

JEM 414 / JEM 440 MİNERAL TANIMA YÖNTEMLERİ DERSİ

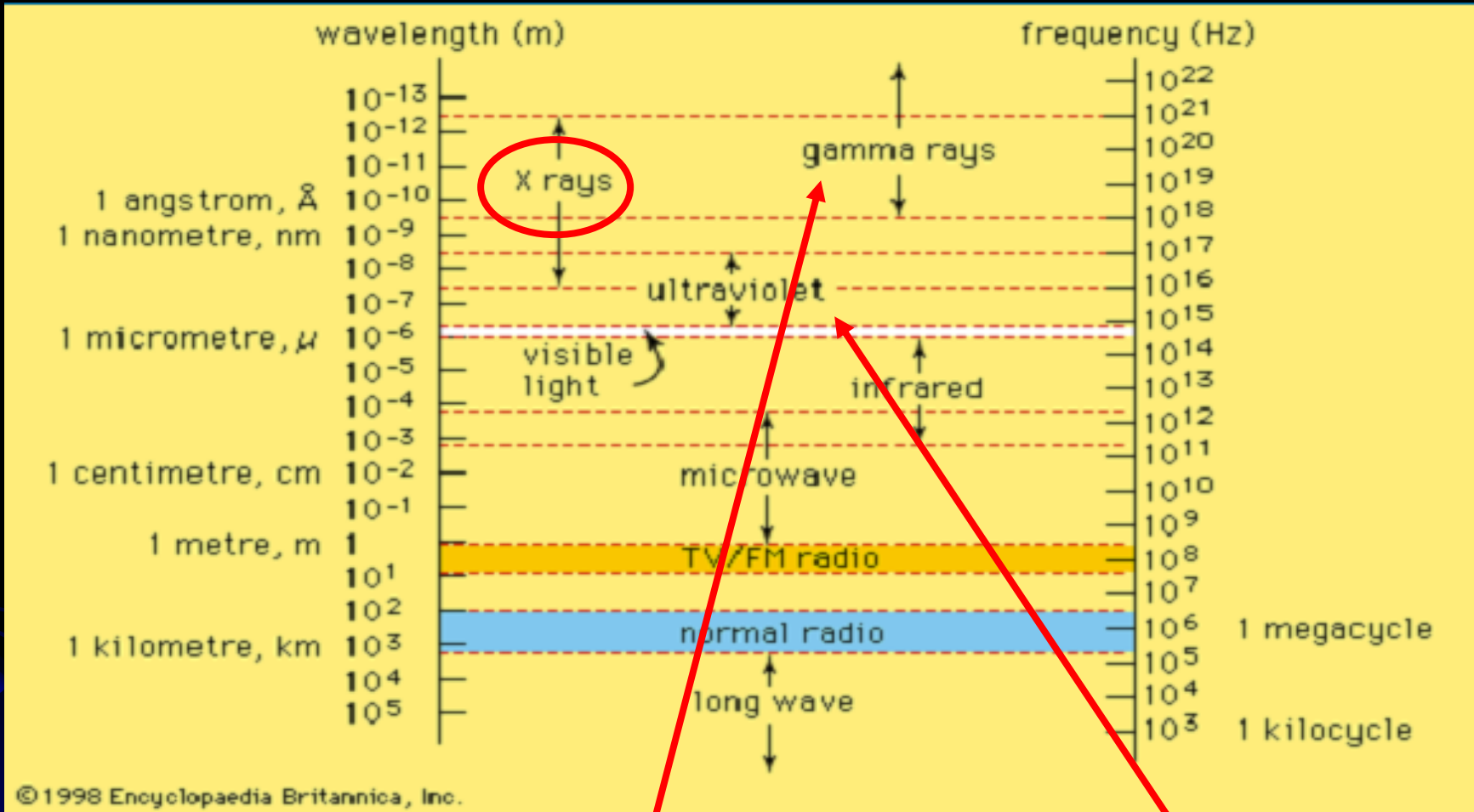
4. HAFTA

Arş. Gör. Dr. Kıymet DENİZ

GENEL BİLGİLER → X-Işınının Tarihçesi

- ❖ X-ışını 1895 yılında Alman fizikçi **Conrad Roentgen** tarafından keşfedilmiştir.
- ❖ Keşfedildiğinde fiziksel özellikleri bilinmediğinden “X” isim verilmiştir. Günümüzde de aynı isimle anılmaktadır.
- ❖ Ayrıca, bu ışını keşfeden bilim adamının ismine izafeten Röntgen ışınları terimi de kullanılmaktadır.
- ❖ X-ışınlarının maddenin içine nüfuz edebilmesi özelliğinden yararlanmak isteyen araştırmacılar saydam olmayan cisimlerin iç yapısını incelemek için bu ışını kullanmışlardır.
- ❖ Cismin bir tarafına X-ışını kaynağı, diğer tarafına fotoğraf filmi koyarak, cismin daha az yoğun kısımları daha yoğun kısımlarına nazaran daha çok X-ışınları geçirmesinden radyograf elde edilmiştir.
- ❖ 1912 yılında Laue tarafından X-ışınlarından kristallerden kırınımı olayı keşfedilmiştir.
- ❖ Daha sonra Ewald X-ışınlarının kristalde yayılmasını inceleyerek ters uzay örgüsü kavramını ilk kez ortaya koymuştur.
- ❖ 1914 yılında Max Laue kırınım prensiplerine dayanarak bakır sülfat kristalinin yapısını bularak Nobel ödülünü kazanmıştır.
