



## SODYUM BİKARBONAT'IN ( $\text{NaHCO}_3$ ) KRİSTAL YAPISININ X-IŞINLARI TOZ KIRINIM YÖNTEMİ İLE ARAŞTIRILMASI

Zeliha BAKTIR\*, Mehmet AKKURT

Erciyes Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, Kayseri

### ÖZET

Sodyum bikarbonat'ın X-ışınları toz kırınım deseni değerlendirilerek, kristal sistemi, birim hücre parametre değerleri belirlendi ve kırınım deseni indislendi. Analitik yöntem ile kristal sistem monoklinik,  $a = 7.46885 \text{ \AA}$ ,  $b = 9.68184 \text{ \AA}$ ,  $c = 3.47719 \text{ \AA}$ ,  $\beta = 93.476^\circ$  bulundu. Ayrıca üç bilgisayar programı kullanılarak monoklinik sistemde: DICVOL91 ile,  $a = 7.4770 (16) \text{ \AA}$ ,  $b = 9.6818 (12) \text{ \AA}$ ,  $c = 3.4794 (8) \text{ \AA}$ ,  $\beta = 93.420 (21)^\circ$ ; ITO ile,  $a = 7.4816 \text{ \AA}$ ,  $b = 9.6805 \text{ \AA}$ ,  $c = 3.4805 \text{ \AA}$ ,  $\beta = 93.460^\circ$ ; TREOR90 ile,  $a = 7.48 (10) \text{ \AA}$ ,  $b = 9.682 (8) \text{ \AA}$ ,  $c = 3.479 (4) \text{ \AA}$ ,  $\beta = 93.42 (1)^\circ$  olarak tayin edildi. Farklı şekillerde elde edilen sonuçların birbiri ile hata sınırları içinde uyumlu olduğu gözlemlendi.

**Anahtar Kelimeler:** X-ışını; Toz kırınım tekniği; Sodyum bikarbonat; Analitik yöntem; İndisleme.

## INVESTIGATION OF THE CRYSTAL STRUCTURE OF SODIUM BICARBONATE ( $\text{NaHCO}_3$ ) BY USING X-RAY POWDER DIFFRACTION METHOD

### ABSTRACT

X-ray powder diffraction pattern of sodium bicarbonate by evaluating, its crystal lattice and unit cell parameters were determined and its diffraction pattern was indexed. According to the results of the analytical method, crystal system is monoclinic and,  $a = 7.46885 \text{ \AA}$ ,  $b = 9.68184 \text{ \AA}$ ,  $c = 3.47719 \text{ \AA}$ ,  $\beta = 93.476^\circ$ . Obtained results with computer programs; for DICVOL91:  $a = 7.4770 (16) \text{ \AA}$ ,  $b = 9.6818 (12) \text{ \AA}$ ,  $c = 3.4794 (8) \text{ \AA}$ ,  $\beta = 93.420 (21)^\circ$ ; for ITO:  $a = 7.4816 \text{ \AA}$ ,  $b = 9.6805 \text{ \AA}$ ,  $c = 3.4805 \text{ \AA}$ ,  $\beta = 93.460^\circ$ ; for TREOR90:  $a = 7.47470 (1013) \text{ \AA}$ ,  $b = 9.68220 (770) \text{ \AA}$ ,  $c = 3.47934 (386) \text{ \AA}$ ,  $\beta = 93.424034 (13072)^\circ$ . The results obtained by the computer programs is agree with those of the analytical method within the error limits.

**Keywords:** X-ray; Powder diffraction method; Sodium bicarbonate; Analytical method; Indexing.

\*E- posta: [zelihabaktir@hotmail.com](mailto:zelihabaktir@hotmail.com)

