

**T.C.
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**BAZI İLAÇ ETKEN MADDELERİNİN X-IŞINLARI
TOZ KİRİNİM METODU İLE İNCELENMESİ**

**Tezi Hazırlayan
İmren AKSU**

**Tezi Yöneten
Yrd. Doç.Dr. Sevim TÜRktekin**

**Fizik Anabilim Dalı
Yüksek Lisans Tezi**

**Bu çalışma Erciyes Üniversitesi Bilim Araştırma Projeleri Birimi tarafından
B-987 kodu ile desteklenmiştir.**

**Ocak 2010
KAYSERİ**

Yrd.Doç.Dr. Sevim TRKTEKİN danıřmanlıęında İmren AKSU tarafından hazırlanan “Bazı İlaç Etken Maddelerinin X-Iřınları Toz Kırımı Metodu ile İncelenmesi” adlı bu alıřma, jrimiz tarafından Erciyes niversitesi Fen Bilimleri Enstits Fizik Anabilim Dalı’nda Yksek Lisans tezi olarak kabul edilmiřtir.

26.01.2010

JRİ:

Başkan :Doç.Dr.Buket SAATÇİ

ye :Doç.Dr. Fevziye YAřUK

ye :Yrd. Doç. Dr. Sevim TRKTEKİN

Buket Saatçi
Fevziye Yařuk
Sevim Trktekin

ONAY:

Bu tezin kabul, Enstit Ynetim Kurulunun 01/02/2010 tarih ve 2010/05-05 sayılı kararı ile onaylanmıřtır.

01/02/2010

N. Aygldı
Prof. Dr. NUSRET AYILDIZ
Enstit Mdr

T.C.
ERCIYES ÜNİVERSİTESİ
BİLİMSEL ARAŞTIRMA PROJELERİ
KOORDİNASYON BİRİMİ

**BAZI İLAÇ ETKEN MADDELERİNİN X-IŞINLARI
TOZ KIRINIM METODU İLE İNCELENMESİ**

FBY-09-987

Tez Projesi, Yüksek Lisans

SONUÇ RAPORU

Proje Yürütücüsü:
Yrd. Doç. Dr. Sevim TÜRTEKİN
Fen Fakültesi / Fizik Bölümü

Araştırmacının Adı Soyadı
İmren AKSU / Fen Bilimleri Enstitüsü

Ocak 2011

KAYSERİ

TEŞEKKÜR

FBY-09-987 kodlu projemizde bize destek sağlayan Erciyes Üniversitesi Araştırma Projeleri Birimi'ne teşekkür ederiz.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa No
TEŞEKKÜR	2
ÖZET	5
ABSTRACT	6
1. GİRİŞ	7
2. GENEL BİLGİLER	8
2.1 Giriş	8
2.2. X-Işınlarının Elde Edilmesi	9
2.3. Elektromanyetik Spektrumda X-Işınlarının Yeri	10
2.4. Sürekli Spektrum	11
2.5. Karakteristik Spektrum	13
2.6. X-Işınlarının Soğurulması	16
2.7. X-Işınlarının Süzülmesi	18
2.8 Kristal yapılar	19
2.9 Kristal Sistemleri	20
2.10 Kristal Düzlemleri ve Miller İndisleri	21
2.11 Bragg Kanunu	23
2.12 Kristallerde Ters Örgü	25
2.13 X-Işınlarının Bir Elektron Tarafından Saçılması	27
2.14 X-Işınlarının Bir Atom Tarafından Saçılması	29
2.15 X-Işınlarının Birim Hücre Tarafından Saçılması	31
2.16 Yapı Çarpanı Hesapları	34

3. GEREÇ,YÖNTEM ve BULGULAR –Toz Kristal Kırınım Çalışmaları	36
3.1 Giriş	36
3.2 Amlodipin Besilat’ın Kullanım Alanları	37
3.3 Kristal Yapı Araştırması	38
3.4 Amlodipin Besilat’ın Kristal Yapısının Analitik Olarak İncelenmesi	41
3.4.1 Kübik Test	41
3.4.2 Tetragonal Test	45
3.4.3 Hekzagonal Test	49
3.4.4 Rombohedral Test	50
3.4.5 Ortorombik Test	51
3.4.6 Monoklinik Test	64
3.4.7 Triklirik Test	68
3.5 Pentoxifyllin’in Kullanım Alanları	68
3.6 Pentoxifyllin’in Kristal Yapısının Analitik Olarak İncelenmesi	69
3.6.1 Kübik Test	72
3.6.2 Tetragonal Test	74
3.6.3 Hekzagonal Test	77
3.6.4 Rombohedral Test	77
3.6.5 Ortorombik Test	77
3.6.6 Monoklinik Test	81
3.6.7.Triklirik Test	82
4. SONUÇ VE TARTIŞMA	85
5. KAYNAKLAR	