- ❖ W. H. Bragg X-ışınlarının parçacık karakterde olduğu tespit edilmiştir.
- ❖ W. L. Bragg ZnS kristalinin yapısını çözmüştür.
- ❖ Bir maddenin **kristal yapısını** inceleyerek **mineralojik bileşimini** ortaya koyarken X-Işınlarından yararlanır. (1919 yılından itibaren)
- ❖ X-ışınları teknikleri ile bir mineralin kristal sınıfı, birim hücre parametreleri, kristal yapıdaki çeşitli atomların pozisyonları belirlenebilmektedir. Yani atom ve moleküllerin üç boyutlu olarak dizilimleri incelenebilir.

XRD (X-Işınları Difraksiyonu)



X-Ray Diffraction (XRD) spektroskopisi olarak bilinen X-Işını Difraksiyon spektroskopisi isminden anlaşılacağı üzere X-ışını denilen **Ultraviyole** ışıktan daha kuvvetli fakat **Gamma** ışınından daha zayıf enerjili ışın kullanılarak yapılan analizi temel alır.

XRD (X-Işınları Difraksiyonu)

XRD analiz yönteminin Jeolojide kullanımı;

X-Işınları difraksiyonunda mineral tanımlaması yapılır. Tüm kayaç içerisindeki mineralleri çözümlenmede (tanımlamada) çok işe yarayan bir yöntemdir.

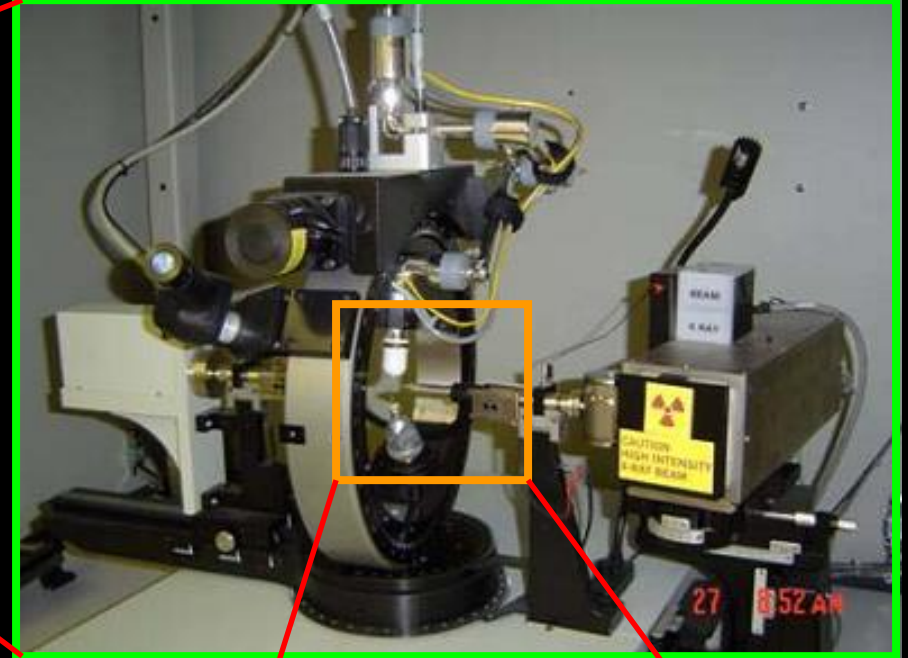
Özellikle kil minerallerinin analizinde kesin sonuçlar vermesinden dolayı önemi büyüktür.