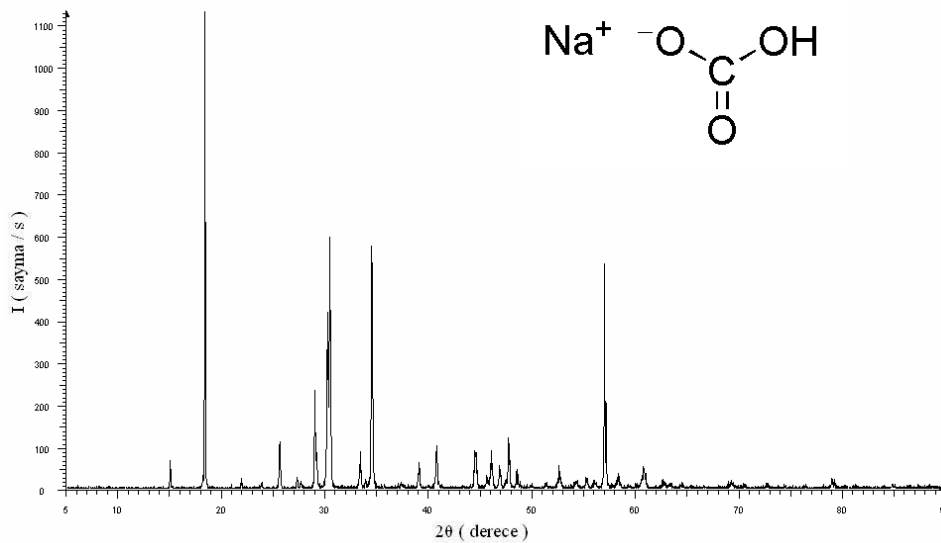
## 1. GİRİŞ

İncelediğimiz madde Sodyum bikarbonat ( $\text{NaHCO}_3$ ) 'tır. Maddeyi daha kolay elde edebilmek için günlük hayatta kullanılan numune seçtik. Sodyum bikarbonat yaygın bir şekilde kabartma tozu olarak kullanılır. Diş macununda kullanıldığında dişlerin daha beyaz görünmesini sağlar. Et suyu ve kahve lekelerini temizlemek için kullanılır, renkli kalem lekelerini kaldırır [1]. Bunların haricinde de birçok kullanım alanı vardır.

Bu çalışmada, Sodyum bikarbonat'ın kırınım desenindeki düzlemler arası uzaklık (d), yansıma açısı ( $2\theta$ ) ve şiddet (I) bilgileri kullanılarak kristal sisteminin indislenmesi ve örgü sabitlerinin (a, b, c,  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ ) belirlenmesi yapıldı. Bu işlem analitik metot ve DICVOL91, ITO ve TREOR90 bilgisayar programları ile yapılmıştır.

## 2. GEREÇ VE YÖNTEM

X-ışınları toz kırınım deneylerinde, numunelerin iyice öğütülmesi ve mümkün olduğu kadar küçük zerrelelere ayrılması gerekir. Sodyum bikarbonat bileşiği agat havanda öğütülerek toz haline getirildi ve toz kırınım deseni Bruker AxSD8 Advance marka X-ışınları toz difraktometresinde 40kV tüp voltajı ve 40mA tüp akımı çalışma şartlarında bakır hedefli bir tüpte Ni bir filtre kullanılarak  $\lambda = 1.540598\text{\AA}$  dalga boylu bakır radyasyonu ile elde edildi (Şekil 1). Başlangıç açısı  $2\theta = 5^\circ$  ve bitiş açısı  $2\theta = 90^\circ$  olarak ayarlandı. Kırınım desenindeki Bragg yansımalarının açılal konum ve bağıl şiddetleri belirlendi.



Şekil 1. Sodyum Bikarbonat'ın X-ışınları Toz Kırınım Deseni.

**Tablo1.**

Sodyum Bikarbonat İçin Toz Kırınım Deseni Verileri

| $2\theta^\circ$ | $d(\text{Å})$ | I    | % I/I <sub>0</sub> |
|-----------------|---------------|------|--------------------|
| 14,992          | 5,90459       | 59,2 | 5,7                |
| 18,341          | 4,83322       | 1032 | 100,0              |
| 21,872          | 4,06039       | 20,6 | 2,0                |
| 23,824          | 3,73190       | 8,51 | 0,8                |
| 25,583          | 3,47921       | 80,2 | 7,8                |
| 27,260          | 3,26887       | 26,5 | 2,6                |
| 27,640          | 3,22475       | 5,39 | 0,5                |
| 29,000          | 3,07650       | 215  | 20,8               |
| 29,178          | 3,05816       | 69,4 | 6,7                |
| 30,207          | 2,95630       | 255  | 24,7               |
| 30,460          | 2,93228       | 507  | 49,1               |
| 30,845          | 2,89654       | 9,48 | 0,9                |
| 33,354          | 2,68418       | 51,4 | 5,0                |
| 34,510          | 2,59690       | 498  | 48,3               |
| 39,061          | 2,30415       | 38,3 | 3,7                |
| 40,754          | 2,21227       | 67,0 | 6,5                |
| 44,530          | 2,03305       | 76,9 | 7,4                |
| 45,650          | 1,98574       | 25,5 | 2,5                |
| 46,076          | 1,96838       | 78,9 | 7,6                |
| 46,892          | 1,93598       | 30,9 | 3,0                |
| 47,762          | 1,90275       | 109  | 10,6               |
| 48,549          | 1,87372       | 44,4 | 4,3                |
| 49,623          | 1,83565       | 10,6 | 1,0                |
| 49,955          | 1,82423       | 7,08 | 0,7                |
| 51,318          | 1,77904       | 10,4 | 1,0                |
| 52,649          | 1,73704       | 32,7 | 3,2                |
| 54,205          | 1,69081       | 14,6 | 1,4                |
| 54,301          | 1,68803       | 12,6 | 1,2                |

