	34.78	-3 6 9	37.81	30.89	-2 -4 10	7.49	2.94
4 -4 9	162.02	156.07	-2 1 9	117.04	125.57	-2 6 9	27.29	32.09	-1 -4 10	103.13	103.04
5 -4 9	18.07	10.69	-1 1 9	14.99	19.01	-1 6 9	0.54	8.07	0 -4 10	6.48	24.37
6 -4 9	64.37	65.82	0 1 9	315.68	308.79	0 6 9	15.60	13.86	1 -4 10	88.19	74.81
-7 -3 9	0.14	2.09	1 1 9	96.99	102.68	1 6 9	2.82	0.00	2 -4 10	2.99	17.78
-6 -3 9	0.14	17.78	2 1 9	66.39	72.66	2 6 9	51.84	53.68	3 -4 10	83.81	62.67
-5 -3 9	0.93	6.44	3 1 9	21.30	32.49	3 6 9	0.22	7.38	4 -4 10	0.84	28.93
-4 -3 9	36.30	35.62	4 1 9	1.97	46.59	-7 7 9	1.60	3.79	5 -4 10	47.70	0.00
-3 -3 9	127.75	101.60	5 1 9	42.47	49.07	-6 7 9	8.25	49.07	6 -4 10	0.03	10.46
-2 -3 9	55.47	49.83	6 1 9	12.52	13.55	-5 7 9	14.53	14.49	-6 -3 10	0.34	3.79
-1 -3 9	15.92	3.66	-8 2 9	41.52	68.75	-4 7 9	16.71	12.65	-5 -3 10	0.36	6.90
0 -3 9	57.41	58.20	-7 2 9	0.01	5.91	-3 7 9	0.43	12.39	-4 -3 10	59.47	59.32
1 -3 9	174.88	156.97	-6 2 9	0.06	40.01	-2 7 9	0.52	7.67	-3 -3 10	160.14	154.29
2 -3 9	42.44	21.75	-5 2 9	3.87	21.75	-1 7 9	14.37	21.42	-2 -3 10	50.82	34.15
3 -3 9	325.24	324.67	-4 2 9	4.39	4.99	0 7 9	7.73	21.93	-1 -3 10	163.60	181.12
4 -3 9	1.06	23.11	-3 2 9	0.31	2.31	1 7 9	49.45	43.01	0 -3 10	6.66	17.12
5 -3 9	2.52	5.73	-2 2 9	6.43	10.12	2 7 9	6.29	49.57	1 -3 10	18.33	17.34
6 -3 9	32.28	31.89	-1 2 9	80.46	75.12	-6 8 9	36.84	30.49	2 -3 10	7.82	9.78
7 -3 9	14.53	17.78	0 2 9	0.00	20.61	-5 8 9	2.87	3.32	3 -3 10	51.65	15.04
-7 -2 9	2.16	18.39	1 2 9	104.70	80.81	-4 8 9	25.96	47.33	4 -3 10	195.75	179.68
-6 -2 9	16.19	17.48	2 2 9	61.43	66.40	-3 8 9	0.07	6.44	5 -3 10	76.95	95.90
-5 -2 9	163.66	164.67	3 2 9	0.65	18.09	-2 8 9	14.90	30.49	6 -3 10	5.50	3.45
-4 -2 9	39.98	13.82	4 2 9	2.53	9.34	-1 8 9	2.80	3.45	-7 -2 10	2.87	12.14
-3 -2 9	30.12	7.57	5 2 9	4.36	28.93	0 8 9	2.05	28.45	-6 -2 10	0.64	7.28
-2 -2 9	0.09	14.35	-8 3 9	89.52	114.20	-4 9 9	8.76	11.17	-5 -2 10	0.25	26.48
-1 -2 9	0.92	11.77	-7 3 9	85.56	84.04	-3 9 9	13.86	35.41	-4 -2 10	33.08	3.07
0 -2 9	21.95	16.77	-6 3 9	3.68	64.95	-2 -8 10	1.74	10.35	-3 -2 10	42.12	58.77
1 -2 9	10.03	15.74	-5 3 9	18.36	26.85	-1 -8 10	4.71	18.39	-2 -2 10	175.84	174.45