Analiz sonuçlarını grafiksel olarak verir. Bu grafik üzerinden tüm kayaç kimyası yarı kantitatif olarak hesaplanabilir.

X-Ray Difraksiyon ikiye ayrılır;

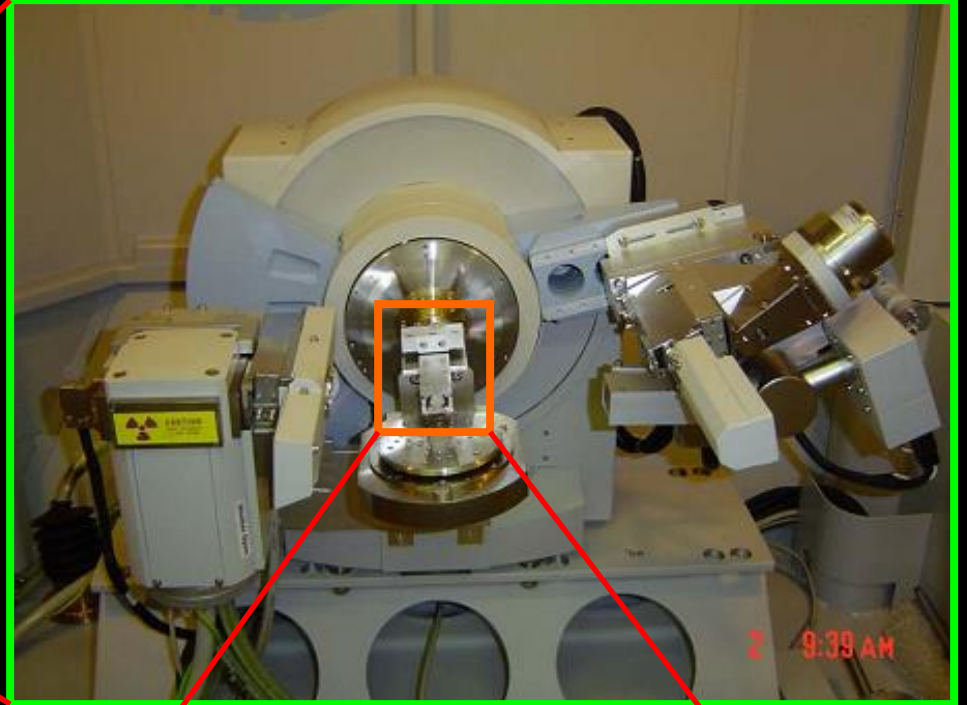
1. Tek kristal X-Ray Difraksiyonu (daha çok fizikçiler için idealdir)
2. Toz X-Ray difraksiyonu
 - 2.1. Tüm kayaç analizi
 - 2.2. Kil analizi
 - 2.2.1. Normal çekim
 - 2.2.2. Glikollü çekim
 - 2.2.3. Isıtılarak yapılan çekim

XRD (X-Işınları Difraksiyonu)



Tek kristal X-Ray Difraksiyonu
(daha çok fizikçiler için idealdir)

XRD (X-Işınları Difraksiyonu)



