



Erciyes University Journal of the Institute of Science and Technology
Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi
 ISSN 1012-2354

Cilt (Volume): 27, Sayı (Issue): 3, Temmuz/July-2011
<http://fbe.erciyes.edu.tr/>



Bazı inci örneklerinin X-ışınları toz kırınım yöntemi ile nitel analizi

Gökçen SATILMIŞOĞLU, Zeliha BAKTIR, *Mehmet AKKURT

Erciyes Üniversitesi, Fen Fakültesi, Fizik Bölümü, 38039 Kayseri.

Anahtar Kelime

Toz kırınım metodu,
Hanawalt Metodu,
İnci.

ÖZET

Renk, şekil ve boyutları birbirinden farklı dokuz adet inci örneğinin X-ışınları toz kırınım desenleri alındı. Bunların nitel analizleri Hanawalt metoduna göre XRD Evaluation programı kullanılarak yapıldı. Analiz sonucunda inci örneklerinde, aragonit (*kalsiyum karbonat*) [CaCO₃, PDF No: 41-1475], sezyum çinko fosfat [CsZnPO₄, PDF No: 45-0277], hidrazin hidrojen sülfid [N₂H₅HS, PDF No: 70-0922], hidrojen semikarbazid klorid [CO(NH₂)NHNH₃Cl, PDF No: 73-1381], nitrojen klorid [NCl₃, PDF No: 70-1610], sodyum hidrojen fosfat [Na₅H₂(PO₄) (P₂O₇), PDF No: 77-0096], fumarik asit [C₄H₄O₄, PDF No: 39-1838] ve kalsiyum fosfat [Ca₂P₂O₇, PDF No: 73-0440] maddeleri tespit edildi. Ayrıca, inci örneklerinde yer alan maddeler için örtüşme katsayıları hesaplandı.

Qualitative analysis of some pearl samples by X-ray powder diffraction method

ABSTRACT

Nine pearls samples different from each other as colours, shapes and sizes were taken X-ray powder diffraction patterns. Qualitative analysis of these patterns were performed by using XRD Evaluation programs according to the method of Hanawalt. According to the analysis result, aragonit (*calcium carbonate*) [CaCO₃, PDF No: 41-1475], cesium zinc phosphate [CsZnPO₄, PDF No: 45-0277], hydrazine hydrogen sulfite [N₂H₅HS, PDF No: 70-0922], hydrogen semikarbazid chloride [CO(NH₂)NHNH₃Cl, PDF No: 73-1381], nitrogen chloride [NCl₃, PDF No: 70-1610], sodium hydrogen phosphate [Na₅H₂(PO₄) (P₂O₇), PDF No: 77-0096], fumaric acid [C₄H₄O₄, PDF No: 39-1838] and calcium phosphate [Ca₂P₂O₇, PDF No: 73-0440] were found in pearls samples. Furthermore, the overlap coefficients were calculated for the substances contained in samples of pearl.

Keywords

Powder diffraction
method,
Hanawalt method,
Pearl

1. Giriş

İnci, bir istiridyenin güzel sedef tabakaları ile yabancı bir cisim kaplaması sonucu oluşan değerli organik bir taştır. İncinin sınıflandırılmasında en önemli faktör incinin rengidir. İnci beyazdan siyaha çeşitli renklere sahip olabilir. Bir incinin gövde rengi esas olarak sedefteki *conchiolin*'in içerdiği renk ajanı tarafından üretilir. Son yıllarda çoğu incinin ışınlama veya boyama ile yapay olarak renklendirildiğine dikkat etmek önemlidir. Çoğu düşük nitelikli kültür incileri değerlerini artırmak ve görünüşlerini geliştirmek için boyanır [1-7]. Boyalı incilerin yapay pigmentleri doğal olanlardan farklı olduklarından kolayca belirlenebilirler. Ancak bazı durumlarda bu zor olabilir. Boyalı siyah incileri belirlemek için, inci yüzeyine çok düşük konsantrasyonlu bir damla nitrik asit damlatılarak test yapılabilir [8].

