

## X-IŞINLARI TOZ DİFRAKSİYON METODU İLE BÖBREK, ÜRETER VE MESANE TAŞLARININ NİTEL ANALİZİ

Mehmet AKKURT

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

Hüseyin SOYLU

Doğu Akdeniz Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, Mağusa, KKTC.

### ÖZET

Bu çalışmada, Üniversitemiz hastanesinden değişik hastalara ait böbrek, üreter ve mesane taşları alındı. Bu taşların yapısına giren maddeler x-ışınları toz difraksiyon metodu kullanılarak tayin edildi.

### QUALITATIVE ANALYSIS OF KIDNEY, URETER AND BLADDER STONES BY X-RAY DIFFRACTION

#### SUMMARY

In this study, the kidney, ureter and bladder stones have been obtained from different patients at our university hospital. The substances formed these stones have been determined by using x-ray powder diffraction method.

### GİRİŞ

Bir madde ister saf ister maddeler karışımının bir bileşeni olsun, x-ışınları ile, daima karakteristik difraksiyon pikleri oluşturur. Bu olgu x-ışınları ile analiz metodunun esasıdır. Az madde gerektirmesi, numunedeki her bir bileşeni formül halde ve kristal yapıyı bozmadan vermesi bileşenlerin hangi fazda olduklarını açığa çıkarması sebebiyle, x-ışınları difraksiyonu ile analiz, diğer analiz metodlarına tercih edilir[1].

PHILIPS x-ışınları difraktometresinde,  $CuK\alpha$  radyasyonu kullanılarak toz haline getirilen numunelerin toz difraksiyon desenleri, difraktometre tablası  $2^\circ$ /dakika hızla döndürülerek çizdirildi.

En kuvvetli pikin şiddeti  $I_1$ , 100, herhangi bir pikin şiddeti de  $I$  olarak alınarak ölçülen piklerin bağıli şiddetleri  $(I/I_1) \times 100$  formülüyle hesaplandı.  $2\theta$ ,  $d$  ve  $(I/I_1) \times 100$  tabloları oluşturuldu. Bu verilerle Hanawalt metodu kullanılarak, alfabetik, nümerik indeksler ve ASTM kartlarının yardımıyla üreter, böbrek ve mesane taşlarının içerdikleri maddeler tayin edildi[2-5].

## DİFRAKTOMETRE İLE ÇALIŞMALAR

İyi bir difraksiyon deseni minimum bir background üzerine binmiş keskin şiddetli piklerden oluşur. Background (tabii fon) radyasyonu yüzünden bizim için önemli olan bazı zayıf pikler tamamen kaybolabilir.

Background radyasyonu; numunenin yaydığı fluoresan ışınım inkohherent saçılma (Compton değişmiş saçılması), sıcaklık-diffüz saçılması ve kristal kusurları yüzünden oluşan bazı diffüz saçılmalar sebep olurlar. Spektrumlarda bu nedenlerden dolayı bir background ve bunun üzerinde keskin pikler vardır. Piklerin bağlı şiddetlerini ölçmek için, backgroundun üstünde kalan kısımlar alındı. Spektrumlardaki piklerin hepsi simetriktir. Dolayısıyla tepe noktalarını bulurken yarı maksimumdaki çizgi genişliğinin orta noktasını bulma kuralı uygulanmadı. Bu kural asimetric piklerde geçerlidir.

## TAŞLARIN ANALİZİ

### a. Hanawalt Metodu

Bilinen maddelerin kolleksiyonunu oluşturma işine ilk olarak bin değişik cismin difraksiyon verilerini elde edip sınıflayan Hanawalt ve arkadaşları tarafından başlandı[1]. Bu iş daha sonra, diğer bazı bilim adamlarının da yardımıyla, Amerikan Cisimleri Muayene Cemiyeti (American Society for Testing Materials) tarafından genişletildi ve 3x5 inç boyutlarında, maddeler için bir kart kolleksiyonu hazırlandı.