| $2\theta^\circ$ | $d(\text{Å})$ | I    | % $I/I_0$ |
|-----------------|---------------|------|-----------|
| 55,281          | 1,66041       | 26,2 | 2,5       |
| 56,036          | 1,63981       | 16,5 | 1,6       |
| 57,056          | 1,61289       | 523  | 50,7      |
| 58,380          | 1,57943       | 11,3 | 1,1       |
| 60,060          | 1,53920       | 11,7 | 1,1       |
| 60,640          | 1,52586       | 15,8 | 1,5       |
| 60,860          | 1,52087       | 35,8 | 3,5       |
| 62,663          | 1,48139       | 23,3 | 2,3       |
| 64,446          | 1,44423       | 7,52 | 0,7       |
| 68,141          | 1,37501       | 11,8 | 1,1       |
| 69,004          | 1,35991       | 17,2 | 1,7       |
| 69,339          | 1,35415       | 19,4 | 1,9       |
| 69,768          | 1,34687       | 9,69 | 0,9       |
| 70,548          | 1,33388       | 12,9 | 1,3       |
| 72,763          | 1,29864       | 10,8 | 1,0       |
| 78,281          | 1,22033       | 8,61 | 0,8       |
| 79,068          | 1,21023       | 20,6 | 2,0       |
| 79,346          | 1,20661       | 8,98 | 0,9       |
| 83,990          | 1,15131       | 5,24 | 0,5       |
| 84,921          | 1,14104       | 5,31 | 0,5       |
| 87,475          | 1,11419       | 5,38 | 0,5       |
| 88,503          | 1,10388       | 7,54 | 0,7       |

Bir cismin toz kırınım deseni onun karakteristiğidir ve cismi tanıtan bir tür parmak izi gibidir. [Tablo 1](#)' de bu desene ait  $d$ ,  $2\theta$ ,  $I$  ve %  $I/I_0$  verileri verilmiştir. Kırınım deseni üzerinde background,  $K_{\alpha 2}$  gibi düzeltmeler Bruker difraktometrenin paket programı olan Eva yardımıyla yapıldı. Bu programla  $d$ ,  $2\theta$ ,  $I$  ve %  $I/I_0$  değerleri tayin edildi ve bunlar analitik ve bilgisayar programları ile yapılan işlemlerde kullanıldı.

### 3. BULGULAR

Analitik metotta, numunenin toz kırınım deseni verileri üzerine çeşitli testler yapılır. Bilindiği gibi yedi kristal sistemi mevcuttur. Her bir kristal sistemi için  $d$  düzlemler arası uzaklığı ile  $hkl$  Miller indisleri

arasındaki bağıntılar birbirinden farklıdır. Bu bağıntılar Bragg Kanunu'nda yerine yazılırsa, her bir kristal sistemi için  $\sin\theta$  değerleri ile  $hkl$  Miller indislerini birbirine bağlayan karakteristik bağıntılar elde edilir. Bu bağıntıları kırınım desenine uygulayarak numunenin kristal sistemi tayin edilebilir. Analitik metot ile işlemlere simetrisi en yüksek olan kübik sisteminden başlanır ve daha düşük simetrik sistemlere doğru gidilerek, numunenin kırınım deseninin değerlendirilmesi yapılır [2].

### 3.1. Analitik İşlem

#### 3.1.1. Kübik Test

Bir kübik kristalde düzlemler arası uzaklık ile hücre kenarı arasındaki ilişki,

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (1)$$

olarak verilir. Bragg kanununda  $d_{hkl}$  'yi yerine koyarsak,

$$2d \sin^2 \theta_{hkl} = \lambda \quad (2)$$

ve gerekli işlemleri yaparsak,

$$\sin^2 \theta_{hkl} = A (h^2 + k^2 + l^2) \quad (3)$$

olur. Burada  $A = \frac{\lambda^2}{4a^2}$  şeklinde ifade edilir [2]. Burada  $\sin^2 \theta$  değerleri kübik sistem için  $h^2 + k^2 + l^2$  'nin alabileceği değerlere bölünerek kübik test tablosu oluşturulmuştur. Bu tablo üzerinde sütunlar arasında eğer ortak bir A değeri bulabilirsek Sodyum bikarbonat'ın kübik yapıya sahip olup olmadığını anlayabiliriz. Ancak Sodyum bikarbonat için kübik test tablosu incelendiğinde böyle ortak bir A değerini göremediğimiz için numunenin kübik kristal sistemine sahip olmadığı sonucuna vardık.