ÖZET

Amlodipin Besilat ve Pentoxifylline bileşiğinin kristal yapısını ve birim hücre parametrelerini tespit etmek amacıyla, Bruker AXS D8 Advance Model XRD difraksiyon cihazı ve Cu radyasyonu kullanılarak, 40 kV gerilim ve 40 mA akım ile $0.02^\circ/\text{sn}$ tarama hızı ile toz kırınım deseni elde edildi. Toz kırınım deseninden faydalanılarak analitik metot ve TREOR90 bilgisayar programı yardımıyla kristal sistemi, birim hücre parametreleri belirlendi ve toz kırınım desenindeki piklerin indislenmesi yapıldı.

Analitik metot ile Amlodipin Besilat'ın kristal yapısı ortorombik ve birim hücre parametreleri, $a=20,2288 \text{ Å}$, $b=15,2540 \text{ Å}$, $c=9,20001 \text{ Å}$ şeklinde bulundu. TREOR90 bilgisayar programı kullanılarak yapılan kristal yapı araştırmasında ise numunenin ortorombik yapıda olduğu tespit edildi. Birim hücre parametreleri, TREOR90 programı ile $a=20,22185 \text{ Å}$, $b=15,2660 \text{ Å}$, $c=9,2017 \text{ Å}$ olarak bulundu.

Analitik metot ile Pentoxifylline'in kristal yapısı Triklitik olarak bulundu. TREOR90 programı kullanarak yapılan kristal yapı araştırmasında da numunenin Triklitik yapıda olduğu tespit edildi. Birim hücre parametreleri $a=7,181425 \text{ Å}$, $b=7,588871 \text{ Å}$, $c=13,648069 \text{ Å}$ $\alpha=92,011734^\circ$, $\beta=60,02428^\circ$, $\gamma=110,729874^\circ$ olarak bulundu

ABSTRACT

In order to determine the crystal structure and unit cell parameters of Amlodipin Besilat and Pentoxifylline compound, powder diffraction pattern is maintained with a 40 mA current and 0.02°/s scanning speed by using Bruker Axs D8 Advance Model XRD diffraction machine and Cu radiation. By using powder diffraction pattern and with help of analytic method, TREOR90 computer programs. Indication of crystal system and unit cell parameters and indexing of diffraction pattern is done.

The orthorhombic and unit cell parameters of Amlodipin Besilat crystal structure is found as $a=20,2288 \text{ \AA}$, $b=15,2540 \text{ \AA}$, $c=9,20001 \text{ \AA}$ with analytic method. In the crystal structure research that uses TREOR90, programs, it is also found that our sample is in orthorhombic crystal structure. Unit cell parameters is found as $a=20,22185 \text{ \AA}$, $b=15,2660 \text{ \AA}$, $c=9,2017 \text{ \AA}$ with TREOR90.

Pentoxifylline crystal structure is found as triclinic with analytic method. In the crystal structure research was used TREOR90 computer programs. it is also found that our sample is in Triclinic crystal structure. Unit cell parameters is found as $a=7,181425 \text{ \AA}$, $b=7,588871 \text{ \AA}$, $c=13,648069 \text{ \AA}$ $\alpha=92,011734^\circ$, $\beta=60,02428^\circ$, $\gamma=110,729874^\circ$ with TREOR90.

1. GİRİŞ

Bir kristal yapının analizi, birim hücre parametreleri hangi kristal sisteme ait olduğu v.b. işlemler, çeşitli metotlarla yapılır. Bunlardan en etkili ve yaygın olanı X-ışını toz kırınım metodudur. Kristal yapı hakkında bilgi edinebilmek için yapılacak ilk işlem, X-ışınları toz kırınım deseninin çekilmesidir. Kırınım deseninde elde edilen veriler analitik metot veya bilgisayar programları yardımıyla incelenir, kristal hakkında istenilen bilgilere ulaşılır.

X-ışınları toz kırınım metodu uygulanan madde mutlaka kristal yapıda olmalıdır. Maddenin birim hücre parametrelerinin ve kristal yapısının bulunabilmesi için tek fazlı olmalıdır.

Bilinmeyen toz kırınım deseni analizinde ilk olarak spektrumda gözlenen tüm pikleri açıklayan bir kristal sistemi bulunmalıdır. Ayrıca indisleme işleminde kırınım desenine ait düzlemler arası mesafe(d), yansıma açısı(2θ) ve şiddet(I) bilgileri kullanılır, her pik değeri için Miller indisleri (hkl) bulunmaya çalışılır. Son olarak ($a, b, c, \alpha, \beta, \gamma$) örgü sabitleri hesaplanır.