Bu çalışmada, dokuz adet inci örneği X-ışınları toz kırınım difraktometresinde kırınım desenleri alınarak, Hanawalt metodu ile incilerin yapısına giren maddeler, yapıda yer aldıkları şekilde formül ve adları ile nitel olarak saptandı. Analiz işleminin güvenilirliği için Overlap (örtüşme) programı ile örtüşme katsayıları tespit edildi.

2. Gereç ve yöntem

İnci örnekleri, Zirkonyum Tungsten malzemeden yapılmış üç tane halkanın birbirine çarpması sonucu öğütme işlemini gerçekleştiren Herzog marka öğütücüde toz haline getirildi. Toz haline getirilen inci örneklerinin 40 kV, 40 mA çalışma şartlarında çalışan Bruker AXS Advance marka X-ışınları toz difraktometresinde, CuK_{α} radyasyonu ve grafit monokromatör kullanılarak sürekli tarama modunda $2\theta = 5 - 90^{\circ}$ aralığında toz kırınım desenleri alındı. Kırınım desenleri üzerinde $K\alpha_2$ ve background düzeltmeleri yapıldı. Daha sonra uygun pikler için d , I ve 2θ değerleri tayin edildi.

Hanawalt metoduna göre Eva bilgisayar programı kullanılarak inci içerisinde yer alan maddeler tespit edildi. Hanawalt metodunda nitel analiz için aşağıdaki adımlar uygulanır:

- 1) Uygun d_1 grubu belirlenir,
- 2) d_2' ye en uygun değer (yaklaşık $\pm 0.01 \text{ \AA}$ hata ile) bulunur,
- 3) d_1 , d_2 ve d_3 için en yakın uygunluk sağlanır (bağıl şiddetlerin de uyumlu olmasına bakılır),
- 4) Üç en şiddetli çizgi için uygunluk bulununca, ilgili PDF (*Powder Diffraction File*) kaydına ulaşılır ve gözlenen bütün çizgilerin d ve I/I_0 değerleri PDF kaydındakiyle karşılaştırılır. Tam uygunluk oluşunca bilinmeyen tayini tamamlanmış olur [9].

Ayrıca, Overlap programı ile örtüşme katsayıları hesaplanarak saptanan maddelerin atanmasındaki güvenilirlik katsayıları tespit edildi.

3. Sonuç ve tartışma

İnci-09 örneğinin X-ışınları toz kırınım deseni (Şekil 1) ve bu desenden yararlanılarak elde edilen analiz sonuçları (Tablo 1) görülmektedir.

örneğinin kırınım deseninde karşılığı bulunamayan 10. ve 14. sıradaki piklerin safsızlıktan kaynaklandığı düşünülmektedir.

Bu çalışmada ağırlıklı olarak aragonit (kalsiyum karbonat) ve hidrazin hidrojen sülfite rastlanmıştır. İnci örneklerinde tayin edilen maddeler Tablo 2 'de verilmiştir. Aragonit literatürde inci yapısını oluşturan madde olarak belirtilmişken, hidrazin hidrojen sülfite ile ilgili bir kayıt bulunmamıştır. İncilerden bazılarında ise selyum zink fosfat, hidrojen semikarbazid klorid, nitrojen klorid, sodyum hidrojen fosfat tespit edilmiştir. Gemi atıkları ve denizlerdeki kirlilikler inci oluşumunda daha önce rapor edilmeyen hidrazin hidrojen sülfite gibi fazların ortaya çıkmasına neden olmuş olabilir.