#### 3.1.2. Tetragonal Test

Tetragonal sistem için düzlemler arası uzaklık,

$$d^2_{hkl} = \frac{1}{\frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}} \quad (4)$$

şeklinde verilmiştir [3]. Bu ifadeyi Bragg kanununda yerine koyarsak,

$$\sin^2 \theta_{hkl} = A(h^2 + k^2) + Cl^2 \quad (5)$$

olur.  $\frac{\lambda^2}{4a^2} = A$  ve  $\frac{\lambda^2}{4c^2} = C$  olarak tanımlanır. Numunenin tetragonal sistemde olup olmadığını anlamak için yapılacak işlem h, k ve l'nin tamsayı değerleriyle gözlenen  $\sin^2 \theta_{hkl}$  değerlerini kullanarak A ve C değerlerini bulmaktır. l'nin sıfır olduğu  $hk0$  düzlemleri için yukarıdaki (5) eşitliği,

$$\sin^2 \theta_{hk0} = A(h^2 + k^2) \quad (6)$$

ifadesine indirgenir. Kırınım deseni verilerinden yararlanarak,  $\sin^2 \theta_{hkl}$  değerlerinin birbirlerine oranlarından oluşan bir tablo hazırlayabiliriz. Eğer, bu tabloda 2 oranında tekrar eden bir tamsayı değerleri bulabilirsek sistemin tetragonal olduğunu düşünebiliriz. Ancak tablo incelendiğinde belli bazı oranların olmadığı görülmektedir bundan dolayı Sodyum bikarbonat'ın tetragonal yapıya sahip olmadığı sonucuna vardık.

### 3.1.3. Hekzagonal Test

Hekzagonal sistem için düzlemler arası uzaklık,

$$\frac{1}{d^2_{hkl}} = \frac{4}{3} \left( \frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2} \quad (7)$$

ifadesiyle verilir. Bragg kanununda yerine konulursa,

$$\sin^2 \theta = A(h^2 + hk + k^2) + Cl^2 \quad (8)$$

olur ki burada  $\frac{\lambda^2}{3a^2} = A$  ve  $\frac{\lambda^2}{4c^2} = C$  olarak alınır. Bu ifadeyi bir numunenin toz kırınım desenine uygulayarak o numunenin hekzagonal yapıya sahip olup olmadığını anlayabiliriz. (8) eşitliğinde eğer  $l$  indisi sıfır seçilirse,

$$\sin^2 \theta_{hk0} = A(h^2 + hk + k^2) \quad (9)$$

olur. Burada üç oranında tekrar eden sayı aranır. Bu oran başka herhangi bir sistem için bir ihtimal dışında oluşmaz. Kübik birim hücre düşünülmezse ve pikler arasında üç oranı mevcut ise, simetrinin hekzagonal olduğu oldukça açıktır [2]. Sodyum bikarbonat 'ın oran tablosuna baktığımızda ise bu oranlardan hiçbirinin olmadığını gördük. Böylece Sodyum bikarbonat 'ın hekzagonal yapıya sahip olmadığını belirledik.

#### 3.1.4. Rombohedral Test

Rombohedral sistem için düzlemler arası uzaklık,

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

Rombohedral Miller indisleri ve hekzagonal indisler arasındaki ilişkiler, rombohedral hücre sabitleri ve hekzagonal hücre sabitleri arasındaki bağıntıları göz önüne alarak rombohedral sistem için  $d$  düzlemler arası uzaklık ifadesi Bragg kanununda yerine konulursa,

$$\sin^2 \theta_{pqr} = \frac{\lambda^2}{4} \left[ \frac{\cos^2 \alpha / 2}{a^2 \sin \alpha / 2 \cdot \sin 3\alpha / 2} \right] \cdot \left\{ (p^2 + q^2 + r^2) - \left[ (1 - \tan^2 \alpha / 2)(pq + qr + pr) \right] \right\}$$

olur. Sodyum bikarbonat için yukarıda yapılan işlemlerde hekzagonal yapıya uyan bir orana rastlanamamıştır. Buna göre sistem rombohedral da olamaz

### 3.1.5. Ortorombik Test

Ortorombik sistemde düzlemler arası uzaklık,

$$\frac{1}{d_{hkl}} = \sqrt{\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}} \quad (10)$$

