

# X Işını Kırınım Yöntemleri



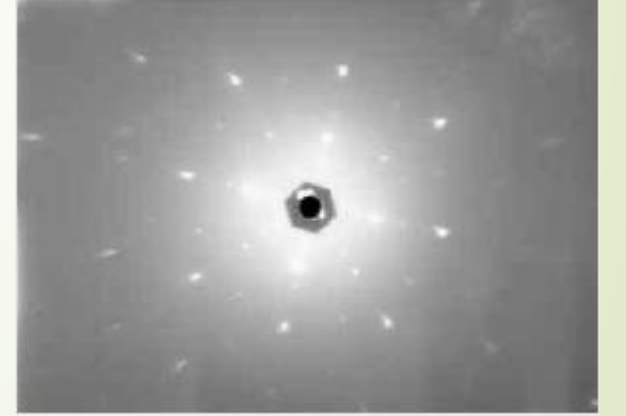
# DENEYSEL YÖNTEMLER

## X Işını Kırınım Yöntemleri

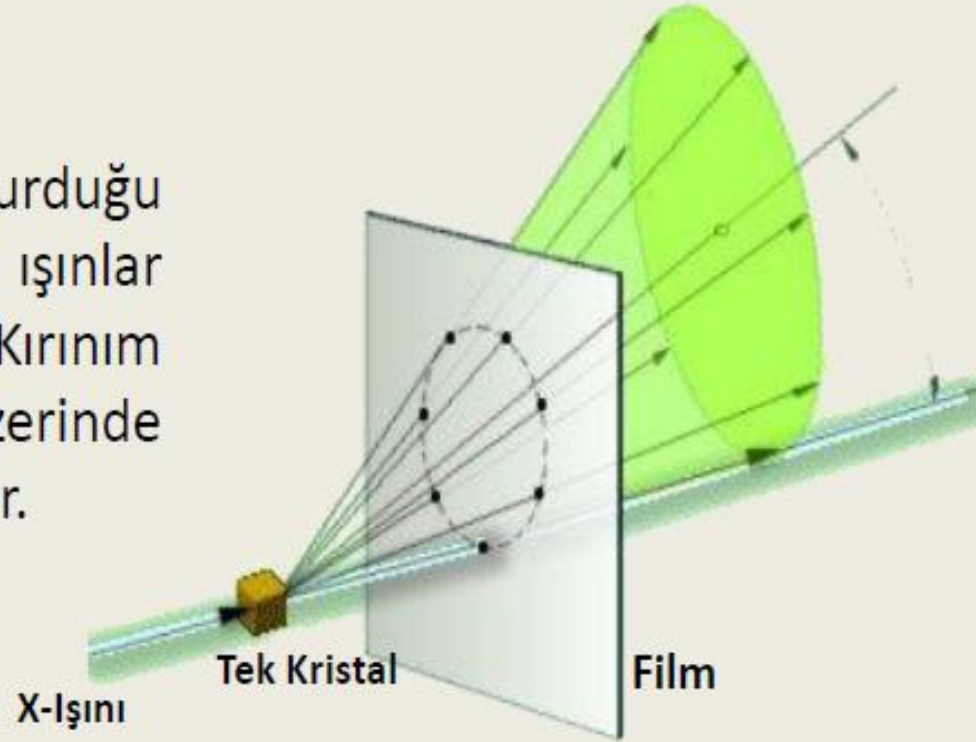
- Laue yöntemi
- Debye-Sherer yöntemi (Toz yöntemi)
- Döner kristal yöntemi

# LAUE YÖNTEMİ

- Laue yönteminde sabit kristalden yansıyan radyasyon ölçülerek büyük tek kristallerin yönelimini ve simetrisini belirlemek temel amaçtır.
- Geçirme Laue yöntemi
- Geri yansıtma Laue yöntemi



Laue yansımalarının oluşturduğu koninin bir tarafı geçen ışınlar tarafından oluşturulur. Kırınım lekelerinin bir elips üzerinde görüldüğü film koniyi keser.





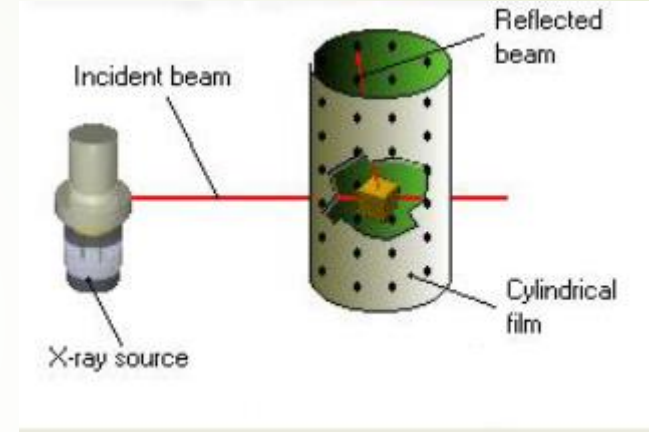
Geçirme Laue yönteminde, film kristalin arka tarafındadır.