Doğada en çok iki  $d$  değeri aynı olan kristaller bulunabilir. Fakat üç değeri aynı olan kristallar yoktur. Bu nedenle, Hanawalt cisimlerin herbirini; sırasıyla en kuvvetli pikten daha zayıf pike doğru, üç pikin  $d$  değerleri ( $d_1, d_2, d_3$ ) ile karakterize etmeye karar verdi.

Her ne kadar, bir özel difraksiyon deseni doğrudan kartlar dizisinden aranarak bulunabilirse de, fihrist kitapları kullanmak zaman kazandırır. Kitaplardan herbiri iki fihrist içerir:

1) **Alfabetik fihrist** : Bu fihristte, maddenin isminden sonra kimyasal formülü, üç kuvvetli pikin  $d$  değerleri, bağlı şiddetleri ve cismin ASTM kart dizisindeki seri numarası bulunur. Fihristte her-

bir bileşik iki şekilde, örneğin; hem "sodyum klorür" ve hem de "klorür-sodyum" şeklinde yer alır.

2) **Nümerik fihrist** : Bu fihristte, maddenin üç en kuvvetli pikinin  $d$  değerleri, bağıl şiddetleri, kimyasal formülü, ismi ve ASTM kartının seri numarası vardır. Cisimlerin en kuvvetli üç pikinin  $d$  değerleri fihristte,  $d_1$   $d_2$   $d_3$ ,  $d_2$   $d_1$   $d_3$  ve  $d_3$   $d_1$   $d_2$  sırasında yazılmıştır.

#### **b. Fazlar Karışımının Nitel Analizi**

Bilinmeyen madde fazlar karışımından oluşmuş ise analiz güç olmakla birlikte imkansız değildir.

İncelenen maddelerin toz difraksiyon spektrumlarındaki, en kuvvetli pikin ( $d_1$ ) ve ikinci en kuvvetli pikin ( $d_2$ ) değerleri alındı. Önce fihristte  $d_1$  grubunun yeri ve bu grupta  $d_1$  ile uyuşan  $d_2$ 'nin yeri bulundu.

Eğer uyum sağlanamamışsa, üçüncü en kuvvetli pikin  $d_3$  değeri,  $d_2$  olarak alındı. Bu kez de uygunluk elde edilemez ise, bir sonraki kuvvetli pikin  $d$ 'si  $d_2$  olarak alınıp, uygunluk bulununcaya kadar işlem sürdürüldü.

$d_1$  ve  $d_2$  uygunluğu sağlanınca,  $d_3$  için  $d_1$   $d_2$   $d_3$  uygunluğunu sağlamak üzere benzer işleme devam edildi.  $d_3$  için de uygunluk sağlandığında, ASTM kart numarası tesbit edildi. Elde edilen spektrumdaki piklerin  $d$  değerleri ile karşılaştırıldı. Bu karşılaştırma sonucu, karttakilerle uyuşan pikler ayıklandı. Böylece fazlardan bir tanesi ayıklanmış oldu[6].

Karışımın bir fazının bulunmasından sonra geri kalan pikler, bir başka cismin meydana getirdiği pikler olarak düşünüldü. Bu piklerin şiddetleri, en kuvvetlileri 100 olacak şekilde bir çarpanla normalleştirildi. Sonra, fihrist ve kart dizisini yukarıda açıklandığı gibi kullanarak diğer madde tayin edildi. Benzer işlemlere devam edilerek incelenen böbrek, mesane ve üreter taşlarındaki maddeler tayin edildi.

Burada önemli bir nokta, spektrumdaki kuvvetli piklerden birinin iki ayrı faza ait olması durumudur. Böyle bir durumda iki fazın,  $d$

değerleri aynı olan düzlemlerinden yansıyan x-ışınları üst üste bineceğinden pikin şiddeti yaklaşık olarak iki katına çıkar. O yüzden böyle durumlarda, pik şiddeti ikiye bölünüp, pik iki kez işleme katıldı ve analiz yukarıda anlatıldığı gibi sürdürüldü.