Benzer şekilde Bragg eşitliğinden yararlanarak,

$$\sin^2 \theta_{hkl} = h^2 A + k^2 B + l^2 C \quad (11)$$

yazılabilir. Burada;  $A = \frac{\lambda^2}{4a^2}$ ,  $B = \frac{\lambda^2}{4b^2}$ ,  $C = \frac{\lambda^2}{4c^2}$  olur. Öncelikle kırınım desenleri arasında olabilecek tüm farklar için bir fark tablosu hazırlanmıştır (Tablo 2). Tablonun ilk sütununda, birinci  $\sin^2 \theta_{hkl}$  değerinin diğer bütün  $\sin^2 \theta_{hkl}$  değerlerinden farkı belirtilmiştir. İkinci sütunda ise bu sefer ikinci  $\sin^2 \theta_{hkl}$  sayısının, diğer  $\sin^2 \theta_{hkl}$  değerlerinden farkı verilmiştir. Tablo bu şekilde devam etmektedir. Fark tablosundan yararlanarak Lipson grafiği çizilmiştir. Buna göre en çok tekrar eden farklar için de bir tablo oluşturulmuştur. Ortorombik testte birinci olarak en yüksek oranda olan farkı  $\sin^2 \theta_{100}$  olarak belirleriz. İkinci dikkat etmemiz gereken nokta ise seçtiğimiz  $\sin^2 \theta_{100}$  değerinin, gözlenmiş  $\sin^2 \theta_{hkl}$  değerinin en küçüğü olan değerden çok büyük olmaması gerektiğidir [3]. Yaptığımız işlemlerle pikleri indisleyemediğimiz için numunemizin ortorombik yapıda olmadığı sonucuna vardık.

### 3.1.6. Monoklinik Test

Monoklinik kristal sistemine sahip sistemler için yüzeyler arası ilişki,

$$d_{hkl} = \frac{1}{\sqrt{\frac{h^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} + \frac{2hl}{ac} \cos \beta} + \frac{k^2}{b^2}} \quad (12)$$

olarak verilir.  $hkl$  ve  $hk\bar{l}$  düzlemleri için eşitlikler:

$$\sin^2 \theta_{hkl} = q_{hkl} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 - Dhl \quad (13)$$



$$\sin^2 \theta_{h\bar{k}l} = q_{h\bar{k}l} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 + Dh \quad (14)$$

(14) ve (13) eşitlikleri taraf tarafa çıkarılırsa,

$$q_{h\bar{k}l} - q_{hkl} = 2Dhl \quad (15)$$

1:2:3:4:5 vs. oranlarında tekrar eden farklılıklar için, ortorombik sistem için hazırlanan fark tablosu gibi bir tablo hazırlamaktır. Bu oranların önemi  $h \mid 1, 2, 3, 4, 5$  vs. değerleri olduğunda  $q_{h\bar{k}l} - q_{hkl} = 2Dhl$  nin fark değerleri genel ifadeden görülecek. Farklı diziler bu oranlarda bulunursa, 2D için bir değer mümkündür ve bunun sonucu D bulunabilir. Sodyum bikarbonat için yapılan fark tablosu (Tablo 2) incelendiği zaman 0.00556 fark değerinin 1, 2, 3, 4, 5 katının olduğu bulundu. Buna göre numunemiz monoklinik kristal sistemine sahip olabilir. (15) ifadesinden yararlanarak indislemeye çalışalım.

$k = 0$  düzlemleri için,

$$q_{10\bar{1}} - q_{101} = 2Dhl = 0.00556$$

denklemi kurulabilir. Bu ifadeye göre  $D = 0.00278$  değerine karşılık gelir. A sabitinin değeri için,

$$q_{100} = A = 0.01701$$

dersek, bu durumda,

$$q_{101} = A + C - D$$

$$0.02539 = 0.01701 + C - 0.00278$$

$$C = 0.01116$$

Bulunan bu değerle A ve B doğru elde edilememiştir ve pikler indislenemediği için yaptığımız kabuller yanlıştır.

$k = 1$  düzlemleri için C, A, B sabit değerlerini bulmaya çalışalım.

$$q_{11\bar{1}} - q_{111} = 2Dhl = 0.00556$$

denklemini kurarsak, burada D değeri yine 0.00278 olacaktır.

$$q_{110} = A + B = 0.01701$$

olduğunu varsayalım,

$$q_{11\bar{1}} = A + B + C + D$$

$$0.06900 = 0.01701 + C + 0.00278$$

$$C = 0.04921$$

bulduğumuz bu değerlerden yararlanarak,

$$q_{121} = A + 4B + C - D$$

$$q_{120} = A + 4B$$

$$q_{121} - q_{120} = A + 4B + C - D - A - 4B$$

$$= C - D$$

$$= 0.04921 - 0.00278$$

$$q_{121} - q_{120} = 0.04643$$

bu fark değeri 13. pik ile 3. pik arasında 0.00007 hatayla vardır. O zaman,

$$q_{120} = 0.03599$$

$q_{120}$  ve  $q_{110}$  yansımalarını kullanırsak,

$$q_{120} = A + 4B = 0.03599$$

$$q_{110} = A + B = 0.01701$$

yukarıdaki denklemleri kullanarak yaptığımız işlemler sonucunda  $A = 0.01068$  değerine ve  $B = 0.00633$  değerine karşılık geldiği bulundu, bu sonuçlar kullanılarak yaptığımız seçimlerle piklerimizi indisleyebildik. Numunemizin monoklinik kristal sistemine sahip olduğunu söyleyebiliriz.