Geri yansıtma yönteminde ise kristale çarparak kırınımına uğrayıp gerideki filme çarpan demetler bu film tarafından kaydedilir.

# DÖNER KRİSTAL YÖNTEMİ

Bir tek kristal, monokromatik x-ışını demetine dik bir eksen üzerine yerleştirilir. Silindirik bir film etrafına yerleştirilir ve kristal seçilen bu eksen etrafında döndürülür.

Kristal döndükçe, gelen ışın ile örgü düzlemleri takımı bir noktada doğru Bragg açısı yapacak, ve o noktada kırınım gerçekleşecektir.



# DÖNER KRİSTAL YÖNTEMİ

Yansıyan ışınlar yüzey üzerinde yerleşmişlerdir. Farklı kristal yönelimlerinde, kırınım desenleri kaydedilerek (açılar ve şiddetler), birim hücrenin büyüklüğü ve şekli ve atomların birim hücre içindeki sıralanışı hakkında bilgi edinilir.



# TOZ KIRINIMI

Tek kristal yerine toz örnek kullanılırsa, örneđi döndürmeye gerek yoktur, çünkü her zaman kırınımın gerçekleştiđi bir kristal yönelimi olacaktır. Burada monokromatik x-ışını, toz/polikristal bir örnek üzerine gönderilir.

Bu yöntem tek kristal hale getirilemeyen örnekler için kullanışlıdır.

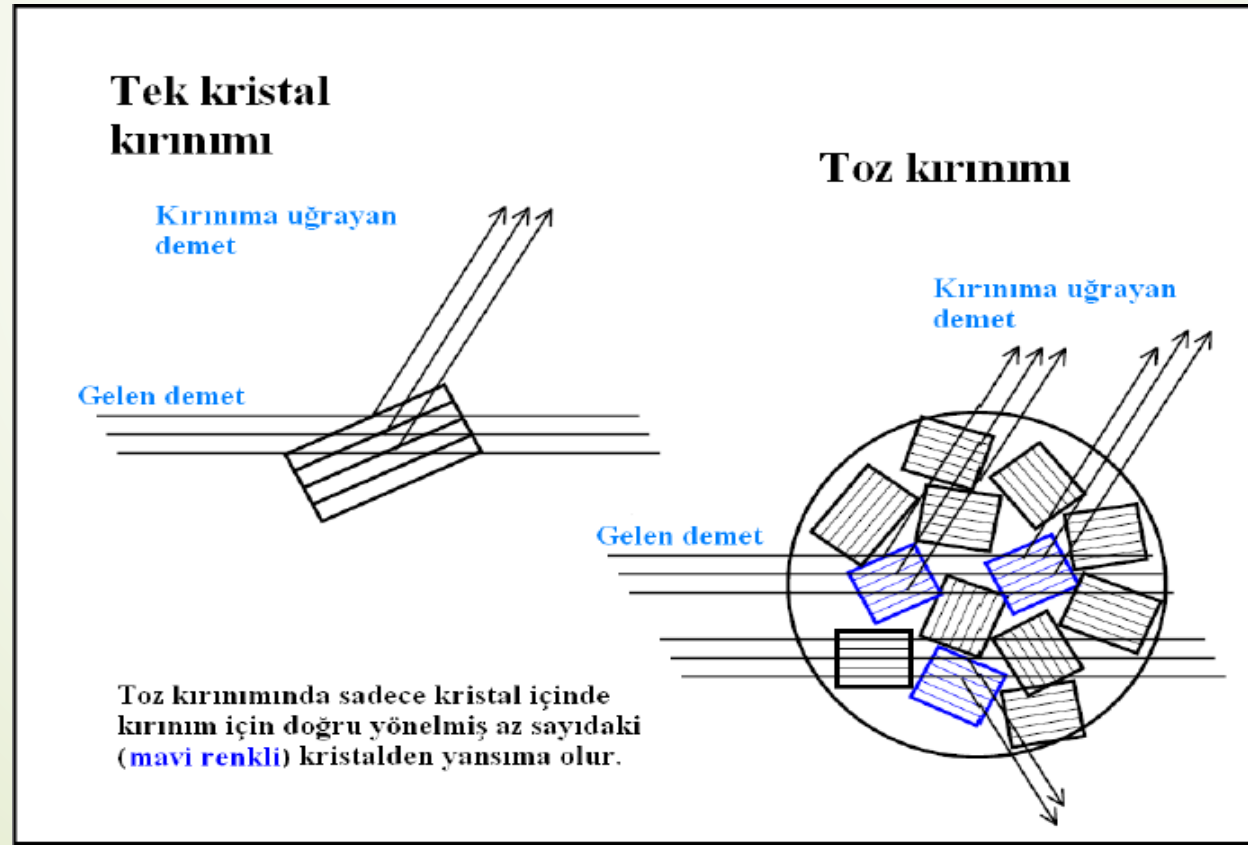
Toz kırınımı yönteminde, incelenecek kristal (10 mg dan 500 mg a kadar miktarlarda) çok küçük parçacıklar (mikronmetre 5-10  $\mu\text{m}$ .) haline getirilir.