### c. Taşlarda tayin edilen maddeler

Erciyes Üniversitesi, Tıp Fakültesi, Üroloji Anabilim Dalından, tablo-1'de isimleri yazılı hastaların belirtilen taşları alındı. X-ışınları toz difraksiyon metodu ile difraksiyon desenleri çizdirilip incelendi.

Hastanın Adı	Alınan Taş Türü
Mahmut Öztekin	Sağ üreter taşı
Rahmi Gençler	Sağ böbrek taşı
Hüseyin Üstündağ	Mesane taşı
Recep Meyve	Mesane taşı
Süleyman Topçu	Mesane Taşı
Ali Türkmen	Üreter taşı
Ergun Belirgen	Böbrek taşı

Tablo-1

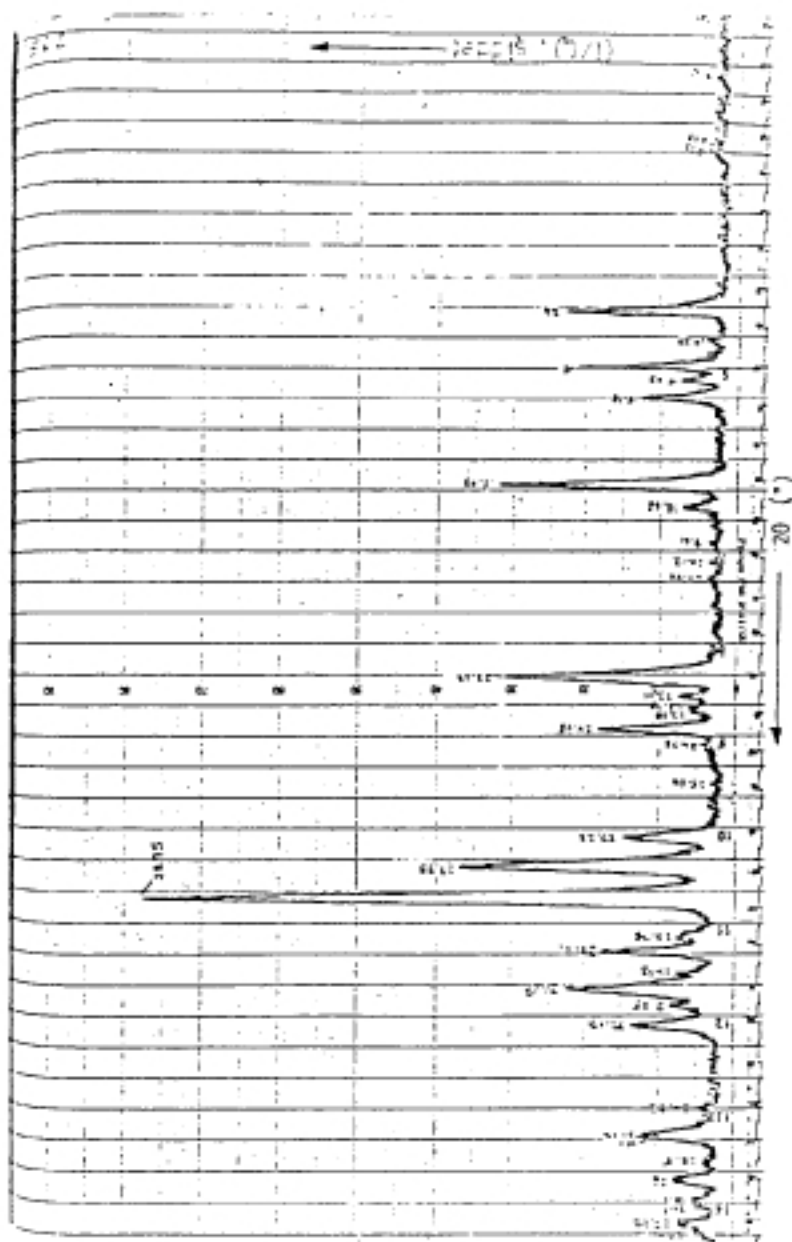
Böbrek, üreter ve mesane taşları tabakalı bir yapıya sahip olduklarından bu taşların küçük olanlarının tümü, büyük olanlarının ise dıştan içe doğru bütün tabakalardan parçalar alınıp ağıt havanda iyice öğütüldü. Sonra, alınan toz numuneler özel kaplara konup, çok sıkı bastırılmaksızın yüzeyleri düzgün hale getirildi. Bu kapların yerleştirildiği difraktometre tablosu 2°/dakika hızla döndürülerek, her numunenin toz difraksiyon deseni elde edildi. Yukarıda bahsedilen hastalardan Mahmut Öztekin'e ait difraksiyon deseninin, belli bir 2θ aralığındaki bölgesi örnek olarak, şekil-1'de gösterilmiştir. Difraksiyon desenlerinin değerlendirilmesi ile, d, 2θ,  $(1/l_1) \times 100$  tabloları oluşturuldu. Difraksiyon deseni örnek verilen hasta için bu veriler ve analiz sonucu tablo-3'de verilmiştir.