Kaynaklar

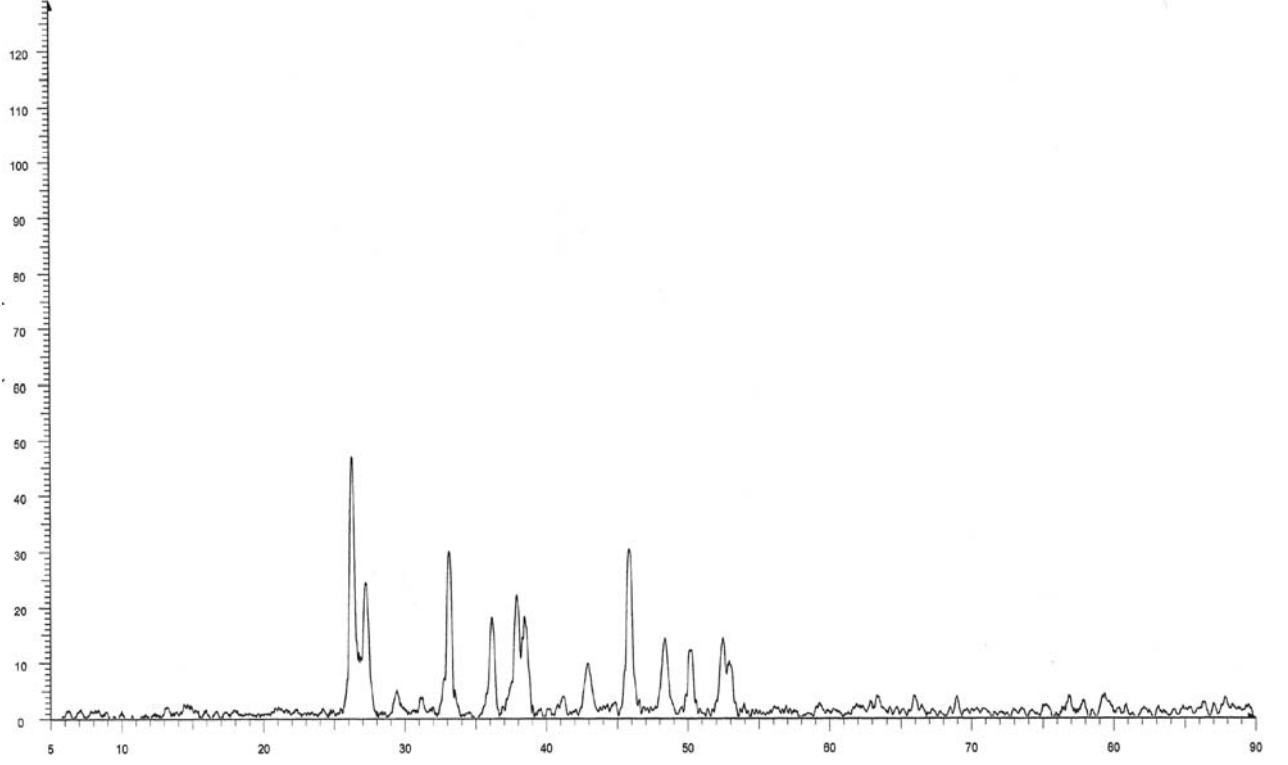
1. <http://www.pearl-guide.com>
2. Ward, F., Pearls. Gem Book Publishers, Bethesda, Md. A comprehensive illustrated book about types, selecting and caring for pearls, 1998.
3. Tan, T.L., Tay, T.S., Khairoman, S.K., Low, Y.C., Identification of an imitation of pearl by FTIR, EDXRF and SEM. Journal of Gemmology, 29, 316-324, 2005.
4. Matlin, A. L., The Pearl Book: The Definitive Buying Guide, 2nd Edition; Gemstone Press, Woodstock, Vermont, 1999.
5. Gervis, M. H., Sims, N. A., The biology and culture of pearl oysters (Bivalvia: teriidae). Overseas Dev. Admin. United Kingdom. London, 1992.
6. Kunz, G. F., Stevenson, C. H., The Book of the Pearl: The History, Art, Science and Industry of the Queen of Gems. Dover Publishers, 1993.
7. Landman, N. H., Mikkelsen, P. M., Bieler, R., Bronson, B., Pearls: A Natural History. Harry N. Abrams, Inc. in association with The American museum of Natural History, NY, 2001.
8. Thongnopkunkland, P., Ekgasit, S., Characterization of Dyed Pearls by FT-IR Spectroscopy and FT-Raman Spectroscopy, KMITL Sci. J. Vol.8 No.2 (Section B) July – December, 2008.
9. Cullity, B.D., X-Ray Diffraction, Addison-Wesley Publishing Company, Inc., London, 1967.

Tablo 1. İnci-09 örneğinin X-ışınları toz kırınım analiz sonucu.

