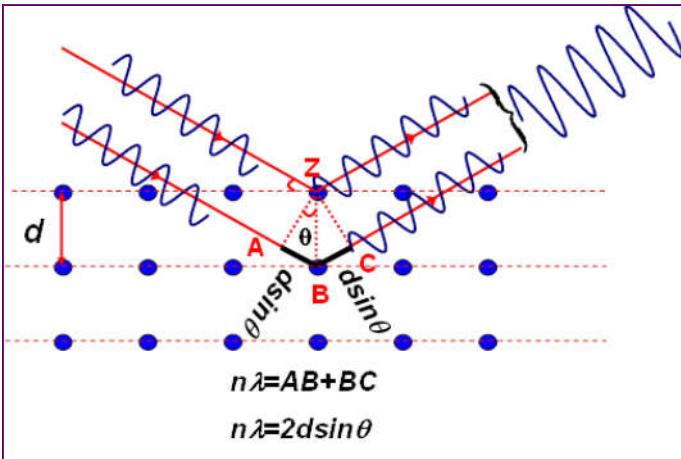


X-Işınları Difraksiyon Laboratuvarı (XRDL)



X-ışınları 1895 yılında Alman fizik profesörü Wilhelm Konrad Roentgen tarafından bulunmuş ve isimlendirilmiştir. X-ışınları katot ışınlarının incelenmesi sırasında keşfedilmiştir. Katot ışınları baryum platin siyanür kristalinin üzerine gönderildiğinde, kristalin floresan bir ışın yaydığı ve bu ışınların katot tüpünün camından geçtiği ve havada absorbe edilmediği gözlemlendi. Röntgen, yapısını tam olarak açıklayamadığı, içinden geçtiği katı maddelerin ekran üzerinde gölgeler oluşturmalarına neden olan bu ışınımlara, bilinmeyen anlamında "X" sembolünü kullanarak "X-ışınları" adını verdi. X-ışınlarının bu ilk keşfinden sonra, Laue tarafından 1912 yılında, kristallerde kırınım olayı keşfedildi. İngiltere'de ise W. H. Bragg yaptığı çalışmalar ve oğlu W. L. Bragg ile buldukları eşitlik (Şekil 1) ile kristalografinin temellerini atmış ve XRD spektroskopisine yol göstermiştir. X-ışınlarının Bragg Eşitliği diye bilinen bu eşitlik, gelen X-ışınının kırılma açısı ve uzunluğunun, kristal yapısını oluşturan atom katmanları arasındaki uzaklığa bağlı olarak değişmesi mantığıyla oluşmuştur. Bu kırılan ışınların dedektörde kaydedilmesi ile hedef kristalin katman sayısı ve düzeni anlaşılabilir.



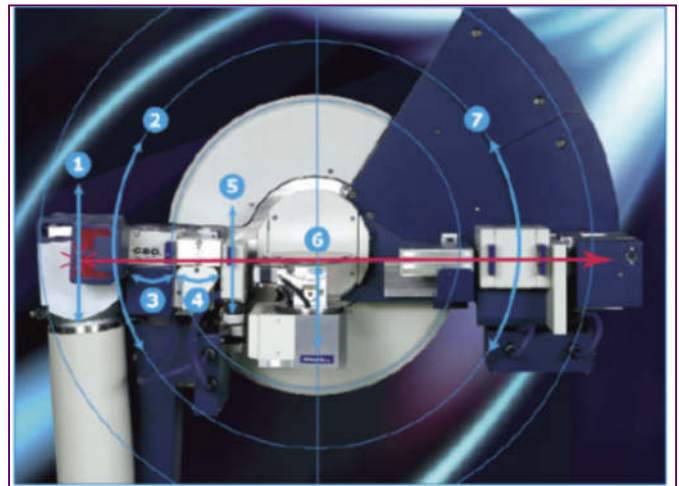
Şekil 1. Bragg Yasası: $2d \sin\theta = n\lambda$

TEMEL PRENSİPLER

Bragg Yasası: W. L. Bragg tarafından geliştirilen teori, X-ışınları kırınım teorileri içinde en yaygın olarak kullanılanıdır. Aralarında 'd' kadar mesafe bulunan kristal düzlemlerinden saçılan 'λ' dalga boyu X-ışınları, 'θ' açısını oluştururlar. Deneysel parametre olan 2θ değeri ise saçılan ve geldiği doğrultusunda devam eden X-ışınları demeti arasındaki açıdır. Birbirine paralel bütün kristal düzlemler arasındaki mesafe 'd' kadardır.

Yoğun bir X-ışını demeti, düzenli atom gruplarından oluşan kristal bir yapıya çarptığı zaman genel bir saçılım oluşur ve bu saçılım yapan ışın dalgaları birbirlerini etkiler ve girişim yaparak birbirlerini yok eder. Ancak belli açılarda bu dalgalar bir faz içinde biri diğeriyle birleşmek suretiyle dalga yoğunluğunu artırır. Bu oluşum X-ışınlarının kırınımı olarak bilinir. Kırınımın olduğu bu yönler kristalin birim hücresinin boyutuna ve şekline bağlı olarak değişiklik göstermektedir. Kırınımın şiddeti ise kristalin bazı yapısal özellikleri tarafından belirlenir.

