

WEISSENBERG KAMERASINDA SALINIM FOTOĞRAFLARI TEKNIĐİ İLE HIZLI KRİSTAL YÖNLENDİRME METODU

Mehmet AKKURT

Erciyes Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü TR 38039 KAYSERİ

ÖZET

Burada salınım fotoğrafları tekniđi ile hızlı bir kristal yönlendirme metodu sunulmuştur. Metod ekvator düzleminde yer alan yansımaların sapmalarının ölçümünü içerir. Bu sapmalar yatay ve düşey ark düzeltmelerini bulmak için eklenir veya çıkarılır.

Bu metodla, diğerlerine göre daha az ve yalın işleme kısa zamanda kristalin yönlendirilmesi yapılabilmektedir [1-15].

THE QUICK METHOD FOR CRYSTAL ORIENTATION BY OSCILLATION PHOTOGRAPHY IN WEISSENBERG CAMERA

SUMMARY

Here, the quick crystal orientation method by the oscillation photography-technique is presented. The method involves the measurement of the deviations of reflection spots from the equator line.

These deviations are added or subtracted to find the horizontal and vertical arc corrections. By this method, the adjustment for crystal orientation is done by a procedure that is less and simpler than the others [1-15].

GİRİŞ

1960' ların başında dört-çember difraktometrelerin gelişiminden önce bütün kristal yapılar yalnızca fotoğrafik olarak ölçülen şiddetlerle aydınlatıldı [5,8,9].

Fotoğrafik metodlar şimdi yine yaygın şekilde kristal simetrisi, kristal kalitesi, x-ışınlarına göre kristalin kararlılığı hakkında bilgi edinmek ve birim hücre parametrelerini, uzay grubunu belirleme gibi işlemler için sıkça kullanılabilir.

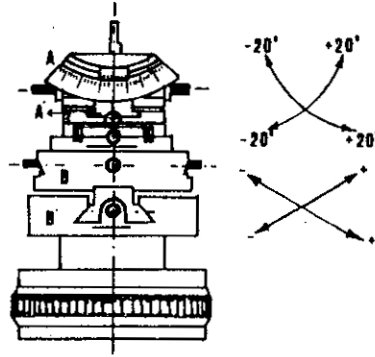
Özellikle tabaka filmlerinden sönüm şartlarının tesbiti ve uzay grubunun kesin olarak tayin edilmesi fotoğrafik metodla, difraktometreden daha kolay ve emin olmaktadır. Çünkü ters örgünün geometrik özelliklerini fotoğraflardan saptamak daha kolaydır. Normal kristal özellikleri; örneğin kırınım şiddetlerini etkileyen kristal düzensizlikleri veya kristal kaymaları film metodu ile oldukça kolay tanınabilir.

Fotoğrafik metodlar için, kristalin ayarlanması ilk olarak yapılması gereken işlemdir. Bu işlemin yapılması salınım fotoğrafları tekniğinde oldukça zordur.

Burada, kolay ve hızlı yeni bir kristal yönlendirme metodunun esasları ve nasıl uygulanacağı açıklanmaktadır [10-15].

KRİSTAL YÖNELİMİNİN AYARLANMASI

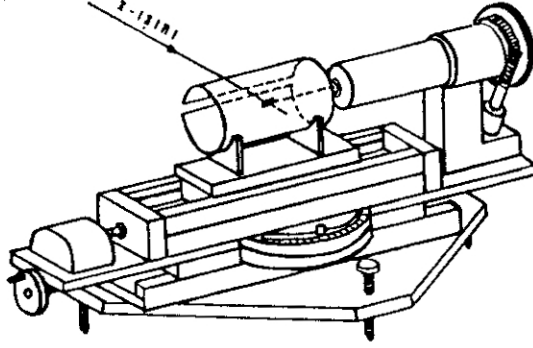
Kristalin kameraya yerleştirilmesi ve gerekli ayarların yapılmasında kullanılan gonyometre başlığı, birbirlerine dik iki düzlemde kristal doğrultusunu $\pm 20^\circ$ döndürmeye izin veren iki A ve A' arkları ile kristali merkezlemek için kullanılan iki B ve B' kızaklarından oluşmaktadır (Şekil 1.).



Şekil 1. Gonyometre başlığı, ark ve kızakların hareket yönleri.