Çalışmalarımızda kristal sistemini ve birim hücre parametrelerini X-ışınları toz kırınım yöntemiyle bulmayı amaçladığımız **Amlodipin Besilat** ve **Pentoxifylline** maddeleri ilaç endüstrisinde yer alan oldukça önemli bazı ilaçların etkin maddesidir. Yapılan literatür çalışmalarında bu maddelerin kristal yapılarıyla ilgili herhangi bir çalışma bulunmamıştır. **Amlodipin Besilat** ve **Pentoxifylline**'in kristal yapılarının ve birim hücre parametrelerinin belirlenmesi bunların kimyasal, tıbbi ve farmakolojik özelliklerinin anlaşılmasında kolaylık sağlayacaktır.

2. GENEL BİLGİLER

X-IŞINLARININ ELDE EDİLMESİ ve ÖZELLİKLERİ

2.1. Giriş

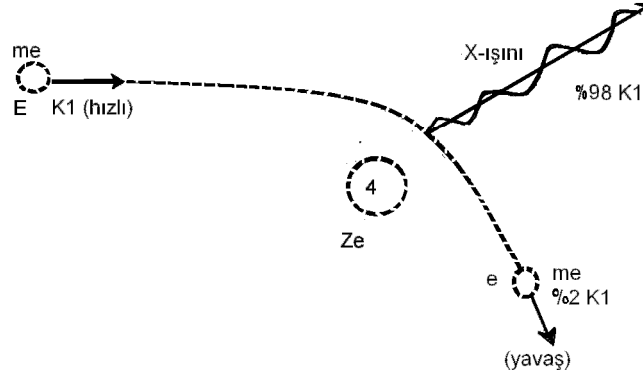
X-Işınları 1895 yılında Alman fizikçi Wilhelm Röntgen tarafından keşfedilmiştir. Bu ışınlar oldukça kısa dalga boylu elektromanyetik dalgalardır. Röntgen ışınları tıpta geniş bir uygulama alanı bulmuştur[1]. X-Işınlarını uygulamanın amacı onların maddeye nüfuz edebilme özelliğine bağlıdır. İnsan koluna gönderilen bir ele etkiyerek elde bulunan zedelenmeleri, kırıkları ekrana ya da filme koyu bir gölge şeklinde düşürebilir. Bu koyu gölgenin derecesi tamamıyla maddenin X-ışını geçirmesine bağlıdır. X-ışınına uzun süre maruz kalan bir vücut hücresi zarar görür fakat kanserli hücrelerin tedavisinde oldukça etkilidir[2].

1912 tarihine kadar X-ışınlarının önemi tam olarak anlaşılmış değildi. Kısa zamanda tabiatı tam anlaşılmadığı halde kullanım alanı buldu. X-ışınları doğru çizgiler boyunca yayılıyor, saydam olmayan cisimlerin içinden geçebiliyordu. Bu maddenin içyapısını incelemek isteyen fizikçiler ve mühendisler tarafından da incelendi.1912’de X-ışınlarının kristalden difraksiyonunun keşfedilmesi ile hem X-ışınının dalga yapıda olduğu ispatlandı; hem de maddenin içyapısını tetkik için yeni bir metot bulundu. Radyografinin kendisi çok önemli olup geniş bir tatbik alanı bulduysa da açıklayabileceği teferruat mertebesi 10 cm ile sınırlıdır. Oysa difraksiyon büyüklüğü 10^{-8} cm mertebesinde olan içyapının detaylarını bize sunar[3]. Max von Laune’ nin bir kırının ağının güneş ışınlarını kırınıma uğratmasına benzer şekilde X-ışınlarını kırınıma uğrattığını bulması ile kristal yapı içerisindeki atomların incelenebilmesi yolu bulundu[4].

X-Işınları bir kristalde kırınımına uğramış demetlerin şiddetlerinden faydalanarak hücre içindeki atomların düzenlenmesi hakkında bilgi edinmemizi sağlar[5].

2.2. X-ışınlarının Elde Edilmesi

X-ışınları kısa dalga boylu ($\lambda = 1 \text{ \AA}$) elektromanyetik ışınlardır. Vakum içerisinde metal hedeflerin hızlı elektronlarla dövülmesi yolu ile elde edilirler[4]. Şekil 2.1’de frenleme X-ışınlarının oluşum mekanizması görülmektedir.