Toz X-Ray difraksiyonu

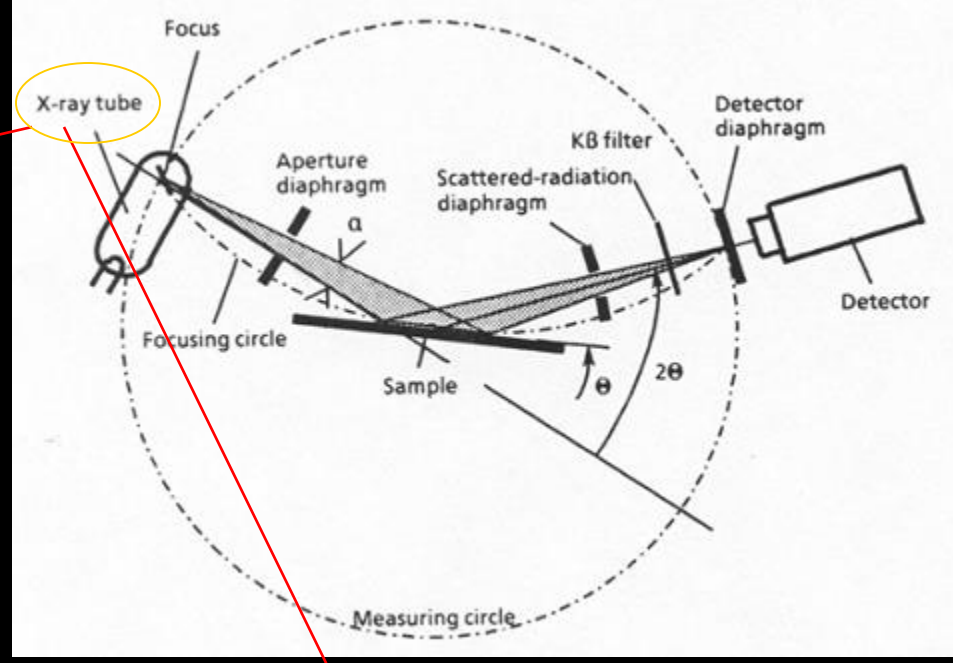


XRD (X-Işınları Difraksiyonu)

XRD Çalışma prensibi;



Seramik X-Ray Tüp

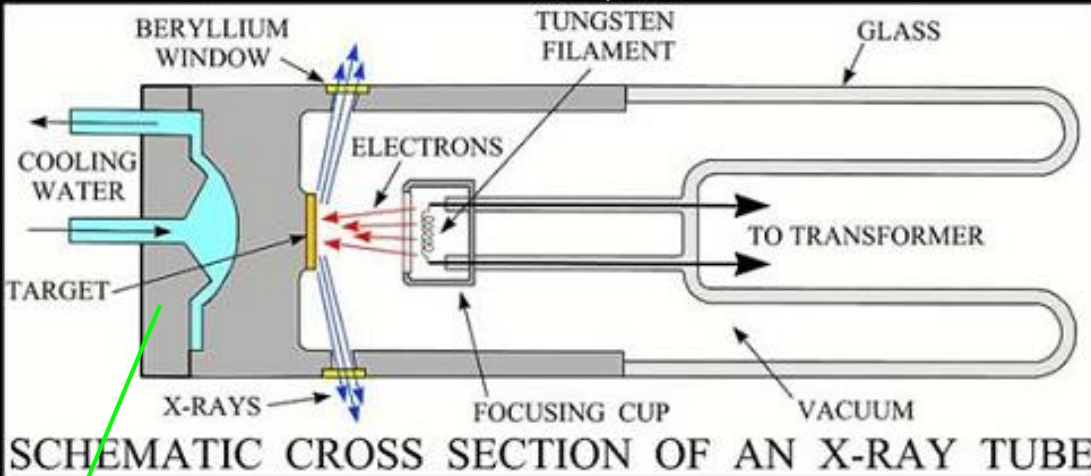


Wolfram veya İridyum

Bakır-Cam X-Ray Tüp



Be veya Li



Cu, Fe, Co, Cr, Mo, W, Ni ısıya dayanıklı, iletken olmalı

XRD (X-Işınları Difraksiyonu)



X-Ray Tüp sabit, dedektör ve Örnek hareketli

Örnek sabit, dedektör ve X-Ray Tüp hareketli



XRD (X-Işınları Difraksiyonu)

X-Ray Difraksiyonu çalışma prensibi olarak Bragg kanununu baz alır.