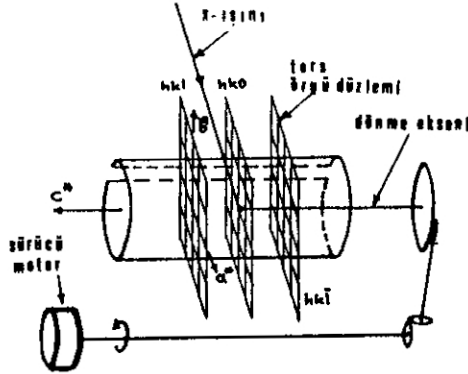
Kristal yaklaşık olarak 10 mm boyunda bir cam fibere yapıştırıcı ile tutturulur ve kristal, yüzlerinden biri gonyometre başlığının arklarından enaz birine paralel olacak şekilde monte edilir. Salınım fotoğrafı çekilecek kristalin ilk optik ayarı gonyometre başlığının yerleştirileceği Weissenberg kamerasında yapılır (Şekil 2.)

Kamera teleskobu kullanılarak kristal, x-ışını demeti içinde kalacak ve tam olarak kendi eksenini etrafında dönecek şekilde ayarlanır. Bu işlemin kısa zaman alması için gonyometreye kristal takılırken arkaların 0° durumunda, kızakların ortalanmış ve kristalin yüzlerinden enaz birinin gonyometre arklarından birisine paralel



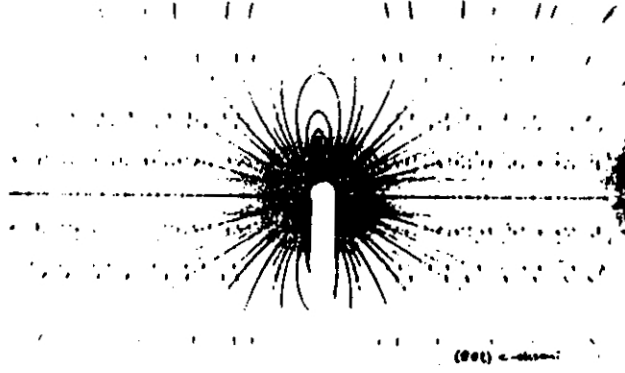
Şekil 2. Weissenberg Kamerasının şematik görünüşü.

olmasına dikkat edilmelidir. (Bu yüzeyde kristal eksenlerinden bir veya ikisinin olabileceği tahmin edilir). Weissenberg kamerası ile, kristalin gonyometre eksenine dik doğrultudaki, x-ışını demetine paralel ters örgü düzlemleri filme kaydedilir (Şekil 3.).



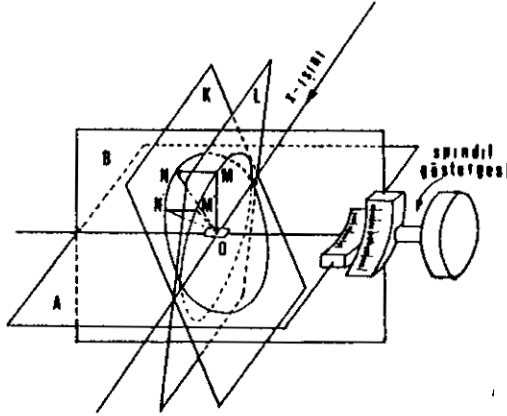
Şekil 3. Weissenberg kamerasında salınım fotoğrafları tekniği ile ters örgünün filme kaydedilişi

Salınım fotoğraflarında bu ters örgü düzlemleri paralel hatlar boyunca film üzerinde kaydedilmeye çalışılır (Şekil 4.).

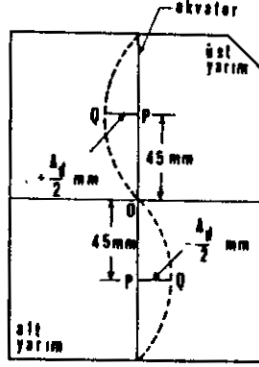


Şekil 4. Salinim fotoğrafları tekniđi ile Weissenberg kamerasında çekilmiş bir film.

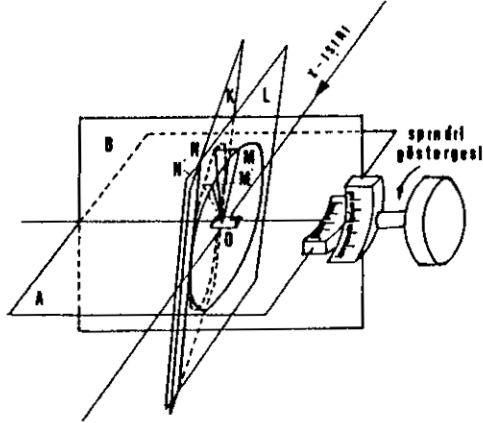
Kristalin dönme eksenine paralel bir örgü vektörü elde etmek için, salinim fotoğrafları yaygın şekilde kullanılmaktadır. Gonyometreye yerleştirilmiş bir kristalin küçük ayarsızlık etkileri biri x-ışını demetine paralel (A), diğeri dik olan (B) iki düzlemin yöneliminden kaynaklanır (Şekil 5. , 6. , 7.).