2 -2 9	198.70	191.38	-4 3 9	1.70	4.37	0 -8 10	3.34	0.00	-1 -2 10	180.36	176.82
3 -2 9	61.58	63.24	-3 3 9	25.86	20.93	1 -8 10	0.44	16.45	0 -2 10	10.73	12.58
4 -2 9	80.18	17.34	-2 3 9	15.37	9.34	2 -8 10	10.77	15.17	1 -2 10	100.09	91.07
5 -2 9	8.30	2.82	-1 3 9	34.39	41.39	3 -8 10	0.36	0.00	2 -2 10	166.75	167.43
6 -2 9	1.82	14.35	0 3 9	2.62	11.96	4 -8 10	12.12	31.89	3 -2 10	286.43	239.61
-8 -1 9	0.90	28.36	1 3 9	0.24	16.31	-3 -7 10	1.07	30.88	4 -2 10	50.33	32.70
-7 -1 9	1.07	23.62	2 3 9	5.44	10.81	-2 -7 10	0.65	12.90	5 -2 10	1.03	3.13
-6 -1 9	1.84	35.41	3 3 9	47.56	44.43	-1 -7 10	2.32	49.57	6 -2 10	39.85	36.70
-5 -1 9	14.43	10.00	4 3 9	2.92	0.00	0 -7 10	3.33	34.10	-7 -1 10	2.64	36.69
-4 -1 9	3.37	11.29	5 3 9	0.42	3.66	1 -7 10	0.77	0.71	-6 -1 10	43.56	44.43
-3 -1 9	506.68	501.94	-8 4 9	5.15	7.67	2 -7 10	4.32	3.07	-5 -1 10	41.97	53.16
-2 -1 9	146.74	145.97	-7 4 9	12.08	0.00	3 -7 10	2.17	9.45	-4 -1 10	22.47	2.47
-1 -1 9	69.60	56.87	-6 4 9	13.00	23.62	4 -7 10	6.62	36.48	-3 -1 10	29.43	22.09
0 -1 9	459.80	459.26	-5 4 9	4.09	53.94	5 -7 10	19.28	50.33	-2 -1 10	49.95	38.45
1 -1 9	201.20	214.81	-4 4 9	87.42	72.06	-4 -6 10	21.34	9.23	-1 -1 10	46.42	48.57
2 -1 9	91.55	98.73	-3 4 9	15.48	10.00	-3 -6 10	1.44	10.69	0 -1 10	38.39	31.88
3 -1 9	212.62	205.99	-2 4 9	51.30	45.15	-2 -6 10	0.12	23.80	1 -1 10	0.47	11.29



Çizelge E.3. (Devam) III. Kristal için, yansımaların gözlenen ve hesaplanan yapı faktörü değerleri

2 -1 10	22.41	5.40	2 4 10	66.56	70.24	3 -4 11	1.77	15.45	-3 2 11	36.16	38.01
3 -1 10	130.71	141.67	3 4 10	9.59	7.57	4 -4 11	48.36	50.08	-2 2 11	0.82	33.11
4 -1 10	6.91	10.81	4 4 10	6.19	7.09	5 -4 11	3.35	7.97	-1 2 11	116.96	110.05
5 -1 10	19.15	14.08	-7 5 10	5.23	0.00	-6 -3 11	0.18	6.99	0 2 11	16.97	16.94
6 -1 10	40.98	48.07	-6 5 10	1.12	59.59	-5 -3 11	0.03	41.84	1 2 11	18.00	46.60
-7 0 10	0.01	55.26	-5 5 10	2.68	38.23	-4 -3 11	5.23	3.59	2 2 11	6.93	12.90
-6 0 10	0.10	6.90	-4 5 10	17.34	25.75	-3 -3 11	189.19	163.76	3 2 11	20.31	3.45
-5 0 10	420.59	403.04	-3 5 10	53.47	35.62	-2 -3 11	1.02	7.97	4 2 11	24.54	26.49