Örnek		İnci-09					
PDF Kütük No		41-1475			70-922		
Saptanan Maddeler		Aragonit/Kalsiyum Karbonat			Hidrazin Hidrojen Sülfid		
Formül		CaCO ₃			N ₂ H ₅ HS		
Örneğin Toz Kırınım Desen Verileri		Ortorombik			Monoklinik		
Pik No	2θ(°)	d(Å)	I/I ₀ %	d(Å)	I/I ₀ %	d(Å)	I/I ₀ %
1	26.2128	3.39698	100.0	3.39635	100	3.41618	29
2	27.1863	3.27752	51.7	3.27418	50	3.28732	100
3	33.1058	2.70375	63.6	2.70185	60	2.72522	16
4	36.1009	2.48601	38.0	2.48092	40	2.49604	5
5	37.8872	2.3728	46.8	37.884	45		
6	38.4666	2.33839	38.3	2.34191	25	2.33390	2
7	42.9098	2.10597	20.4	2.10808	20	2.10375	6
8	45.8335	1.97821	64.2	1.97779	55	1.97779	2
9	48.3399	1.88133	29.9	1.88235	25	1.87289	1
10	50.1997	1.8159	25.3				
11	52.4592	1.74288	29.9	1.74298	25	1.73928	1
12	89.5398	1.09377	4.6	1.09489	1		
13	29.3969	3.03588	10.6			3.03632	74
14	31.1869	2.8656	8.6				
15	79.4474	1.20531	9.0	1.20577	4		
16	68.9829	1.36027	7.7	1.36397	2		
17	87.8465	1.11043	8.6	1.10883	2		
18	87.0893	1.11813	5.7	1.12558	2		
19	53.9058	1.69947	5.7	1.69818	2	1.69396	<1
20	52.942	1.72812	20.8	1.72900	12	1.72681	1
21	46.5394	1.94983	6.5	1.94955	1	1.94677	2
22	63.3376	1.46721	9.0	1.46705	4		
Örtüşme Katsayıları		0.997			0.821		

Tablo 2. İnci örneklerinde saptanan maddelerin listesi.

Örnekler	Saptanan maddeler	PDF No	Kristal Sistemi	Formül	Örtüşme Katsayısı
İnci-01	Aragonit (kalsiyum karbonat)	41-1475	Ortorombik	CaCO ₃	0.989
	Sezyum Zink Fosfat	45-0277	Monoklinik	CsZnPO ₄	0.892
İnci -02	Aragonit	41-1475	Ortorombik	CaCO ₃	0.989
	Hidrazin Hidrojen Sülfid	70-0922	Monoklinik	N ₂ H ₅ HS	0.900
İnci -03	Aragonit	41-1475	Ortorombik	CaCO ₃	0.996
	Hidrazin Hidrojen Sülfid	70-0922	Monoklinik	N ₂ H ₅ HS	0.857
İnci -04	Aragonit	41-1475	Ortorombik	CaCO ₃	0.942
	Hidrojensemikarbazid Klorid	73-1381	Ortorombik	CO(NH ₂)NHNH ₃ Cl	0.855
İnci -05	Aragonit	75-2230	Ortorombik	CaCO ₃	0.990
	Nitrojen Klorid	70-1610	Ortorombik	NCl ₃	0.929
	Sodyum Hidrojen Fosfat	77-0096	Triklinik	Na ₅ H ₂ (PO ₄)(P ₂ O ₇)	0.905
İnci -06	Aragonit	41-1475	Ortorombik	CaCO ₃	0.984
	Fumarik Asit	39-1838	Monoklinik	C ₄ H ₄ O ₄	0.880
	Kalsiyum Fosfat	73-0440	Monoklinik	Ca ₂ P ₂ O ₇	0.919
İnci -07	Aragonit	41-1475	Ortorombik	CaCO ₃	0.994
	Hidrazin Hidrojen Sülfid	70-0922	Monoklinik	N ₂ H ₅ HS	0.935
İnci -08	Aragonit	41-1475	Ortorombik	CaCO ₃	0.999
	Hidrazin Hidrojen Sülfid	70-0922	Monoklinik	N ₂ H ₅ HS	0.983
İnci -09	Aragonit	41-1475	Ortorombik	CaCO ₃	0.997
	Hidrazin Hidrojen Sülfid	70-0922	Monoklinik	N ₂ H ₅ HS	0.821



Şekil 1. İnci – 09 örneğinin X-ışınları toz kırınım deseni.