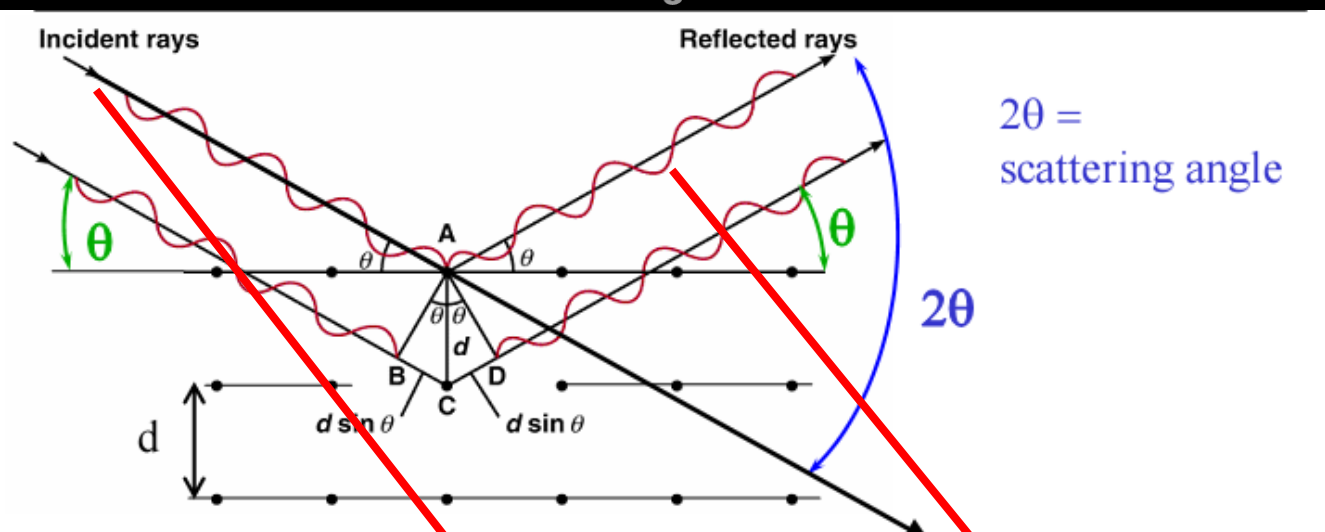
$$n\lambda = 2d \sin \theta$$

Dalga Boyu
Örneğin Cu için; 1.54 Å
(*Bilinen parametre*)

Kristalin düzlemsel
kafes derinliği
-iki atomik düzlem arasın-
daki mesafe-
(*Hesaplanan parametre*)

X-Ray açı oranı
(*Bilinen parametre*)

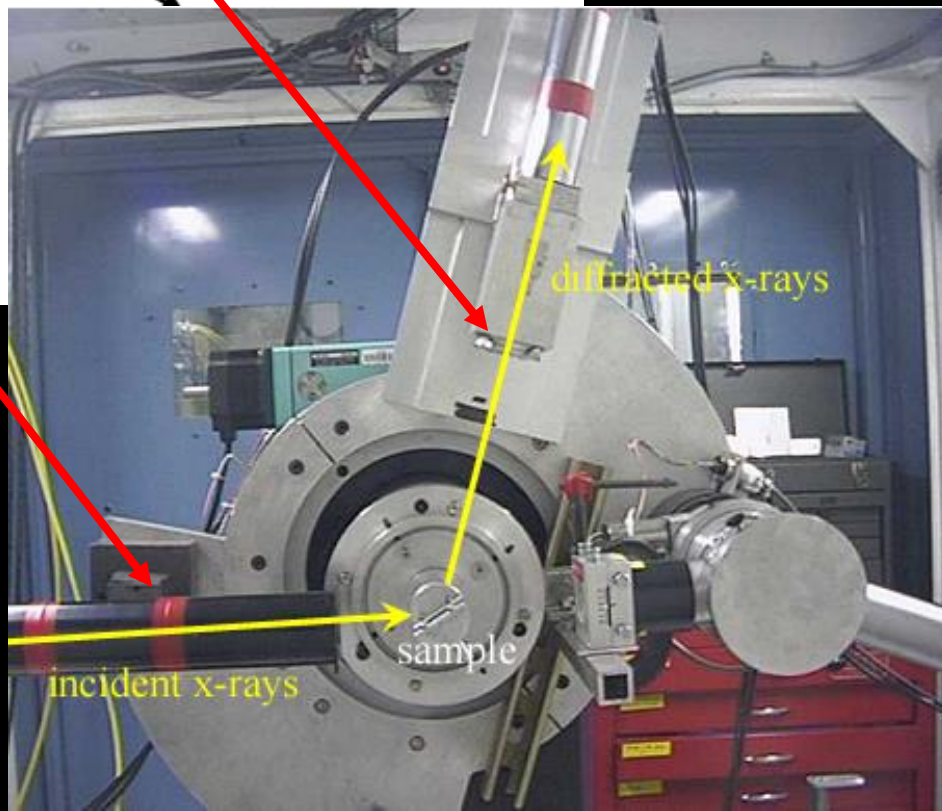
XRD (X-ışınları Difraksiyonu)