-4 0 10	86.20	61.55	-2 5 10	12.33	11.65	-1 -3 11	122.41	121.98	-7 3 11	11.64	17.19
-3 0 10	89.55	79.52	-1 5 10	44.61	47.09	0 -3 11	159.06	143.97	-6 3 11	2.97	10.81
-2 0 10	0.42	0.00	0 5 10	18.67	5.68	1 -3 11	1.22	15.74	-5 3 11	50.04	3.32
-1 0 10	102.60	116.13	1 5 10	20.62	23.97	2 -3 11	69.44	72.05	-4 3 11	43.83	33.73
0 0 10	26.28	25.21	2 5 10	51.93	77.93	3 -3 11	2.84	3.32	-3 3 11	4.61	3.26
1 0 10	13.24	5.07	3 5 10	27.45	3.72	4 -3 11	7.29	7.18	-2 3 11	42.54	14.76
2 0 10	144.21	130.83	-7 6 10	7.33	10.93	5 -3 11	22.91	17.04	-1 3 11	55.64	55.26
3 0 10	384.47	380.37	-6 6 10	40.05	18.09	-6 -2 11	13.92	12.52	0 3 11	109.58	107.60
4 0 10	74.68	73.89	-5 6 10	2.87	9.34	-5 -2 11	1.79	3.59	1 3 11	5.00	6.99
5 0 10	3.74	20.60	-4 6 10	0.77	15.04	-4 -2 11	22.39	16.60	2 3 11	15.89	10.12
-8 1 10	12.83	8.38	-3 6 10	6.92	15.74	-3 -2 11	339.06	335.71	3 3 11	11.89	3.32
-7 1 10	99.29	140.38	-2 6 10	1.36	5.82	-2 -2 11	2.57	11.17	-7 4 11	4.07	4.22
-6 1 10	49.75	70.54	-1 6 10	3.96	23.80	-1 -2 11	7.13	5.82	-6 4 11	0.96	24.15
-5 1 10	1.41	34.14	0 6 10	0.23	35.05	0 -2 11	3.81	6.25	-5 4 11	32.47	45.14
-4 1 10	47.02	55.80	1 6 10	2.65	12.39	1 -2 11	2.05	0.59	-4 4 11	18.51	6.44
-3 1 10	18.93	10.35	2 6 10	1.61	24.50	2 -2 11	7.36	1.84	-3 4 11	5.48	11.29
-2 1 10	4.14	8.17	-6 7 10	1.85	11.29	3 -2 11	56.80	75.12	-2 4 11	37.80	6.17
-1 1 10	5.45	9.78	-5 7 10	0.03	3.59	4 -2 11	33.51	50.84	-1 4 11	46.55	31.69
0 1 10	1.04	10.19	-4 7 10	5.44	0.68	5 -2 11	19.33	24.68	0 4 11	37.08	21.27
1 1 10	50.25	54.73	-3 7 10	51.80	38.45	-6 -1 11	17.70	9.78	1 4 11	24.20	23.28
2 1 10	83.60	56.60	-2 7 10	8.40	15.45	-5 -1 11	8.05	38.67	2 4 11	11.54	0.00
3 1 10	230.30	241.24	-1 7 10	8.90	0.00	-4 -1 11	36.53	12.77	3 4 11	1.67	24.68
4 1 10	62.59	6.62	0 7 10	0.16	18.24	-3 -1 11	6.58	18.09	-6 5 11	13.15	11.29
5 1 10	0.65	0.00	-4 8 10	50.92	38.45	-2 -1 11	92.96	88.70	-5 5 11	35.93	25.39
-8 2 10	8.10	12.39	-3 8 10	13.25	3.66	-1 -1 11	3.89	17.04	-4 5 11	0.91	10.12
-7 2 10	59.47	87.02	-2 8 10	0.61	9.12	0 -1 11	174.36	140.72	-3 5 11	48.50	5.99
-6 2 10	34.14	31.89	0 -8 11	6.63	16.67	1 -1 11	416.99	383.90	-2 5 11	1.81	3.26