Şekil 5. Gonyometre başlığının düşey arkının Δ° kadar saat ibrelerine ters yönde döndürülmesi durumunda sıfırcı tabakasının Ewald çemberinin görünüşü.



Şekil 6. Gonyometre başlığının düşey arkının $\Delta^{\circ}d$ kadar eğilmesi durumunda sıfırncı tabakanın salınım fotoğrafı.



Şekil 7. Gonyometre başlığının yatay arkının $\Delta^{\circ}y$ kadar saat ibrelerine ters yönde eğilmesi durumunda sıfırncı tabakanın Ewald çemberinin görünüşü.

Ayar yapma hesabını basitleştirmek için kameranın spindil göstergesi, gonyometre başlığının arkları yatay ve düşey düzlemlerde (Şekil 7. 'deki A ve B düzlemlerinde) olacak şekilde sabitleştirilir.

Eğer kristal c - eksenini etrafında döndürülürse, ters örgünün tanımı gereği a* ve b* 'ın tanımladığı ters örgü düzlemi c - eksenine diktir [4-6]. Bu düzlem l indisinin (=0) sıfır olduğu sıfırıncı tabakaya ait Ewald küresindeki yansımaların hepsini içerir.

Ters örgü her zaman kristal ayarı ile düzenlenebileceğinden, kristaldeki herhangi bir eğilme ters örgüde karşı bir eğilmeye neden olur.

Şekil 5. , 6. , 7. doğru konumlardan Δ° kadar önemsenmeyecek şekilde eğilmiş sıfırıncı tabakanın Ewald küresi görülmektedir. K ve L düzlemleri arasındaki açı kristalin ayarlanmamış açısıdır. Bu açı \widehat{MON} açısının tam aynısıdır, fakat herhangi keyfi bir M' \widehat{O} N' açısı ile aynı değildir. Çünkü yalnızca MON düzlemi x-ışını demetine diktir.

Şekil 5. , 6. , 7.'deki \overline{MN} uzaklığı, sırasıyla sarılmamış filmde Şekil 6. , 7. ve 8.'deki \overline{PQ} ye karşı gelir ve \overline{OP} uzaklığı yarıçapı r=28.65 mm olan bir Weissenberg kamerası için

$$90^\circ \cdot (\pi/180^\circ) \cdot r = 90/2 = 45 \text{ mm}$$

olmalıdır [9]. Salınım fotoğrafındaki \overline{PQ} uzaklığı milimetre olarak ayarsızlık açısının yarısına eşittir ($\Delta^\circ = \Delta / 2 \text{ mm}$) ve küçük bir değere sahiptir.

DÜŞEY ARK DÜZELTMELERİ

Düşey ark saat ibrelerine ters yönde Δ_d kadar eğildiğinde (Şekil 5.) , sıfırıncı tabaka çizgisi Şekil 6.'da görüldüğü gibi eğilecektir. Filime bakış doğrultusu x-ışını demetinin geliş yönüne zıt yön olmalıdır. Bu yüzden filmi incelerken kolaylık sağlamak için filmin sağ üst köşesi kesilmelidir.

Şekil 6., ekvator düzlemine göre, filmin üst yarımında $+1/2 \Delta_d$ mm sola, alt yarımında $-1/2 \Delta_d$ mm sağa doğru sapmaları göstermektedir. Bu sapmalar (milimetre olarak) 0 - merkezinden aşağı ve yukarıdaki 45 mm uzaklıktaki noktalarda ölçülür.

"+" işareti salınım fotoğrafındaki ekvator düzleminin soluna doğru olan sapmaları, "-" işareti ise sağa doğru olan sapmalara verilir.

