

## 1- $\alpha$ -D-GLÜKOPİRANOZ-2- $\beta$ -FRUKTOFURANOSİD'İN KRİSTALVERİLERİ (\*)

Sema ÖZTÜRK<sup>1</sup>, Mehmet AKKURT, Hüseyin SOYLU<sup>2</sup>

Erciyes Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, 38039 Kayseri

### ÖZET

Bu çalışma  $C_{12}H_{22}O_{11}$ 'in x-ışınları difraksiyon tekniklerinden Buerger presesyon tekniği ile tabaka filmleri çekildi. Tabaka filmlerinden kristal sistemi, birim hücre parametreleri sönüm şartları, birim hücredeki molekül sayısı ve uzay grubu saptandı.

Kristal verileri:  $M = 342.30$  amü monoklinik,  $a = 7.762 \pm 0.023$  Å,  $b = 10.825 \pm 0.028$  Å,  $c = 8.750 \pm 0.037$  Å,  $\alpha = \gamma = 90^\circ$ ,  $\beta = (103.30 \pm 0.03)^\circ$ ,  $V = 717.272$  Å<sup>3</sup>,  $P2_1$  (No:4),  $d_x = 1.5805$  g.cm<sup>-3</sup>,  $d_{010} = 1.579$  g.cm<sup>-3</sup>,  $Z = 2$ ,  $\lambda(\text{MoK}\alpha) = 0.7107$  Å,  $\mu = 1.465$  cm<sup>-1</sup>,  $T = 273^\circ$  K.

### CRYSTAL DATA OF 1- $\alpha$ -D-GLUCOPYRANOSE-2- $\beta$ -FRUCTOFURANOSIDE

#### SUMMARY

In this study, the layer films of  $C_{12}H_{22}O_{11}$  were taken by the Buerger precession method which is one of the techniques of x-ray diffraction. From the layer films, crystal system, cell-parameters, systematic absences, molecule numbers in unit cell and space group were determined.

Crystal data:  $M = 342.30$  amu, monoclinic,  $a = 7.762 \pm 0.023$  Å,  $b = 10.825 \pm 0.028$  Å,  $c = 8.750 \pm 0.037$  Å,  $\alpha = \gamma = 90^\circ$ ,  $\beta = (103.30 \pm 0.03)^\circ$ ,  $V = 717.272$  Å<sup>3</sup>,  $P2_1$  (No:4),  $d_x = 1.5805$  g.cm<sup>-3</sup>,  $d_m = 1.579$  g.cm<sup>-3</sup>,  $Z = 2$ ,  $\lambda(\text{MoK}\alpha) = 0.7107$  Å,  $\mu = 1.465$  cm<sup>-1</sup>,  $T = 273^\circ$  K.

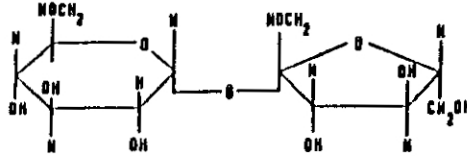
### GİRİŞ

Organik bir madde olan  $C_{12}H_{22}O_{11}$ , Kamış şekeri ya da pancar şekeri (sucrose) olarak da adlandırılır. En tanınmış disakkarit olup, kristal formda kullanılan tek besin maddesidir [1]. Sakkaroz ön planda besin maddesi olarak kullanılmakla birlikte sanayide geniş kullanım alanı vardır. Örneğin, A.B.D.'de tütün terbiyesinde % 25'lik sakkaroz çözeltisi kullanılmaktadır. Ayrıca bazı asitlerle oluşturduğu esterler, lak sanayiinde oldukça önemli bir yere sahiptir [2]. Bazı asitlerle muamelesi sonucunda elde edilen üründe sertlik artmakta, fakat elastikiyeti de azalmamaktadır. Büyük moleküllü yağ asitleri ile oluşturduğu esterleri de yüzey aktif maddeler olarak kullanılmaktadır [3-6]. Molekülün açık formülü Şekil.1'de gösterilmiştir.

(\*) Bu çalışma Erciyes Üniversitesi Araştırma Fonu'na desteklenmiştir.

<sup>1</sup> Erciyes Üniversitesi, Tıp Fakültesi, Radyodiagnostik Anabilim Dalı, 38039 Kayseri

<sup>2</sup> Gazi Üniversitesi, Eğitim Fakültesi, Fen Bilimleri Eğitimi Bölümü, Fizik Eğitimi Anabilim Dalı, Ankara



Şekil.1  $C_{12}H_{22}O_{11}$  molekülünün açık formülü.