$$A = \frac{\lambda^2}{4a^2 \sin^2 \beta}, \quad B = \frac{\lambda^2}{4b^2}, \quad C = \frac{\lambda^2}{4c^2 \sin^2 \beta}, \quad D = \frac{\lambda^2 \cos \beta}{2ac \sin^2 \beta}, \quad \cos \beta = \frac{D}{2\sqrt{AC}}$$

Denklemlerini kullanarak, analitik metotta yaptığımız işlemler sonucunda kristal sistemi monoklinik ve birim hücre parametreleri  $a = 7.46885 \text{ \AA}$ ,  $b = 9.68184 \text{ \AA}$ ,  $c = 3.47719 \text{ \AA}$   $\beta = 93.476^\circ$  olarak hesaplandı.

### **3.1.7. Triklinik Sistem**

Triklinik sistem simetrisi en düşük olan yapıdır. Kristal sistemimizin monoklinik yapıya sahip olduğunu tespit ettiğimiz için bu testi yapmaya gerek duymadık.

## **3.2. Bilgisayar Programlarının Kullanılması**

### **3.2.1. TREOR90**

TREOR90 programı deneme yanılma mantığı ile çalışır [4]. Bütün testler için cevap verebilecek bir yöntemdir [5]. TREOR90 bilgisayar programının giriş dosyası (isim.dat) yazarın belirttiği formatlarda oluşturulur. Program çıkış dosyasını (isim.imp) ve özet dosyasını (özet.con) otomatik olarak yapar. ITO ve DICVOL91 programlarında da bu kural geçerlidir. TREOR90 programında figure of merit sayısının yüksek olması gereklidir. Aynı şekilde diğer iki programda da bu istenir. Bilgisayar programını yazan programcı kullanıcının program tarafından yapmasını istediği işlemleri, CHOICE gibi bazı anahtar kelimelere kod vererek ayırt etmiştir [2].

### **3.2.2. ITO**

ITO düşük simetrlili numuneleri indisleme için son derece etkilidir [6]. ITO için 35 çizgi idealdir. Çizgilerin minimum sayısı 20'dir. Maksimum da bir sınırlama yoktur, ancak program sadece 40 piki kullanır.  $2\theta$ ,  $\theta$  değerleri artan  $d$  değerleri azalan düzende olmalıdır [7].

### **3.2.3. DICVOL91**

Program ikiye ayrılma(dichotomy) yöntemiyle çalışır. DICVOL91 'in stratejisi  $n$  boyutlu uzayda çözümler bulmaktır.  $n$  bilinmeyen hücre parametrelerinin sayısıdır [8]. DICVOL91 bilgisayar programıyla toz difraksiyon desenleri otomatik olarak indislenebilir. Kristal sistemlerini; kübik, tetragonal, hekzagonal, ortorombik, monoklinik ve triklinik sırasına göre inceler. Fakat indisleme işleminin daha sağlıklı olması için ilk aşamada yüksek simetriden ortorombik sisteme kadar, ikinci aşamada yalnızca monoklinik, üçüncü aşamada ise triklinik testin programa yaptırılması tavsiye edilmiştir [9].



Tablo 2. Sodyum Bikarbonat İçin Fark Tablosu (devam)