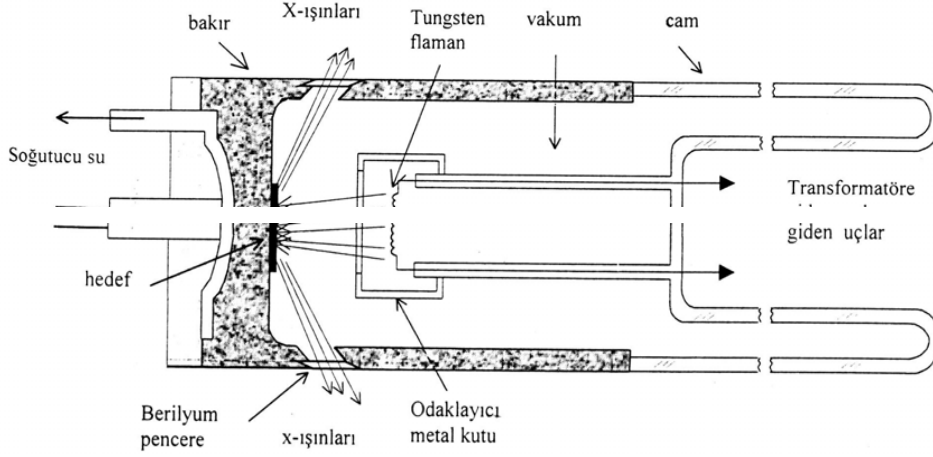
Şekil 2.1 Frenleme X-ışınlarının oluşum mekanizması

Herhangi bir X-ışını tüpünde bir elektron kaynağı, bir hızlandırıcı yüksek voltaj, bir metal hedef vardır. Ayrıca elektronların kinetik enerjilerinin çoğu hedefte ısı haline dönüştüğünden hedefin su ile soğutulması gerekmektedir.

X-ışını tüplerinde iki elektrot olmalıdır. Toprak potansiyelinde bir anot (metal hedef) ve difraksiyon çalışmaları için normal olarak 30.000 ile 50.000 Volt mertebesinde olan bir negatif yüksek voltajlı katot.

X-ışınları tüpleri elektronların elde edilmesi bakımından ikiye ayrılır: elektron kaynağı sıcak filaman olan filamanlı tüpler ve elektronları tüpün içindeki az miktardaki gazın iyonlaşmasından elde edilen gazlı tüpler. Gazlı tüpler ilk X-ışını tüpleridir, fakat günümüzde kullanım alanı yoktur.

Coolidge tarafından keşfedilen çok kullanılan filamanlı tüpler havası boşaltılmış ve bir ucundaki anodu diğer ucundaki katoddan izole eden cam ampullerdir. Katot bir tungsten filamandır ve anot bir ucuna istenilen metal hedef yerleştirilmiş su ile soğutulan bakır bloktur. Şekil 2.2 tüpün içyapısını göstermektedir.

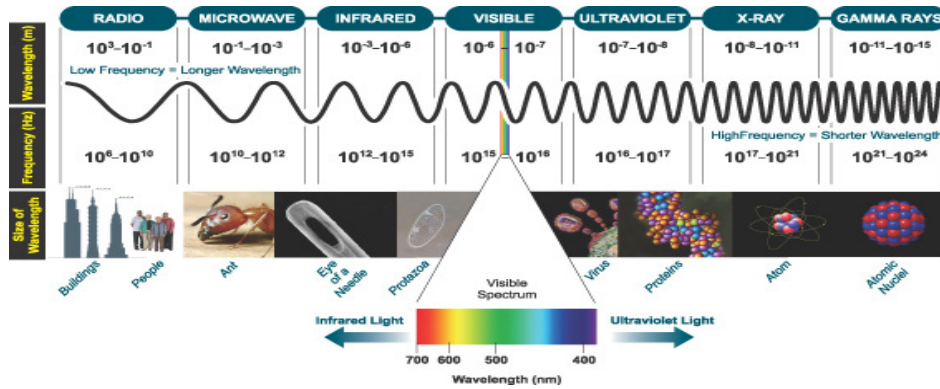


Şekil 2.2 Filamanlı Kapalı X-ışını Tüpünün Kesiti

Yüksek voltaj transformatörünün bir ucu toprağa bağlıdır ve hedef kendi soğutucu su bağlantısı ile topraklanmıştır. Filaman yaklaşık 3 Amperlik filaman akımı ile ısıtılır ve elektronları yayar. Bu elektronlar tüp içinde mevcut yüksek potansiyel farkı ile hedefe çekilir. Filamanın etrafında filamanla aynı yüksek voltajlı meta bir kutu vardır. Bu kutu elektronları iter ve hedefin odak noktası denilen dar bir bölgesinde toplanmasına yardım eder. X-ışınları odak noktasından bütün doğrultularda yayılır.