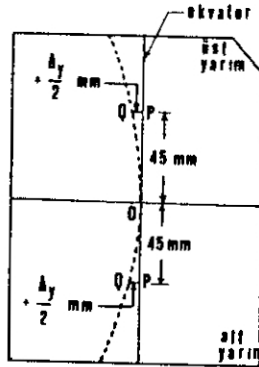
Kristalin yönelimini düzeltmek için, üst yarımdaki $+1/2 \Delta_d$ sapmasından, alt yarımdaki $-1/2 \Delta_d$ sapması çıkarılır.

$$(+\Delta_d)/2 - (-\Delta_d) = +\Delta_d \text{ mm} \quad (1)$$

$+\Delta_d$ mm'lik düzeltme, düşey arkın Δ°_d kadar saat ibreleri yönünde döndürülmesi gerektiğini gösterir (Şekil 5.).

YATAY ARK DÜZELTMESİ

Eğer yatay ark Δ°_y kadar saat ibrelerine ters yönde eğilir ise, (Şekil 7.) sıfırncı tabaka kırınım lekeleri, Şekil 8.'deki filmin üst ve alt yarımlarındaki P noktalarında ekvator düzleminde $+\Delta_y$ mm kadar sola sapar.



Şekil 8. Yatay ark Δ°_y kadar saat ibrelerine ters yönde eğilmiş olduğunda sıfırncı tabaka çizgisini gösteren salınım fotoğrafı.

Bu durumda kristal yönelimini düzeltmek için, yatay ark Δ°_y kadar saat ibreleri yönünde döndürülmelidir, yani; üst ve alt yarımlardaki sapmalar toplanmalıdır ve yatay ark

$$(+\Delta_y)/2 + (+\Delta_y)/2 = +\Delta_y \text{ mm} \quad (2)$$

Δ°_y kadar saat ibreleri yönünde döndürülmelidir. Eğer yatay ark Δ°_y kadar eğilirse, o zaman son düzeltme $-\Delta_y$ mm'ye karşılık gelir. Bu da, yatay arkın Δ°_y kadar saat ibrelerine ters yönde döndürülmesini gerektirir.

HER İKİ ARKIN BİRLEŞİK SAPMALARI

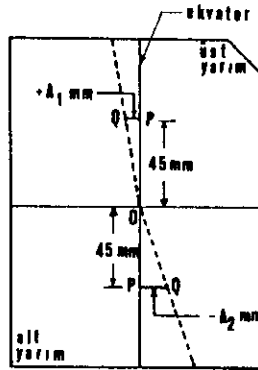
Bir kristalin ayarsızlığına genellikle her iki arktaki ayarsızlık neden olur. Küçük osilasyon ve kısa süreli bir salınım fotoğrafı ile elde edilen desen düşey ($\pm\Delta^{\circ}_d$) ve yatay ($\pm\Delta^{\circ}_y$)'lik her iki sapmanın birleşimini gösterecektir.

Bundan sonra, "+" ve "-" sırasıyla saat ibreleri yönünde ve saat ibrelerinin tersi yönde anlamına gelecektir. Düşey arktaki $\pm\Delta^{\circ}_d$ kadarlık herhangi bir sapma, filmde üst yarımda $\pm\Delta_d / 2$ mm ve alt yarımda $\pm\Delta_d / 2$ mm kadar sapmalara neden olur (Şekil 6.). Oysa $\pm\Delta^{\circ}_d$ kadarlık yatay arktaki sapmalar her zaman, aynı işarete sahip filmdeki üst ve alt yarımların her ikisinde Şekil 8' de görüldüğü gibi $\pm\Delta_y$ mm'lik sapmalara neden olurlar.

Düşey ve yatay ark için düzeltme ifadeleri:

$$\frac{\text{üst yarımdaki sapmalar}}{[(\pm\Delta_d/2) + [(\pm\Delta_y/2)]]} + \frac{\text{alt yarımdaki sapmalar}}{[(\pm\Delta_d/2) + [(\pm\Delta_y/2)]]} = \pm\Delta_d \text{ mm} \quad (3)$$

$$[(\pm\Delta_d/2) + [(\pm\Delta_y/2)]] - [(\pm\Delta_d/2) + [(\pm\Delta_y/2)]] = \pm\Delta_y \text{ mm} \quad (4)$$



Şekil 9. Δ_y° ve $-\Delta_d^{\circ}$ kadar eğilmiş sıfırıncı tabaka çizgisini gösteren salınım fotoğrafı

Şekil 9. 'daki örnekte, $+\Delta_y^\circ$ ve $-\Delta_d^\circ$ 'lik birleşik sapmaların neden olduğu, sırasıyla üst ve alt yarımlardaki Δ_1 ve Δ_2 mm sapmaları görülmektedir. $|\Delta_1| < |\Delta_2|$ kabul edilirse, ayarsızlığı düzeltmek için,

$$(+\Delta_1) + (-\Delta_2) = -\Delta_y \text{ mm} \quad (5)$$

işlem sonucuna göre yatay ark Δ_y° kadar saat ibrelerine ters yönde döndürülmelidir.