Bu çalışmada, x-ışınları tek kristal difraksiyon metodlarından Buerger presesyon tekniği kullanılarak elde edilen tabaka filmlerinden kristal sistemi birim hücre parametreleri, sönüm şartları ve uzay grubu tayin edildi.

Bu çalışmada Delft Enraf-Nonius, Diffractis 583 model x-ışınları jeneratörü ile aynı marka entegre presesyon kamerasında 45 kV ve 20 mA şartlarında çalışıldı. Fine-focus molibden tüpünden elde edilen radyasyon kullanıldı. Filmler üzerindeki ölçümler 1/100 mm duyarlılık Enraf-Nonius Delft marka mikrodensitometrede yapıldı.

#### Buerger Presesyon Metodu İle Çalışmalar

Buerger tarafından bulunup geliştirilen bu metod ile ters örgü tabakaları bir faktörle büyütülerek, film üzerine kaydedilir. Böyle bir film üzerindeki difraksiyon deseninde, ters örgünün geometrisi tam olarak görülür. Bu nedenle birim hücrenin seçimi ve boyutlarının ölçülmesi, uzay grubunun tayini, yansımaların indislenmesi diğer metodlara kıyasla Buerger presesyon metodunda daha kolay olur [7-17].

Sıfıncı tabaka fotoğrafında kristalin filme olan uzaklığına "büyütme faktörü" denir. Bu çalışmada büyütmeye faktörü  $F = 60$  mm olan bir kamera kullanıldı [18]. Presesyon açısı bütün tabakaları için ( $\mu = 20^\circ$ ) alındı. Mikrodensitometre ile ölçülen (h0l) filminde  $a^*$  ters örgü eksenini doğrultusunda ve buna paralel doğrultularda değişik aralıklar için ölçülen uzaklıklardan  $a$  ve  $c$  eksenleri  $a = 7.762 \pm 0.056 \text{ \AA}$ ,  $c = 8.750 \pm 0.018 \text{ \AA}$  olarak hesaplandı. (0kl) filminde  $b^*$  eksenini doğrultusunda ölçülen değerlerden  $b = 10.825 \pm 0.036 \text{ \AA}$  bulundu. Örgü eksenleri arasındaki açılar ölçülüp bunlardan  $\alpha = \gamma = 90^\circ$ ,  $\beta = 103.30^\circ$  hesaplandı. Sönüm şartlarını belirlemek için, (hkl) genel durumunda incelenmesi gerekir. Bu sebeple (hkl), (1kl) ve (hk1) tabakasının X-ışınları filmleri alındı.

Tabaka filmlerinin incelenmesi sonucunda monoklinik sistemde, yalnızca (0k0) ters örgü eksenini boyunca, sistemik olarak  $k$ 'nin çift değerleri için yansımaların olduğu tesbit edildi.

Buerger presesyon kamerası ile elde edilen sıfıncı tabaka filmlerinden ölçülen ters örgü parametreleri birim hücre parametresi ile lineer olarak değişen ve  $\theta$ 'nın bir fonksiyonu olan Nelson-Riley bağıntısı  $[1/2 (\cos^2\theta/\sin\theta + \cos^2\theta/\theta)]$ 'nin değeri "Nelson-Riley" adlı program ile hesaplandı. Daha sonra bu programın çıktı kütüğünü veri kütüğü olarak alan "Erxreg" adlı en

küçük kareler lineer regresyon metodu ile en iyi doğruyu bulan  $\theta = 90^\circ$ 'ye karşı gelen birim hücre parametresinin en iyi değerini ve bu noktadaki standart sapmasını bulan program Üniversitemiz merkezi bilgisayarı Data General MV/4000 sisteminde çalıştırıldı [19].