Taşlarda tesbit edilen maddelerin, tablolarda kullanılan numaraları, kimyasal formülleri ve ASTM kart numaraları tablo-2

de verilmiştir.

Madde No	Madde İsmi	Kimyasal Formül	ASTM Kart No
1.	Whewellite	$C_3CaCO_4 \cdot H_2O; CaC_2O_4 \cdot H_2O$	20 - 231
2.	Calcium Oxalate Hydrate (Form B)	$C_2CaO_4 \cdot H_2O; (COO)_2Ca \cdot H_2O$	14 - 770
3.	Uric Acid (Phase I)	$C_5H_4N_4O_6$ (Phase-I)	22 - 2000 22 - 2000 A
4.	Carbonat Apatite	$Ca_5(P,C)_3O_{12}(OH)$	19 - 272
5.	Hydroxyapatite	$Ca_5(PO_4)_3(OH)O$ $\frac{1}{2} (Ca(OH)_2 \cdot 3Ca(PO_4)_2)$	9 - 432
6.	Weddellite	$CaC_2O_4 \cdot 2H_2O$	17 - 541
7.	Struvite	$NH_4MgPO_4 \cdot 6H_2O$	15 - 762
8.	Newberyite	$MgHPO_4 \cdot 3H_2O$	1 - 0597
9.	Calcium Oxalate Hydrate (Form C)	$C_2CaCO_4 \cdot H_2O;$ $(COO)_2Ca \cdot H_2O$	14 - 771
10.	$\alpha$ -Calcium Oxalate	$\alpha-CaC_2O_4$	18 - 295
11.	Lead Phosphate Hydrate	$Pb(PO_4)_2OH$	8 - 259

Tablo-2



Şekil-1. Mırmıt Özbek'e ait sağ üreter taşı toz difraksiyon deseni (bir kısım).

( $2\theta$ ) <sup>o</sup>	( $d$ ) <sup>o</sup> Å	( $I/I_1$ )x100	Madde No		
13.50	6.5107	28			3
14.37	6.1635	2		2	
15.00	5.9060	23	1		
15.43	5.7424	4	1		3
15.76	5.6158	13			3
16.09	4.9036	39			3
16.66	4.7500	5	1		3
19.61	4.5268	6	1		
20.12	4.4132	14			3
20.52	4.3280	1		2	
23.07	3.8551	38		2	3
23.61	3.7681	4	1		3
23.76	3.7416	1			
23.98	3.7108	8			3
24.48	3.6362	22	1		
24.78	3.5928	1			3
25.80	3.4530	1	1		
27.22	3.7260	14			3
27.99	3.1876	41			3
28.75	3.1051	100	1	2	3
29.78	3.1000	2	1		3
30.21	2.9583	17	1		3
30.73	2.9094	2	1		
30.17	2.8693	22	1		3
31.55	2.8356	3	1		3
32.07	2.7908	13		2	3
34.22	2.6202	2			3
34.82	2.5764	11			3
35.00	2.5636	4			3
35.50	2.5286	2	1		
36.00	2.4947	9	1		
36.50	2.4616	4			3
36.70	2.4487	4	1		3
37.05	2.4263	4			3
37.20	2.4169	4			3
37.40	2.4044	4	1	2	3
38.25	2.3529	13	1		
38.75	2.3237	4	1		3
39.50	2.2813	5	1		3
39.60	2.2648	7	1		3
40.00	2.2539	9	1		3
40.20	2.2432	11			3
40.70	2.2168	3		2	
40.85	2.2090	4	1		
41.40	2.1511	7			3
42.00	2.1390	2			3