2.3. Elektromanyetik Spektrumda X-ışınlarının Yeri

X-İşınları ışıqla tamamen aynı özellikte fakat çok daha kısa dalga boylu elektromanyetik radyasyondur. X-ışınları bölgesinde ölçü birimi 10^{-8} cm ye eşit olan angstromdur.



Şekil 2.3 Elektromanyetik Spektrum

Difraksiyonda kullanılan X-ışınlarının dalga boyları takriben 0,5–2,5 angstrom arasındadır. Buna karşılık, görünen ışığın dalga boyu 6000 Å mertebesindedir. Bunun için X-ışınları bütün

elektromanyetik spektrum içinde morötesi ışınlarla gamma ışınları arasındaki bölgeyi işgal eder. Şekil2.3’ de X-ışınlarının elektromanyetik spektrumdaki yeri görülmektedir[3].

X-Işınları bölgesinde kendi içinde yumuşak (az girici) ve sert(çok girici) X-ışınları olmak üzere ikiye ayrılır[1].

2.4. Sürekli Spektrum

X-Işınları; Karakteristik X-ışınları ve Sürekli X-ışınları olmak üzere ikiye ayrılır. Sürekli X-ışınları bir ters fotoelektrik olay sonucu oluşurlar. Yani elektron gelir foton çıkar. V potansiyel altında hızlanan elektronun ilk kinetik enerjisi $K_i = eV$ olacağından tüm enerji X-ışınına dönüşür ise $K_s = 0$

$$h\nu_{\max} = eV \quad (2.1)$$

$$\nu_{\max} = c / \lambda_{\min}$$

$$\lambda_{\min} = hc / eV$$

$$\lambda_{\min} = \frac{(hc / e)}{V} = \frac{12400}{V} \text{ (Å)} \quad (2.2)$$

Sürekli spektrum beyaz ışıyım olarak da tanımlanır ve enerjisi hedef metalin atom ağırlığı ile kullanılan yüksek gerilim büyüklüğünün karesi ile orantılı olarak artar[4].

Bir atomda yapılan X-ışını ışımasında hem sürekli X-ışınları hem de karakteristik X-ışını vardır[6].

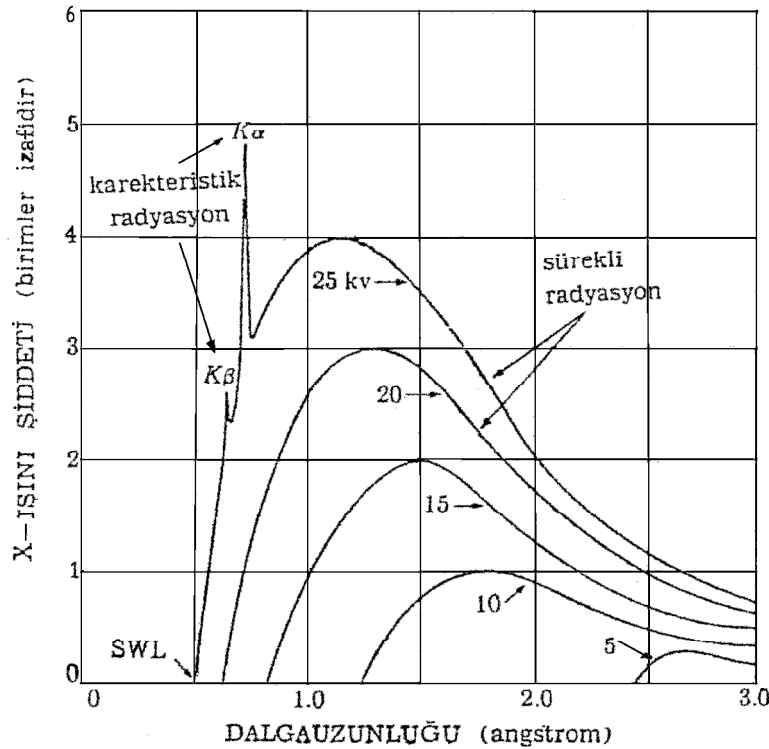
X-Işınları bir elektron kaynağı ve iki elektrot ihtiva eden bir X-ışını tüpünde oluşturulur demiştik. Bu elektrotlar arasında oluşturulan birkaç on bin voltluk yüksek voltaj, elektronları çabucak anot veya hedefe çeker ve elektronlar buraya çok yüksek hızlarla çarparlar. X-Işınları çarpışma noktasında hâsıl olur ve her doğrultuda yayılır. Hedefe çarpan elektronların kinetik enerjilerinin çoğu ısıya , % 1 den azıda X-ışınlarına dönüşür.