Bu verilere göre birim hücre parametrelerinin en iyi değerleri ve standart sapma değerleri aşağıdaki gibidir.

$$\begin{aligned}a &= 7.762 \pm 0.023 \text{ \AA} \\b &= 10.825 \pm 0.028 \text{ \AA} \\c &= 8.750 \pm 0.037 \text{ \AA}\end{aligned}$$

#### Birim Hücredeki Molekül Sayısının Bulunması

Birim hücredeki molekül sayısı, (Z) aşağıdaki gibi hesaplandı, kristalinin yoğunluğu  $d=1.5805 \text{ g/cm}^3$ 'dür [20].

$$Z = d \cdot V / M \quad (1)$$

M = Molekülün Formül Kütlesi

$$= 12M_C + 22 M_H + 11M_O$$

$$= 12 \times 12.011 + 22 \times 1.0080 + 11 \times 15.9994$$

$$= 342.3014 \text{ akb}$$

$$= 568.2222 \times 10^{-24} \text{ g/mol}$$

V = Birim Hücresinin Hacmi

$$= a \times b \times c \times \sin \beta \quad (2)$$

$$= 717.272 \text{ \AA}^3$$

$$Z = 2.1$$

$$Z \approx 2$$

Bu verilerin ve elde edilen sönüm şartlarına göre incelenen kristalin uzay grubunun  $P2_1$  (No:4) olduğu tesbit edildi,[21,22].

#### SONUÇLARIN TARTIŞILMASI

Bu çalışmada incelenen sakkaroz kristali Kayseri Şeker Fabrikası'ndan alınan rafine şekerdir. Yapı analizi için kristal kusurlarından arınmış bir tek-kristal seçildi. X-ışınları difraksiyonu ile tek kristal çalışması için Buerger presesyon tekniği kullanıldı.

Buerger Presesyon kamerasında kristalin (h0l), (0kl), (hk0) sıfıncı ve (h1l), (1kl) ve (hk1) üst tabaka filmleri çekildi. Bu filmlerden kristal sistemi, eksen uzunlukları ve eksenler arasındaki açılar ve sistematik sönüm şartları bulundu. Buna göre sakkarozun kristal sisteminin monoklinik olduğu saptandı. Üst tabaka filmlerinin incelenmesi sonucunda yalnızca (0k0) için  $k = 2n$  yansıma şartının olduğu tesbit edildi. Birim hücredeki molekül sayısının  $Z = 2$  olduğu hesaplandı. Monoklinik

S.ÖZTÜRK, M.AKKURT, H.SOYLU/1- $\alpha$ -D-GLÜKOPİRANÖZ-2- $\beta$ -FRUKTOFURANOİSİD'İN KRİSTAL.

krystal sisteminde (Ok0) için  $k = 2n$  yansıma şartını sağlayan uzay grubunun  $P2_1$  (No:4) olduğu saptandı. Elde edilen birim hücrelerinin değeri aşağıdaki gibidir:

Nelson-Riley bağıntısı uyarınca en küçük kareler metodu ile birim hücre parametreleri;

$$\begin{aligned} a &= 7.762 \pm 0.023 \text{ \AA} \\ b &= 10.825 \pm 0.028 \text{ \AA} \\ c &= 8.750 \pm 0.037 \text{ \AA} \\ \alpha &= \gamma = 90^\circ, \beta = (103.30 \pm 0.03)^\circ \end{aligned}$$

olarak bulundu. Yapılan çalışma ile literatürdeki benzerlerinin uyum içinde olduğu görüldü (Tablo 1).

Bileşik	a(Å)	b(Å)	c(Å)	$\beta$ (°)	V(Å <sup>3</sup> )	Kristal Sistemi	Z	Uzay Grubu	Çalışmayı Yapan
1- $\alpha$ -D-Glükopiranoz-2- $\beta$ -Fruktofuranosid (Sucrose)	7.762	10.825	8.750	103.3	717.272	Monoklinik	2	$P2_1$	Bu çalışma,1991 [23]
2',5'-Anhidroarabinozilytosine	9.643	10.328	10.542	94.55	1046.59	Monoklinik	2	$P2_1$	Birnbaum G.I.,Budesinsky M.and Beranek J.,1987, [24]
Methyl 3,6-dideoxy- $\alpha$ -D-arabino-hexopyranoside, The immunodominant sugar of salmonella sero-group D <sub>1</sub>	7.478	7.933	14.064	90	834.31	Ortorombik	4	$P2_12_12_1$	Birnbaum G.I.,Bunde R.David, 1984,[25]
Sucrose	7.757	10.707	8.702	102.95	704.355	Monoklinik	2	$P2_1$	Hanson J.C.,Sieker, L.C.and Jensen L.H 1973,[26].
Sucrose	7.758	10.863	8.705	102.945	714.05	Monoklinik	2	$P2_1$	Brown G.M.and Levy,H.A.,1973, [27]
Sucrose	7.77	10.89	8.69	103	716.46	Monoklinik	2	$P2_1$	Beevers C.A.,Cochrane W.,1946,[28]

Tablo 1. Sakkaroz ve Bileşiklerine Ait Kristalografik Literatür Verileri.