| No: | $\sin^2\theta$ | 27      | 28      | 29      | 30      | 31      | 32      | 33      | 34      | 35      | 36      | 37      | 38      | 39      | 40      | 41      | 42      | 43      | 44      | 45      | 46      | 47       | 48      | 49      |  |
|-----|----------------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|----------|---------|---------|--|
| 1   | 0,01701        |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 2   | 0,02540        |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 3   | 0,03599        |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 4   | 0,04260        |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 5   | 0,04901        |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 6   | 0,05553        |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 7   | 0,05706        |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 8   | 0,06269        |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 9   | 0,06344        |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 10  | 0,06789        |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 11  | 0,06900        |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 12  | 0,07072        |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 13  | 0,08235        |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 14  | 0,08798        |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 15  | 0,11176        |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 16  | 0,12124        |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 17  | 0,14355        |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 18  | 0,15048        |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 19  | 0,15314        |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 20  | 0,15831        |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 21  | 0,16389        |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 22  | 0,16901        |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 23  | 0,17609        |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 24  | 0,17830        |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 25  | 0,18750        |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 26  | 0,19665        |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 27  | 0,20755        |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 28  | 0,20823        | 0,00068 |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 29  | 0,21522        | 0,00767 | 0,00699 |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 30  | 0,22066        | 0,01311 | 0,01243 | 0,00544 |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 31  | 0,22809        | 0,02054 | 0,01986 | 0,01287 | 0,00743 |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 32  | 0,23785        | 0,0303  | 0,02962 | 0,02263 | 0,01719 | 0,00976 |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 33  | 0,25045        | 0,0429  | 0,04222 | 0,03523 | 0,02979 | 0,02236 | 0,0126  |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 34  | 0,25485        | 0,0473  | 0,04662 | 0,03963 | 0,03419 | 0,02676 | 0,017   | 0,0044  |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 35  | 0,25652        | 0,04897 | 0,04829 | 0,0413  | 0,03586 | 0,02843 | 0,01867 | 0,00607 | 0,00167 |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 36  | 0,27038        | 0,06283 | 0,06215 | 0,05516 | 0,04972 | 0,04229 | 0,03253 | 0,01993 | 0,01553 | 0,01386 |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 37  | 0,28447        | 0,07692 | 0,07624 | 0,06925 | 0,06381 | 0,05638 | 0,04662 | 0,03402 | 0,02962 | 0,02795 | 0,01409 |         |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 38  | 0,31383        | 0,10628 | 0,1056  | 0,09861 | 0,09317 | 0,08574 | 0,07598 | 0,06338 | 0,05898 | 0,05731 | 0,04345 | 0,02936 |         |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 39  | 0,32084        | 0,11329 | 0,11261 | 0,10562 | 0,10018 | 0,09275 | 0,08299 | 0,07039 | 0,06599 | 0,06432 | 0,05046 | 0,03637 | 0,00701 |         |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 40  | 0,32358        | 0,11603 | 0,11535 | 0,10836 | 0,10292 | 0,09549 | 0,08573 | 0,07313 | 0,06873 | 0,06706 | 0,0532  | 0,03911 | 0,00975 | 0,00274 |         |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 41  | 0,32709        | 0,11954 | 0,11886 | 0,11187 | 0,10643 | 0,099   | 0,08924 | 0,07664 | 0,07224 | 0,07057 | 0,05671 | 0,04262 | 0,01326 | 0,00625 | 0,00351 |         |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 42  | 0,33349        | 0,12594 | 0,12526 | 0,11827 | 0,11283 | 0,1054  | 0,09564 | 0,08304 | 0,07864 | 0,07697 | 0,06311 | 0,04902 | 0,01966 | 0,01265 | 0,00991 | 0,0064  |         |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 43  | 0,35183        | 0,14428 | 0,1436  | 0,13661 | 0,13117 | 0,12374 | 0,11398 | 0,10138 | 0,09698 | 0,09531 | 0,08145 | 0,06736 | 0,038   | 0,03099 | 0,02825 | 0,02474 | 0,01834 |         |         |         |         |          |         |         |  |
| 44  | 0,39844        | 0,19089 | 0,19021 | 0,18322 | 0,17778 | 0,17035 | 0,16059 | 0,14799 | 0,14359 | 0,14192 | 0,12806 | 0,11397 | 0,08461 | 0,0776  | 0,07486 | 0,07135 | 0,06495 | 0,04661 |         |         |         |          |         |         |  |
| 45  | 0,40517        | 0,19762 | 0,19694 | 0,18995 | 0,18451 | 0,17708 | 0,16732 | 0,15472 | 0,15032 | 0,14865 | 0,13479 | 0,1207  | 0,09134 | 0,08433 | 0,08159 | 0,07808 | 0,07168 | 0,05334 | 0,00673 |         |         |          |         |         |  |
| 46  | 0,40755        | 0,2     | 0,19932 | 0,19233 | 0,18689 | 0,17946 | 0,1697  | 0,1571  | 0,1527  | 0,15103 | 0,13717 | 0,12308 | 0,09372 | 0,08671 | 0,08397 | 0,08046 | 0,08397 | 0,08046 | 0,07406 | 0,00238 |         |          |         |         |  |
| 47  | 0,44764        | 0,24009 | 0,23941 | 0,23242 | 0,22698 | 0,21955 | 0,20979 | 0,19719 | 0,19279 | 0,19112 | 0,17726 | 0,16317 | 0,13381 | 0,1268  | 0,12406 | 0,12055 | 0,11415 | 0,09581 | 0,0492  | 0,04247 | 0,04009 |          |         |         |  |
| 48  | 0,44573        | 0,23818 | 0,2375  | 0,23051 | 0,22507 | 0,21764 | 0,20788 | 0,19528 | 0,19088 | 0,18921 | 0,17535 | 0,16126 | 0,1319  | 0,12489 | 0,12215 | 0,11864 | 0,11224 | 0,0939  | 0,04729 | 0,04056 | 0,03818 | -0,00191 |         |         |  |
| 49  | 0,47797        | 0,27042 | 0,26974 | 0,26275 | 0,25731 | 0,24988 | 0,24012 | 0,22752 | 0,22312 | 0,22145 | 0,20759 | 0,1935  | 0,16414 | 0,15713 | 0,15439 | 0,15088 | 0,14448 | 0,12614 | 0,07953 | 0,0728  | 0,07042 | 0,03033  | 0,03224 |         |  |
| 50  | 0,48694        | 0,27939 | 0,27871 | 0,27172 | 0,26628 | 0,25885 | 0,24909 | 0,23649 | 0,23209 | 0,23042 | 0,21656 | 0,20247 | 0,17311 | 0,1661  | 0,16336 | 0,15985 | 0,15345 | 0,13511 | 0,0885  | 0,08177 | 0,07939 | 0,0393   | 0,04121 | 0,00897 |  |