Bu hedeften gelen ışınlar incelendiğinde ışınların farklı dalga boylarının bir karışımı olduğu görülür, şiddeti dalga boyu ile değişimin tüp voltajına bağlı olduğu bulunur. Şekil 2.4’ te hangi cins eğriler elde edildiği gösteriliyor.

Burada şiddet en kısa dalga boyu sınırı (λ_{swl}) denilen belirli bir dala boyuna çıkıncaya kadar sıfırdır. Hızla maksimuma artar ve sonra uzun dalga boylarında keskin bir sınırı olmadan azalır.

Şekil 2.4'deki molibden hedef halinde tatbik edilen voltajın, 20 kV ve daha az değerine tekabül eden düzgün eğrilerle temsil edilen radyasyonlara heterokromatik, sürekli ya da beyaz ışıktaki olduğu gibi pek çok dalga boylarından meydana geldiğinden beyaz radyasyon denir.

Bir çarpışmada durdurulan elektronlar maksimum enerjili fotonları yani minimum dalga boyu X-ışınlarını meydana getirirler. Böyle elektronlar bütün eV kinetik enerjilerini foton enerjisine dönüştürürler. Dalga hareketine göre bu şekilde hasil olan X-ışınını frekansı ν_{max} 'dan daha küçük ve dalga boyu λ_{swl} 'den daha büyüktür. λ_{swl} 'den başlayıp yukarıya doğru giden bütün bu dalga boylarının hepsi sürekli spektrumu teşkil eder.



Şekil 2.4 Sürekli spektrumda şiddet –dalgaboyu ilişkisi

Şekil 2.4' deki eğrilerden biri altında kalan alan ile orantılı olan yayınlanan ışınların toplam enerjisi hedefin Z atom numarasına ve saniyede hedefe çarpan elektronların sayısının bir ölçüsü olan $\dot{I}$ tüp akımına bağlıdır. Toplam X-ışınları şiddeti;

$$I_{\text{sürekli spektrum}} = A\dot{I}ZV^m \quad (2.3)$$

ile verilmiştir.

Burada A bir orantı sabiti ve m değeri takriben 2 olan bir sabittir. Hedef sürekli spektrum şiddetine etki eder fakat dalga boyu dağılımına etki etmez.

K_{β_1} Sürekli radyasyonlar az miktarda bile olsa toz difraksiyon çalışmalarında probleme yol açabilir. Bunu minimize etmek için filtreler kullanılır[7].

2.5. Karakteristik Spektrum

Karakteristik X-ışını çizgileri W. H. Bragg tarafından keşfedilmiş ve H. G. Moseley tarafından sistematik hale konulmuştur.

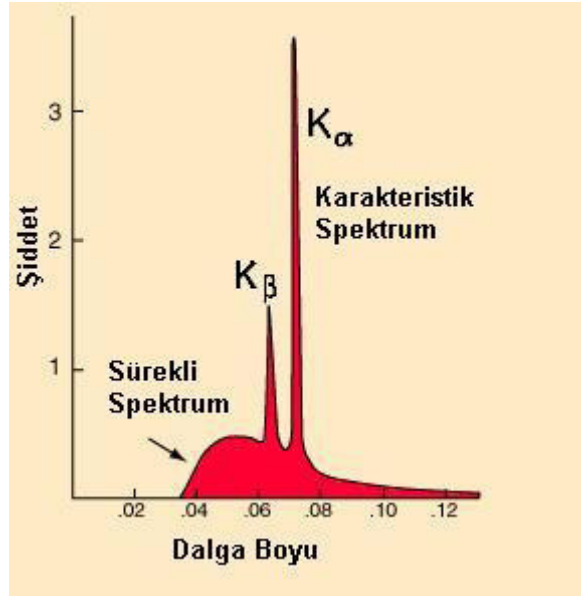
Bir X-ışınları tüpünde voltaj hedef metal için karakteristik alan belirli bir değerin üstüne yükseltirse belirli bazı dalga boylarında sürekli spektruma ilave olarak keskin şiddet maksimumları görülür. Bunlar çok dar ve dalga boyları kullanılan hedef metalin karakteristiği olduğundan bunlara karakteristik çizgiler denir. Bu çizgiler K, L, M gibi artan dalga boyları sırasında muhtelif takımlara ayrılır ve çizgilerin hepsi birden kullanılan hedef metalin karakteristik spektrumu teşkil ederler.