-5 2 10	26.50	27.60	1 -8 11	7.00	13.42	2 -1 11	7.77	21.42	-1 5 11	2.62	4.60
-4 2 10	0.29	36.91	-2 -7 11	13.45	7.87	3 -1 11	0.11	2.88	0 5 11	3.35	5.22
-3 2 10	14.25	14.22	-1 -7 11	18.95	7.67	4 -1 11	26.59	7.09	1 5 11	3.59	11.17
-2 2 10	0.43	22.76	0 -7 11	0.39	25.01	5 -1 11	6.50	9.34	2 5 11	0.59	3.72
-1 2 10	106.87	102.68	1 -7 11	0.57	15.04	-7 0 11	12.49	3.45	-6 6 11	1.37	17.63
0 2 10	1.36	12.68	2 -7 11	44.42	6.17	-6 0 11	0.43	19.01	-5 6 11	1.02	27.04
1 2 10	8.33	24.50	3 -7 11	32.02	11.89	-5 0 11	18.97	0.00	-4 6 11	0.61	3.26
2 2 10	12.75	42.08	-3 -6 11	27.22	30.10	-4 0 11	3.91	21.59	-3 6 11	11.64	13.16
3 2 10	45.44	18.86	-2 -6 11	13.91	11.05	-3 0 11	13.75	33.31	-2 6 11	68.35	71.75
4 2 10	2.26	59.87	-1 -6 11	0.24	7.18	-2 0 11	86.31	91.07	-1 6 11	16.63	21.59
5 2 10	58.18	26.67	0 -6 11	10.53	39.36	-1 0 11	8.22	12.14	0 6 11	4.94	4.34
-8 3 10	9.33	16.31	1 -6 11	9.09	0.00	0 0 11	29.71	23.82	1 6 11	4.36	3.79
-7 3 10	9.23	14.62	2 -6 11	55.08	59.32	1 0 11	67.55	62.96	-4 7 11	11.52	15.04
-6 3 10	11.83	1.31	3 -6 11	2.20	12.90	2 0 11	10.12	9.12	-3 7 11	18.60	3.66
-5 3 10	42.07	78.24	4 -6 11	14.63	15.88	3 0 11	16.13	13.16	-2 7 11	2.57	0.00
-4 3 10	9.91	0.00	-4 -5 11	3.39	6.71	4 0 11	23.01	3.59	-1 7 11	0.14	92.08
-3 3 10	0.11	2.42	-3 -5 11	0.00	10.93	5 0 11	17.06	17.63	0 -7 12	0.11	3.47
-2 3 10	3.39	21.42	-2 -5 11	7.09	3.00	-7 1 11	0.01	0.00	1 -7 12	18.70	25.39
-1 3 10	24.41	45.63	-1 -5 11	9.57	2.88	-6 1 11	3.83	1.27	-2 -6 12	79.72	76.05
0 3 10	188.37	157.60	0 -5 11	40.79	29.78	-5 1 11	60.75	57.14	-1 -6 12	9.66	7.77
1 3 10	3.42	11.29	1 -5 11	0.05	8.07	-4 1 11	11.62	15.31	0 -6 12	0.59	7.34
2 3 10	117.83	136.60	2 -5 11	49.13	13.68	-3 1 11	69.97	73.27	1 -6 12	3.72	8.48
3 3 10	18.43	6.53	3 -5 11	0.06	9.23	-2 1 11	11.59	5.65	2 -6 12	1.93	10.23
4 3 10	6.10	6.71	4 -5 11	13.51	7.67	-1 1 11	17.59	12.52	3 -6 12	10.72	8.17
-7 4 10	4.11	10.35	5 -5 11	23.40	45.87	0 1 11	95.11	68.25	-3 -5 12	64.16	42.54
-6 4 10	8.51	39.12	-5 -4 11	19.95	9.45	1 1 11	10.05	0.86	-2 -5 12	0.62	0.00
-5 4 10	11.04	0.00	-4 -4 11	0.31	7.97	2 1 11	23.13	13.68	-1 -5 12	0.16	0.00
-4 4 10	2.53	1.94	-3 -4 11	30.48	30.69	3 1 11	1.77	39.34	0 -5 12	31.53	35.56