$2\theta =$
scattering angle

$\lambda =$ incident wavelength ($=hc/E$)

$$n \lambda = 2d \sin (\theta)$$



XRD (X-Işınları Difraksiyonu)

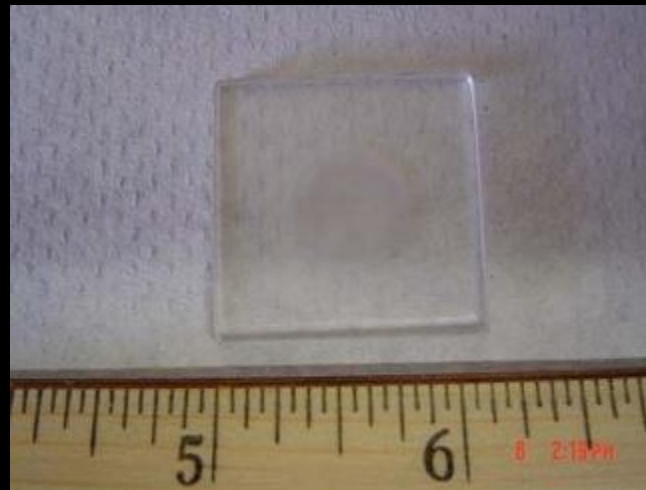
Örnek Hazırlama

Numune odası ve X-Ray difraksiyon cihazının bulunduğu odalar ayrıdır. Analizi yapılacak numune öncelikle öğütücülerde veya ağıt havanda 200 meş (22 mikron) altına geçecek boyutta toz haline getirilerek hazırlanır. Bu esnada havan veya öğütücünün temiz olması oldukça önemlidir. Öğütme esnasında 1-2 gram olması yeterlidir.

Toz haline getirilen numune en az yönlendirme ile yani dik preslenerek Analize uygun hale getirilir. Killerde numune saf su ile süspanse edilir. Saf su killer arası katyonu bozmaz Stocks kuralına göre tane boyu 2 mikrondan büyük olanlar çöker, 2 mikrondan küçük olanlar yukarda kalır ve böylece killer ayrılır.