X-Işınlarının difraksiyonunda daima K çizgilerinin kullanılması adettir, daha uzun dalga boylu çizgiler kolayca absorbe edilirler. Normal bir difraksiyon çalışmasında yalnız üç en kuvvetli çizgi müşahade edilir. Bunlar K_{α_1} , K_{α_2} ve K_{β_1} dır. Molibden için bunların dalga boyları

$$K_{\alpha_1} : 0,70926\text{Å}$$

$$K_{\alpha_2} : 0,71354\text{Å}$$

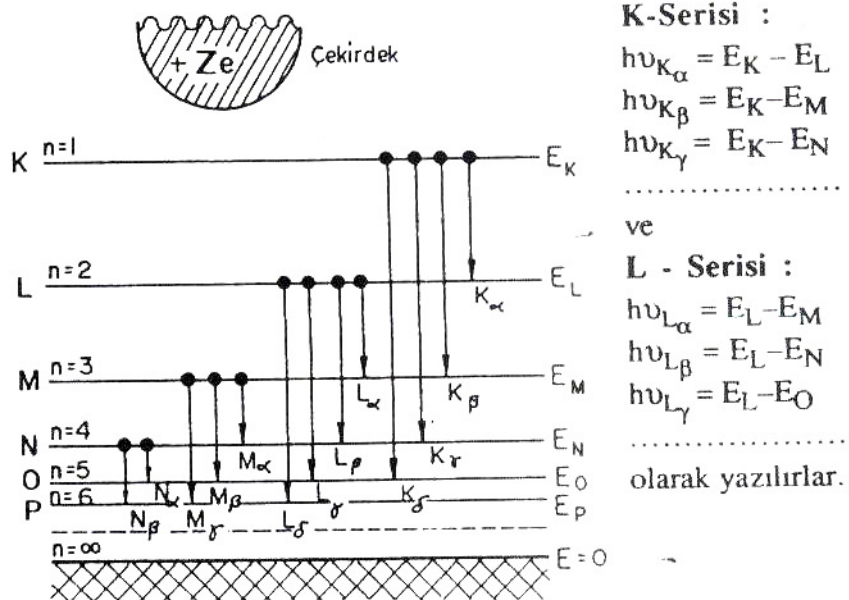
$$K_{\beta_1} : 0,63225\text{Å olur}[3].$$



Şekil 2.5 X-ışınlarının karakteristik spektrumu

Buradaki K_{α} ve K_{β} çizgileri atomun karakteristik X-ışını çizgileridir.

Karakteristik X-ışınları aslında $\alpha, \beta, \gamma, \dots$ şeklinde bir seri olarak gözlenirler. Hatta bunlar K-serisi, L-serisi... gibi adlandırılır. Bu serileri açıklamak üzere Şekil 2.6' yı inceleyelim.



Şekil 2.6 X-ışınlarında K, L, M ve N serilerinin oluşumu.

Karakteristik bir X-ışını çizgilerinin oluşabilmesi için ilgili seviyede elektron boşluğu olmalı ve yukarıdaki ilk seviyeden oraya atlamalar (geçişler) olmalıdır[6].

Hedefi bombardıman eden elektronlardan biri yeteri derecede kinetik enerjiye sahip ise K kabuğundan dışarıya bir elektron fırlatılabilir ve atomu uyarılmış hale geçirir. Daha dıştaki elektronlardan biri K kabuğundaki boşluğa düşer ve bu işlemde enerji neşredilir. Atom bir defa daha normal enerji durumuna geçer. K kabuğu boşluğu ya L ya da M kabuğundan doldurmak mümkündür. Boşluğun L elektronu ile doldurulması bir M elektronu ile doldurulmasından daha kolaydır. K çizgisini diğer çizgileri uyarımadan, uyarmaya imkân yoktur.

Karakteristik radyasyon için bir kritik uyarıma potansiyeline ihtiyaç vardır. K radyasyonu tüp voltajı, bombardıman eden elektrona hedef atomun K kabuğundaki bir elektronu dışarı fırlatacak kadar bir enerji temin edilmedikçe uyarılamaz.

W_K bir K elektronunu koparabilmek için lazım olan iş ise elektron için lazım olan kinetik enerji;

$$\frac{1}{2} m V^2 = W_K \quad (2.4)$$

eşitliği ile verilir.

Bir L elektronu koparabilmek için bir K elektronunu koparmak için lazım olandan daha az enerji lazımdır. Çünkü birinci çekirdekten daha uzaktadır; bundan anlaşılır ki L uyarıma voltajı K'ninkinden daha aşağıdır [3].

Dalga teorisiyle en şiddetli pik olan K_α 'nın ikiye ayrılarak çiftlenmesi açıklanamamıştır.