-3 4 10	0.68	22.93	-2 -4 11	1.10	8.38	4 1 11	1.25	6.62	1 -5 12	0.48	19.01
-2 4 10	81.17	84.70	-1 -4 11	57.39	66.40	-7 2 11	0.44	7.87	2 -5 12	23.14	31.68
-1 4 10	237.95	227.57	0 -4 11	0.19	16.48	-6 2 11	2.31	6.26	3 -5 12	6.77	7.87
0 4 10	10.46	52.26	1 -4 11	0.86	4.45	-5 2 11	17.64	0.00	-4 -4 12	0.85	5.56
1 4 10	3.36	50.07	2 -4 11	74.31	72.05	-4 2 11	127.19	130.00	-3 -4 12	10.10	6.44

Çizelge E.3. (Devam) III. Kristal için, yansımaların gözlenen ve hesaplanan yapı faktörü değerleri

-2 -4 12	1.08	7.18	4 0 12	5.11	7.77	-2 -5 13	18.35	13.16	-2 1 13	12.86	9.89
-1 -4 12	0.09	12.64	-6 1 12	6.41	18.85	-1 -5 13	0.08	6.90	-1 1 13	67.07	74.81
0 -4 12	0.01	31.56	-5 1 12	33.01	0.00	0 -5 13	8.79	10.18	0 1 13	19.90	5.16
1 -4 12	49.04	45.63	-4 1 12	29.32	25.76	1 -5 13	28.66	20.76	1 1 13	16.18	19.17
2 -4 12	14.50	7.18	-3 1 12	8.79	14.22	2 -5 13	5.23	39.12	2 1 13	0.67	0.00
3 -4 12	67.04	88.02	-2 1 12	36.89	46.60	-3 -4 13	2.16	0.00	-5 2 13	14.24	19.80
4 -4 12	28.50	16.17	-1 1 12	1.16	19.96	-2 -4 13	12.95	27.41	-4 2 13	17.18	22.42
-5 -3 12	3.82	13.95	0 1 12	0.20	8.99	-1 -4 13	12.42	7.28	-3 2 13	1.84	7.28
-4 -3 12	25.30	30.10	1 1 12	27.31	16.45	0 -4 13	0.50	9.49	-2 2 13	0.87	41.15
-3 -3 12	26.79	37.79	2 1 12	11.90	6.26	1 -4 13	9.73	10.00	-1 2 13	7.21	2.88
-2 -3 12	5.05	13.68	3 1 12	16.15	23.28	2 -4 13	7.30	0.00	0 2 13	30.47	24.82
-1 -3 12	0.03	6.62	-6 2 12	8.47	23.28	-4 -3 13	0.24	4.08	1 2 13	34.41	36.27
0 -3 12	32.54	24.77	-5 2 12	24.11	28.17	-3 -3 13	2.79	7.77	-5 3 13	41.61	44.67
1 -3 12	21.65	16.89	-4 2 12	28.88	29.90	-2 -3 13	0.76	3.72	-4 3 13	13.49	3.79
2 -3 12	0.90	51.60	-3 2 12	0.01	8.69	-1 -3 13	5.35	44.66	-3 3 13	3.22	29.70
3 -3 12	3.67	3.66	-2 2 12	0.84	16.60	0 -3 13	4.45	9.37	-2 3 13	12.57	11.05
4 -3 12	0.39	5.48	-1 2 12	15.76	0.00	1 -3 13	46.89	48.57	-1 3 13	0.39	3.32
-5 -2 12	2.14	0.00	0 2 12	4.30	27.06	2 -3 13	1.32	11.65	0 3 13	4.62	12.90
-4 -2 12	0.72	21.75	1 2 12	0.60	12.90	3 -3 13	11.13	0.00	1 3 13	1.23	3.52
-3 -2 12	14.91	6.81	2 2 12	168.11	166.50	-4 -2 13	49.02	0.00	-4 4 13	1.71	9.78