Toz kristaller uygun bir tutucuya örneđin cam üzerine düzgün bir şekilde yayılarak yapıştırılır ve x-ışınları demeti içine yerleştirilir. Ya da kaptaki toz kristal, monokromatik x-ışını demetinin içinde kalacak şekilde gonyometre başlığına yerleştirilir.

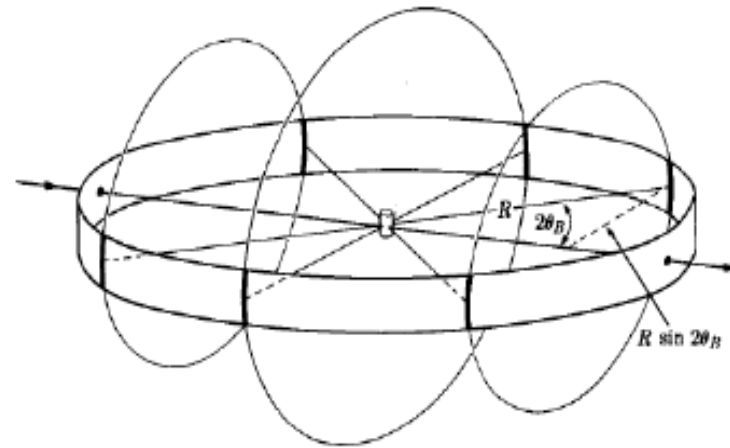
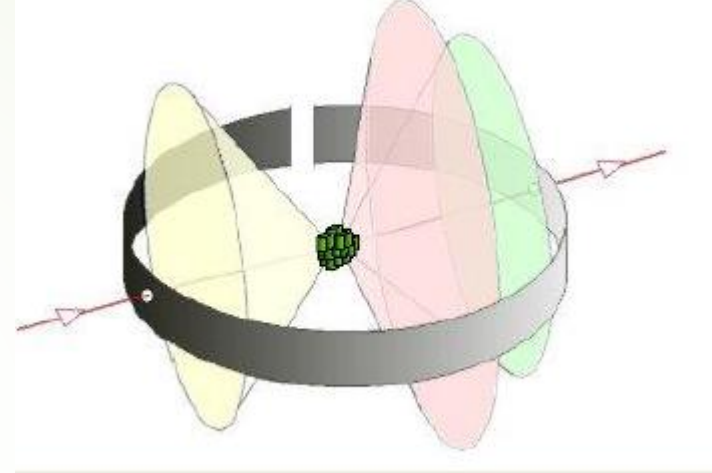
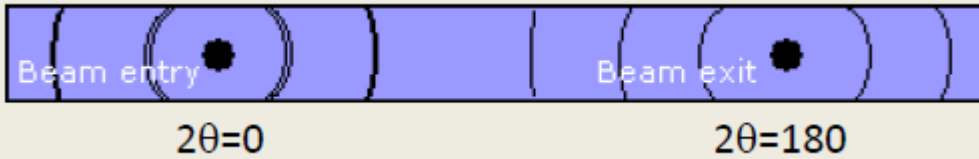


Toz kristalin her bir parçası çok küçük bir tek kristaldir ya da küçük kristallerin birleşimidir. Bunlar rasgele düzenlenmiştir.

Toz kristal içindeki bazı kristallerin aynı düzlemlerinden x-ışını yansımaları olacaktır. Bu yansımalar bir film üzerine düşürülecek olursa film üzerinde çizgiler ortaya çıkacaktır (film yöntemleri). Bu yansımalar detektörle de toplanabilir (difraktometre).