ODTÜ Merkez Laboratuvarı'nda bulunan Rigaku Ultima-IV X-ışını kırınım cihazında çok amaçlı üniteler mevcuttur. Cihaz bakır hedefli X-ışını tüpüne ve tüpteki ani sıcaklık değişimlerini kontrol eden su soğutucusuna sahiptir. Cihazda, monokromatize X-ışını elde edilmesini sağlayan, yüksek çözünürlükte Grafit Monokromatör kullanılmaktadır. Cihazda ayrıca numunenin aydınlanma alanını numunenin miktarına/büyüklüğüne göre belirleyen

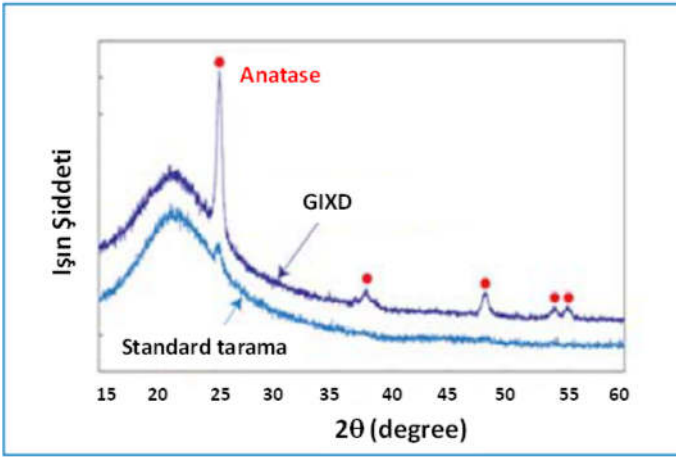


Şekil 2. Rigaku Ultima-IV Optik Mekanizması;

1: X-ışını kaynak yüksekliği, 2: X-ışını kaynak açısı, 3: Çapraz ışın optik sistemi, 4: Kristal optiği, 5: Silit yüksekliği, 6: Örnek yüzeyi, 7: Dedektör açısı

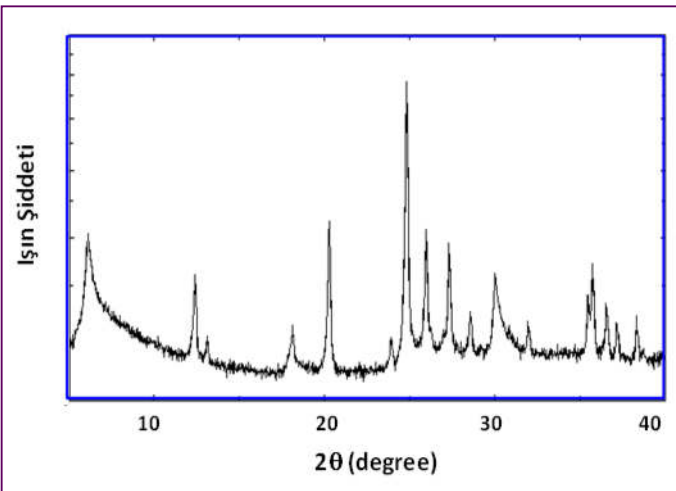
Ultima-IV XRD cihazında bulunan çapraz ışın optik mekanizması (CBO), yeni bir ayar ve düzenleme yapılmaksızın, odak ya da paralel ışın geometrisinde çalışabilme imkanı sağlar. Rutin olarak kullanılan "Bragg-Brentano odak ışın geometrisi" yöntemi ile iyi kristallenmiş ve düzgün yüzeyli örneklerden oldukça güçlü kırınım bantları elde edilmesine karşın; yüzeyi pürüzlü, zayıf kristallenmiş örneklerin ve özellikle ince filmlerin faz tanımlamalarında "Paralel ışın geometrisi" kullanılmaktadır.

Ayrıca değişik kalınlıklardaki ince filmlerden, standart $\theta/2\theta$ ($2\theta = 2-90^\circ$ aralığında) tarama yöntemiyle genellikle zayıf bir sinyal alınmasına karşın, 2θ tarama yöntemi ve sabit bir grazing (süpürme) açısı (GIXD) ile, daha güçlü bir sinyal elde edilebilir. Bu teknikle, ince film ve polikristalin örneklerde oldukça hassas ölçümler yapılabilmektedir. Şekil 3'te grazing difraksiyon modunun klasik $\theta/2\theta$ simetrik ölçümünün karşılaştırmalı kırınım datası görülmektedir. Filmden gelen difraksiyon pikleri grazing difraksiyonunda açıkça görülmektedir.



Şekil 3. Grazing Açısı Kırınım Yöntemi (GIXD)

Analiz için gelen örneklerin X-ışını kırınım deseni elde edildikten sonra PDXL yazılımı kullanılarak yapılan kalitatif analizlerde, ICDD kartlarında bulunan yaklaşık 200.000 civarında madde ile karşılaştırma yapılarak fazlar da belirlenebilmektedir.



Şekil 4. Zeolit örneğine ait kırınım deseni

UYGULAMALAR

Rigaku Ultima-IV X-ışını Kırınım cihazı oldukça geniş bir uygulama alanına sahiptir. Bu uygulamalardan bazıları:

Jeolojide minerallerin ve kayaçların tanımlanması,

Metal ve alaşım analizleri,

Seramik ve çimento sanayii,

İnce film kompozisyonu tayini,

Polimerlerin analizi,

İlaç endüstrisinde belli bir malzeme içindeki polimorfların ve safsızlıkların tespiti,

Arkeolojide, tarihi yapıları oluşturan malzemelerin tayinidir.