#### 4. TARTIŞMA VE SONUÇ

Sodyum bikarbonat'ın kristal sistemi ve birim hücre parametreleri analitik metot ve DICVOL91, ITO, TREOR90 bilgisayar programları ile tayin edildi. Bütün yöntemler için kristal sistem monoklinik olarak belirlendi. Birim hücre parametre değerleri: analitik metot ile,  $a = 7.46885 \text{ \AA}$ ,  $b = 9.68184 \text{ \AA}$ ,  $c = 3.47719 \text{ \AA}$ ,  $\beta = 93.476^\circ$ ; DICVOL91 ile,  $a = 7.4770 (16) \text{ \AA}$ ,  $b = 9.6818 (12) \text{ \AA}$ ,  $c = 3.4794 (8) \text{ \AA}$ ,  $\beta = 93.420 (21)^\circ$ ; ITO ile,  $a = 7.4816 \text{ \AA}$ ,  $b = 9.6805 \text{ \AA}$ ,  $c = 3.4805 \text{ \AA}$ ,  $\beta = 93.460^\circ$ ; TREOR90 ile,  $a = 7.47470 (1013) \text{ \AA}$ ,  $b = 9.68220 (770) \text{ \AA}$ ,  $c = 3.47934 (386) \text{ \AA}$ ,  $\beta = 93.424034 (13072)^\circ$  bulundu. Bu sonuçlar kendi içlerinde oldukça iyi bir uyum göstermektedir. Aynı zamanda, Sass ve ark. (1962) [10] tarafından yapılan tek kristal çalışma sonuçları [ $a = 3.51 \pm 0.01 \text{ \AA}$ ,  $b = 9.71 \pm 0.01 \text{ \AA}$ ,  $c = 8.05 \pm 0.01 \text{ \AA}$ ,  $\beta = 111^\circ 51'$ ] ile karşılaştırıldıklarında, hata sınırları içinde yine uyumlu oldukları gözlemlendi. Küçük farkların tek kristal yönteminde toz kristal yöntemine göre daha fazla yansıma olması ve parametre değerlerinin daha hassas saptanabilmesinden kaynaklandığını söyleyebiliriz.

#### KAYNAKLAR

1. [http://en.wikipedia.org/wiki/Sodium\\_bicarbonate](http://en.wikipedia.org/wiki/Sodium_bicarbonate)
2. R. W. M. D'Eye, E. Wait, X-ray Powder Photography in Inorganic Chemistry, Butterworths Scientific Publication, (1960).
3. L. V. Azaroff, M.J. Buerger, The Powder Method in X-ray Crystaography, McGraw –Hill book Company, (1958).
4. P. E. Werner, Z. Kristallogr. 120 (1964) 375.
5. P. E. Werner, L. Eriksson, M. Westdahl, J. Appl. Cryst.18 (1985) 108.
6. P. M. De Wollf. Acta Cryst. 10 (1957) 590.
7. J. W. Visser, J.Appl. Cryst. 2 (1969) 89.
8. D. Louer, R. Vargas, J.Appl.Cryst.15 (1982) 542.
9. D. Louer, DICVOL91, Instruction Manual, Laboratoire de Cristalochimie Universite, France, (1992).
10. R. L. Sass, R. F. Scheuerman. Acta Cryst. 15 (1962) 77.