KAYNAKLAR

- [1] Saffet Rıza Alper, "Organik Sıvı Kimya", İstanbul Üniversitesi Kimya Fakültesi Yayınları, 75-140.
- [2] Adnan Menevşe, Sevdâ Menevşe, "Temel Biyokimya", 141-143,1982.
- [3] L.Kleiner and R.Orten, "Biochemistry", C.V.Mosby Company,56-70,1966.
- [4] Lubert Stryer, "Biochemistry", W.H.Freeman and Company,New York,377,1988.
- [5] Albert L.Leninger, "Biochemistry", The Johns Hopkins University School of Medicine, Worth Publishers Inc. 249-252,1978.
- [6] Hans Beyer, Wolfgang Walters, S.Hirzel, "Organic Chemistry", Verlag Stuttgart,420-421,1981.
- [7] Leonid V.Azaroff, "Elements Of X-Ray Crystallography", Mc.Graw-Hill Book Comp.,Inc.,136-138,1968.
- [8] M.M.Woolfson, "An Introduction To X-Ray Crystallography", Cambridge University Press, 152-153,1970.
- [9] Martin J.Buerger, "The Precession Method In X-Ray Crystallography", John Wiley and Sons,Inc., New York,3-11,1964.
- [10] A.L.Petterson,W.E., "Error Analysis For The Buerger Precession Camera", Am.Min.,45,325-333,1960.
- [11] Leonid V.Azaroff, "Crystal Settings For Upper Level Photography, Precession Method", Rev.Sci.Instr., 25,928-929,1954.
- [12] W.H.Barnes, "Some Comments On The Buerger Precession Method For The Determination Of Unit Cell Constants and Space Groups", Am.Min.,34,173-180,1949.
- [13] Jr.H.T.Evans, "Note On The Accuracy Of The Buerger Precession Camera", Rev.Sci.Instr.,20,751,1949.
- [14] Martin J.Buerger, "X-Ray Crystallography", Robert E.Krieger, Pub.Comp., New York, Chapter 5,1980.
- [15] J.D.Dunitz, "X-Ray Analysis and The Structure Of Organic Molecules", Cornell University Press., Ithaca And London,273-276,1979.
- [16] Leonid V.Azaroff, "Elements Of X-Ray Crystallography", Mc Graw-Hill Book Comp.Inc.,446-459,1968.
- [17] "Integrating Precession Camera Operating,Instructions", Scientific Instruments Division, Enraf-Nonius, Delft-Holland.
- [18] "International Tables For X-Ray Crystallography", Vol II, D.Reidel Publishing Company, A Member Of The Kluwer Academic Publishers Group, Dordrecht,Boston,Lancaster,Tokyo,194-201,1985.
- [19] M.Akkurt, S.Öztürk, "Nelson-Riley" ve "Eravag", En küçük kareler lineer regresyon analiz programı, E.Ü. Fen-Ed.Fak.Fizik Bölümü,(1991),Kayseri.
- [20] "C.R.C.Handbook Of Chemistry And Physics",58th.,Editions,C-503,1987-1988.
- [21] "International Tables For The X-Ray Crystallography", Volume:1, The Press Birmingham,England,78-79, 1969.

S.ÖZTÜRK, M.AKKURT, H.SOYLU/ 1- $\alpha$ -D-GLÜKOPİRANOZ-2- $\beta$ -FRUKTOFURANDİSİD'İN KRİSTAL.

- [22] "International Tables For Crystallography", Vol:A, Space Group Symmetry, R.Reidel Publishing Comp. Dordrecht, Reprint With Correction, 110-113,1984.
- [23] S.Öztürk, Yüksek Lisans Tezi, E.Ü.Fen-Bilimleri Enstitüsü,(1991),Kayseri.
- [24] G.I.Birnbaum, M.Budessingsky and J.Beranek, *Can.J.Chem.*, Vol 65,271-276,(1987).
- [25] G.I.Birnbaum, R.David Bundle, *Can.J.Chem.*, Vol 63,No:3,739-744,(1985).
- [26] J.C.Hanson, L.C.Sieker And L.H.Jensen, *Acta Cryst.*,B29,797-808,(1973).
- [27] G.M.Brown and H.A.Levye, *Acta Cryst.*,B29,790-797,(1973).
- [28] C.A.Beevers, W.Cochran, *Nature*,157,872,(1946).