Tablo-3

## SONUÇ

Analizi yapılan taşlarda bulunan maddeler, sahiplerine göre tablo-4'de gösterilmiştir [7].

Taş Sahibi	Taşta Bulunan Maddeler
Mahmut Öztekin (Sağ Üreter taşı)	Whewellite, Calcium Oxalate Hydrate (Form B) Uric Acid (Phase-I).
Rahmi Gençler (Sağ böbrek taşı)	Calcium Oxalate Hydrate (Form B), Carbonat Apatite, Hydroxyapatite, Weddellite.
Hüseyin Üstündağ (Mesane taşı)	Struvite, Carbonat Apatite, Newberyite, Hydroxyapatite.
Recep Meyve (Mesane taşı)	Whewellite, Calcium Oxalate Hydrate (Form C)
Süleyman Topçu (Mesane taşı)	Carbonat Apatite, Calcium Oxalate Hydrate (Form C), Struvite.
Ali Türkmen (Üreter taşı)	Whewellite, $\alpha$ -Calcium Oxalate, Weddellite, Carbonat Apatite, Calcium Oxalate Hydrate (Form C).
Ergun Belirgen (Böbrek taşı)	$\alpha$ -Calcium Oxalate, Whewellite, Lead Phosphate Hydrate, Weddellite.

Tablo-4

Böbrek, Üreter ve mesane taşlarının yapısına giren maddeler, bu taşın alındığı hastanın yaşadığı bölgenin iklim özellikleri, hastanın bünyesi ve çokça aldığı besinlere bağlıdır. Bu çalışmada, böbrek, üreter ve mesane taşlarının yapılarında yer alan maddeler açısından farklılık olup olmadığı tesbit edilmeye çalışıldı.

Çalışmada Kayseri bölgesindeki hastalara ait, E.Ü.Tıp Fakültesi Üroloji Anabilim Dalından iki böbrek, iki üreter ve üç mesane taşının x-ışınları toz difraksiyon metodu ile analizleri yapıldı.

Taşların analizi sonucu daha çok kalsiyum bileşiklerine rastlandı. Üreter taşında, böbrek ve mesane taşından farklı olarak ürik asite rastlandı. Buradan, ürik asitin taş yapısına ve taşın üreterden son-



raki takip ettiği yolda girdiği sonucuna varıldı. Ayrıca bir böbrek taşında az miktarda kurşun fosfata rastlandı. Bu da metal bileşiklerinin böbrekte taş yapısına girdiğini gösteren bir örnektir.

#### KAYNAKLAR

- [1] CULLITY, B.D. : "Elements of X-Ray Diffraction", Addison Wesley Publishing Company Inc., Third Printing,(1967).
- [2] FINK INDEX to the powder Diffraction File,(1964).
- [3] Alphabetical Index Inorganic Compounds Powder Diffraction File,(1977).
- [4] Hanawalt Method Search Manual Inorganic Compounds Powder Diffraction File,(1977).
- [5] The ASTM Diffraction Data Cards, American Society for Testing Materials.
- [6] AZAROF,L.V. : "Elements of X-Ray Crystallography", McGraw-Hill Book Comp.Inc.,(1968).
- [7] AKKURT,M. : Bilim Uzmanlığı Tezi, Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü,(1982).