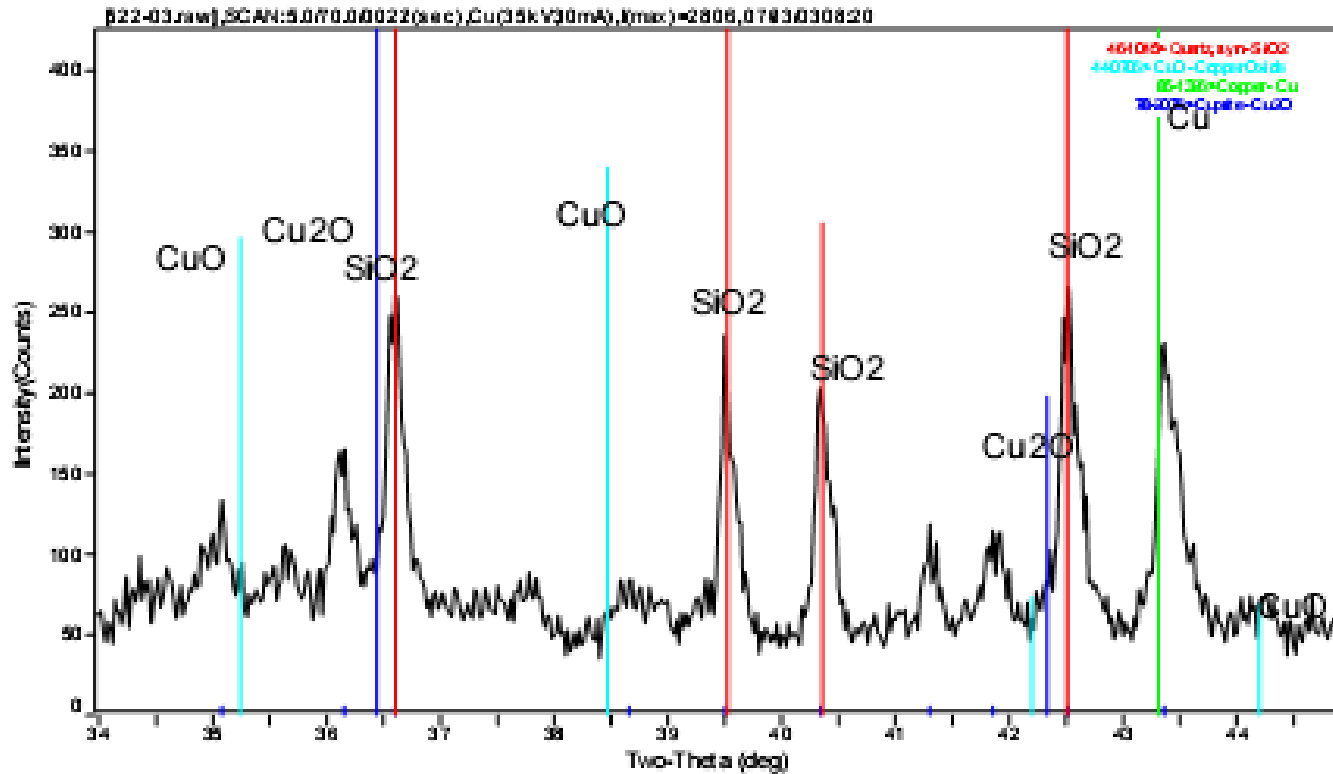


XRD (X-Işınları Difraksiyonu)



XRD (X-Işınları Difraksiyonu)

Toz X-Ray difraksiyon tekniği ile elde edilen analiz sonuçları bir grafik halinde verilir. Elde edilen pikler karşılaştırma yapılarak hangi minerale ait olduğu hazırlanmış kataloglar yardımıyla bulunur.



XRD Çözümlemesi

JCPDS Card

Quality of data

5-628		2.82		1.99		1.63		3.26		NaCl		★					
d		I/I_0		I/I_0		I/I_0		I/I_0		Sodium Chloride		(Halite)					
Rad. CuK α_1 λ 1.5405 Filter Ni Dia.												d Å		I/I_0		hkl	
Cut off I/I_0 Diffractometer I/I_0 cor.												3.258		13		111	
Ref. Swanson and Fuyaf, NBS Circular 539, Vol. 2, 41 (1953)												2.821		100		200	
Sys. Cubic												1.994		55		220	
S.G. Fm $\bar{3}m$ (225)												1.701		2		311	
mp 5.6402 hg												1.628		15		222	
Ref. Ibid.												1.410		6		400	
S.G. Fm $\bar{3}m$ (225)												1.294		1		331	
Ref. Ibid.												1.261		11		420	
mp 1.542												1.1515		7		422	
Color Colorless												1.0055		1		511	
Ref. Ibid												0.9969		2		440	
An ACS reagent grade sample recrystallized twice from hydrochloric acid.												0.9533		1		531	
X-ray pattern at 26°C												0.9401		3		600	
Merck Index, 8th Ed, p. 956												0.8917		4		620	
Halite - galena - periclase group.												0.8601		1		533	
												0.8503		3		622	
												0.8141		2		444	

1.file number 2.three strongest lines 3.lowest-angle line 4.chemical formula and name 5.data on diffraction method used 6.crystallographic data 7.optical and other data 8.data on specimen 9.data on diffraction pattern. Quality of data

Joint Committee on Powder Diffraction Standards, JCPDS (1969)
Replaced by International Centre for Diffraction Data, ICDD (1978)