Örnek yüzlerce tek kristalden (toz örnek) oluşuyorsa, kırınım demetleri sürekli koniler oluştururlar. Kırınım desenini kaydetmek için bir film çemberi kullanılır. Kırınım çizgilerini veren her bir koni film üzerine düşer. Çizgiler film üzerinde yay olarak görünür.



Kırınım ışınların koni kesitlerinin Debye-Scherrer filmi ile kesişmesi

**Tek kristal difraktometresi  
(4 çember)**



**Toz kristal difraktometresi  
(2 çember)**

# ÖRGÜ PARAMETRELERİNİN HESAPLANMASI

$$\text{Tetragonal: } \frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

$$\text{Ortorombik: } \frac{1}{d^2} = \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}$$

$$\text{Hegzagonal: } \frac{1}{d^2} = \frac{4^2}{3^2} \left( \frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2}$$

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

$$\text{Monoklinik: } \frac{1}{d^2} = \frac{1}{\sin^2 \beta} \left( \frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2 \sin^2 \beta}{b^2} + \frac{l^2}{c^2} - \frac{2hl \cos \beta}{ac} \right)$$

- a, b, c; örgü sabitleri
- h, k, l; Miller indisleri
- d; düzlemler arası mesafe

Kübik kristal sisteminde düzlemler arası uzaklık örgü parametrelerine bağlı olarak aşağıdaki denklemdeki gibi verilebilir:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2}$$

Bragg yasası:  $\lambda = 2d \sin\theta$

Bragg yasasının karesi:  $\lambda^2 = 4d^2 \sin^2 \theta$  veya  $\sin^2 \theta = \lambda^2 / 4d^2$

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} = \frac{4\sin^2 \theta}{\lambda^2} \text{ ve } \sin^2 \theta = \left( \frac{\lambda^2}{4a^2} \right) (h^2 + k^2 + l^2)$$

$\sin^2 \theta$  değeri  $h^2 + k^2 + l^2$  indislerine bağlı olarak yazılabilir. İki ardışık yansımanın oranından aşağıdaki ifade yazılabilir:

$$\frac{\sin^2 \theta_1}{\sin^2 \theta_2} = \frac{\left( \frac{\lambda^2}{4a^2} \right) (h_1^2 + k_1^2 + l_1^2)}{\left( \frac{\lambda^2}{4a^2} \right) (h_2^2 + k_2^2 + l_2^2)} \text{ veya } \frac{\sin^2 \theta_1}{\sin^2 \theta_2} = \frac{(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2)}{(h_2^2 + k_2^2 + l_2^2)}$$

Primitif (P)	$h^2 + k^2 + l^2$	1,2,3,4,5,6,8,9,10,11,12,13,14,16,...
Hacim merkezli (I)	$h^2 + k^2 + l^2$	2,4,6,8,10,12,14,16,...
Yüz merkezli (F)	$h^2 + k^2 + l^2$	3,4,8,11,12,16,19,20,24,27,32,...
Elmas (kübik)	$h^2 + k^2 + l^2$	3,8,11,16,19,24,27,32,...

Örgü parametreleri şöyle hesaplanır:

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

veya

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



Yapılacak işlemler adım adım aşağıda verilmektedir:

(1) Pikleri belirlenir

(2)  $\sin 2\theta$  yı belirlenir

(3)  $\sin 2\theta / \sin 2\theta_{\min}$  oranını hesaplanır ve ilgili tamsayılarla ile çarpın

(4) (3) teki adımdan  $h^2 + k^2 + l^2$  için uygun bir tamsayı değerini seçin

(5)  $h^2 + k^2 + l^2$  değerlerinden Bravais örgüsünü tanımlayın

(6) Örgü parametresini hesaplayın

# Kaynaklar

- Katıhal Fiziğine Giriş- Charles Kittel
- Katıhal Fiziği- Mustafa Dikici
- Katıhal Fiziği- J.R. Hook&H.E. Hall
- Katıhal Fiziği-Şakir Aydoğan
- X-ışınları Kristalografisi- Mehmet Kabak
- Katıhal Fiziğine Giriş- Tahsin Nuri Durlu
- <https://www.fizikbilimi.gen.tr/madde-ve-ozellikleri/>
- <http://fizikodevleri.blogcu.com/madde-nedir/5068422>
- <http://kisi.deu.edu.tr/aytac.gokce/>
- <https://tex.stackexchange.com/questions/151935/drawing-brillouin-zones-in-tikz>