Düşey arkta ayar yapmak için, üst yarımdaki sapmadan alt yarımdaki sapma miktarı çıkarılır :

$$(+\Delta_1) - (-\Delta_2) = +\Delta_d \text{ mm} \quad (6)$$

sonuçta düşey ark Δ_d° kadar saat ibreleri yönünde döndürülmelidir [10-15].

SONUÇ

Screen ile seçilmiş olan sıfırıncı tabaka salınım fotoğrafında, x-ışını demetine zıt doğrultuda bakılarak (filmin sağ üst köşesi kesik olmak üzere) filmin merkez noktasından 45 mm uzakta üst ve alt yarımlarda, ekvator doğrusundan geçen yansıma lekelerinin mm olarak sapmaları ölçülür ve ekvator doğrusunun solundaki sapmalara "+" işareti ve sağ taraftaki sapmalara "-" işareti verilir. Yatay arkta düzeltme yapmak için sapmalar toplanır; eğer sonuç $+\Delta_y$ mm ise, yatay ark Δ_y° kadar saat ibreleri yönünde, aksi halde sonuç $-\Delta_y$ mm ise, yatay ark saat ibrelerine ters yönde döndürülür. Düşey arkta düzeltmeyi yapmak için üst yarımdaki sapmadan alt yarımdaki sapma çıkarılır; eğer sonuç $+\Delta_d$ mm ise, düşey ark Δ_d° kadar saat ibreleri yönünde, eğer sonuç $-\Delta_d$ mm ise, o zaman da düşey ark Δ_d° kadar saat ibrelerine ters yönde döndürülür. Yansıma lekelerinin hepsi screen içinde ve ekvator doğrusuna paralel olana kadar aynı işlem tekrarlanır.

KAYNAKLAR

- [1]. Duncan Mckie & Christine Mckie; "ESSENTIALS OF CRYSTALLOGRAPHY", (1966), Blackwell Scientific Publications, Oxford, London , pp. 412-422.
- [2]. "Weissenberg Goniometer", Universal Operation Instructions, Enraf-Nonius, Delft, Holland.
- [3]. M. J. Buerger; "X-RAY CRYSTALLOGRAPHY", (1980), 8 th printing, John Wiley and Sons, New York, pp. 284-294.
- [4]. E. W. Nuffield; "X-RAY DIFFRACTION METHODS", (1966), John Wiley and Sons, New York, pp. 299-300.
- [5]. George H. Stout, Lyle H. Jensen; "X-RAY STRUCTURE DETERMINATION", (1968), Macmillan Publishers, London, pp. 90-94.
- [6]. M. M. Woolfson; "An Introduction to X-RAY CRYSTALLOGRAPHY", (1970), Cambridge University Press, Cambridge, pp. 134-141.
- [7]. E. H. Wiebenga & D. W. Smits; "AN INTEGRATING WIESENBERG APPARATUS FOR X-RAY ANALYSIS, (1950), Acta Cryst., 3, 265-267.
- [8]. Leonid Azaroff; "ELEMENTS OF X-RAY CRYSTALLOGRAPHY", (1968), McGraw-Hill Book Comp., New York, pp. 428-431.
- [9]. "International Tables for X-ray Crystallography", Vol. III, (1985), Birmingham: Kynock Press (Present distributor, Kluwer Academic Publishers, Dordrecht), pp. 35-36.
- [10]. Il-Hwan Suh, Jong-Myung Suh, Thong-Sung Ko, Katsuyuki Aoki & Hiroshi Yamazaki; (1988), J. Appl. Cryst., 21, 521-523.
- [11]. H. J. Grenville-Wells; (1955), Acta Cryst., 8, 519.
- [12]. U. W. Arndt & D. C. Phillips; (1961), Acta Cryst., 14, 807-818.
- [13]. J. P. Cowan, W. N. Macintyre & G. J. Werkema; (1963), Acta Cryst., 16, 221-225.

[14]. C. W. Bunn; "CHEMICAL CRYSTALLOGRAPHY", 2nd ed., (1961), Clarendon Press, Oxford, pp. 186-188.

[15]. Ils-Hwan Suh, Jong-Myung Suh, Thong-Sung Ko, Katsuyuki Aoki & Hiroshi Yamazaki; (1989), J. Appl. Cryst., 22, 183.