-2 -2 12	109.48	71.76	3 2 12	11.35	3.86	-3 -2 13	1.17	21.09	-3 4 13	0.49	17.19
-1 -2 12	9.14	12.90	-6 3 12	16.77	21.09	-2 -2 13	27.27	22.59	-2 4 13	0.09	19.01
0 -2 12	63.46	45.11	-5 3 12	0.52	32.29	-1 -2 13	4.21	14.35	-1 4 13	7.94	13.03
1 -2 12	6.65	5.73	-4 3 12	28.07	27.04	0 -2 13	33.39	30.28	0 4 13	2.35	13.54
2 -2 12	108.01	90.05	-3 3 12	0.48	11.89	1 -2 13	29.07	19.01	-1 -3 14	1.60	4.08
3 -2 12	59.01	46.36	-2 3 12	0.85	8.80	2 -2 13	1.12	23.28	0 -3 14	16.30	17.64
4 -2 12	2.86	3.39	-1 3 12	11.79	6.62	3 -2 13	56.58	28.74	-2 -2 14	0.13	10.46
-6 -1 12	1.37	12.27	0 3 12	5.54	34.12	-5 -1 13	2.86	0.83	-1 -2 14	0.61	3.93
-5 -1 12	7.65	3.26	1 3 12	7.28	7.09	-4 -1 13	43.62	12.27	0 -2 14	6.35	12.79
-4 -1 12	7.91	6.99	2 3 12	20.06	3.39	-3 -1 13	1.89	28.55	1 -2 14	12.14	4.08
-3 -1 12	30.03	15.32	-6 4 12	0.01	24.68	-2 -1 13	147.30	127.98	-3 -1 14	2.33	3.52
-2 -1 12	2.51	9.56	-5 4 12	3.82	23.28	-1 -1 13	5.82	39.79	-2 -1 14	5.88	3.39
-1 -1 12	28.59	27.04	-4 4 12	4.67	3.59	0 -1 13	0.01	0.00	-1 -1 14	13.85	3.39
0 -1 12	11.80	33.63	-3 4 12	0.06	6.90	1 -1 13	14.17	5.07	0 -1 14	0.52	8.81
1 -1 12	1.77	14.22	-2 4 12	30.01	52.90	2 -1 13	48.35	3.79	1 -1 14	11.57	7.97
2 -1 12	93.22	83.39	-1 4 12	24.92	17.34	3 -1 13	24.41	5.56	-3 0 14	10.90	24.32
3 -1 12	18.74	7.18	0 4 12	2.80	15.61	-5 0 13	6.55	0.71	-2 0 14	15.03	12.27
4 -1 12	0.03	7.77	1 4 12	0.81	2.94	-4 0 13	59.97	66.40	-1 0 14	3.64	17.04
-6 0 12	8.25	37.57	-5 5 12	0.04	20.76	-3 0 13	22.47	15.18	0 0 14	0.15	7.74
-5 0 12	0.63	9.56	-4 5 12	10.76	23.11	-2 0 13	0.89	9.23	1 0 14	31.60	7.09
-4 0 12	145.07	157.40	-3 5 12	37.02	48.57	-1 0 13	31.67	35.41	-3 1 14	2.10	6.99
-3 0 12	4.48	16.89	-2 5 12	2.10	10.81	0 0 13	50.50	30.12	-2 1 14	3.39	0.00
-2 0 12	4.11	30.88	-1 5 12	11.39	10.93	1 0 13	11.16	3.66	-1 1 14	0.25	10.35
-1 0 12	0.82	3.86	0 5 12	0.03	12.44	2 0 13	52.58	20.12	0 1 14	19.63	12.93
0 0 12	2.40	13.56	-4 6 12	4.96	14.22	-5 1 13	16.96	15.88	-3 2 14	8.99	1.61
1 0 12	1.92	3.26	-3 6 12	0.00	17.48	-4 1 13	40.90	50.08	-2 2 14	16.08	26.85
2 0 12	40.64	21.92	-2 6 12	25.03	25.03	-3 1 13	4.48	25.21	-1 2 14	0.84	15.88
3 0 12	0.74	16.16									

DOKÜMANTASYON