Kuantum teorisiyle karakteristik X-ışınlarının spektrumu açıklanabilmektedir. Spin yörünge etkileşmesi(K kabuğundan başka) kabukların enerji düzeylerini yarar. L kabuğunda $\ell=0$ olan elektronun bağlanma enerjisi en büyüktür. $\ell=1$ ve $\ell=\frac{1}{2}$ olan ondan sonra gelir ve daha sonra

$\ell=1$ ve $\ell=\frac{2}{3}$ olan gelir. Bu üç düzey sırasıyla L_1 , L_2 , L_3 olarak işaretlenir. Böylece $\ell \neq 0$

olan her enerji düzeyi birbirine yakın iki değere ayrışır. $J=0$ için ise J ancak $\frac{1}{2}$ olabilir.

Bunlardan $J=\frac{+1}{2}$ yukarı itilirken diğeri aşağı itilir[8].

2.6. X-ışınlarının Soğurulması

X-Işınları maddenin herhangi bir şekli ile karşılaşınca kısmen geçirilir ve hemde absorbe edilirler. Bir X-ışını demeti homojen bir cisim içinden geçerken, demetin I şiddetindeki nisbi azalma alınan x mesafesi ile orantılıdır. Diferansiyel şekli ile

$$-\frac{dI}{I} = \mu dx \quad (2.5)$$

olur.

μ orantı sabitine çizgisel absorpsiyon katsayısı denir. Kullanılan cisme, cismin yoğunluğuna ve X-ışınlarının dalga boyuna bağlıdır. Bu denklemin integrali

$$I_x = I_o e^{-\mu x} \quad (2.6)$$

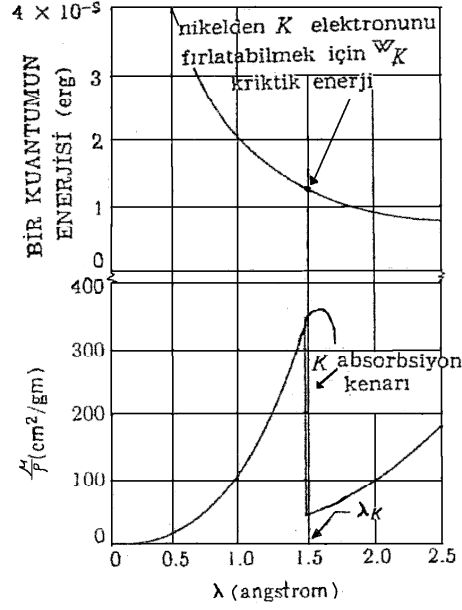
Olur ki bu eşitlikteki I_o gelen X-ışınları demetinin şiddeti ve I_x demetin x kadarlık bir kalınlığı geçtikten sonraki şiddetidir.

Soğurma katsayısının dalga boyu ile değişimi X-ışınları ile atomların karşılıklı etkisi hakkında bilgi verir. Şekil 2.7' nin alttaki eğrisi bu değişimi nikel soğurucu için gösteriyor. Bütün cisimler için eğriler buna benzer. Eğri soğurma kenarı denilen keskin bir süreksizlikle ayrılmış benzer iki koldan meydana gelmiştir.

Kısa dalga boylu X-ışınları çok nüfuz edicidir ve bunlara serttir denir. Uzun dalga boylu X-ışınları kolayca soğurulabilir ve bunlara yumuşaktır denir.

Madde X-ışınlarını iki farklı fazda absorbe eder. Saçarak ve soğurarak. Bu iki işlem birlikte $\frac{\mu}{\rho}$ miktarı ile ölçülen toplam soğurmayı teşkil eder. X-Işınlarını atomlar tarafından saçılması

her doğrultuda olur ve saçılan demet geçirilen demet içerisinde bulunmadığından geçirilen demet düşünüldüğü müddetçe soğurma edilmiştir denir.

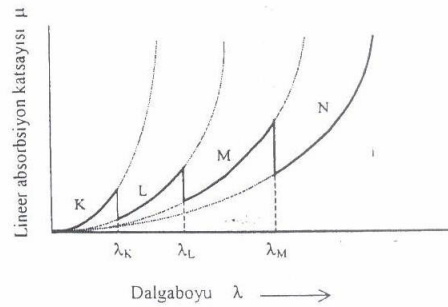


Şekil 2.7 Bir X-ışını kuantumu ve nikelin kütle soğurma katsayısının dalga boyu ile değişimi[3].

Toplam soğurma, taneciklerin genel durumunun hiç dikkate alınmadığı materyaller için farklı atom türlerinin ışıma sırası önemsenmeden bulunur. Böylece çizgisel soğurma sabiti materyalin yoğunluk bilgisinden hesaplanabilir.

$$\mu = d \sum_a p_a \left(\frac{\mu}{\rho} \right)_a \quad (2.7)$$

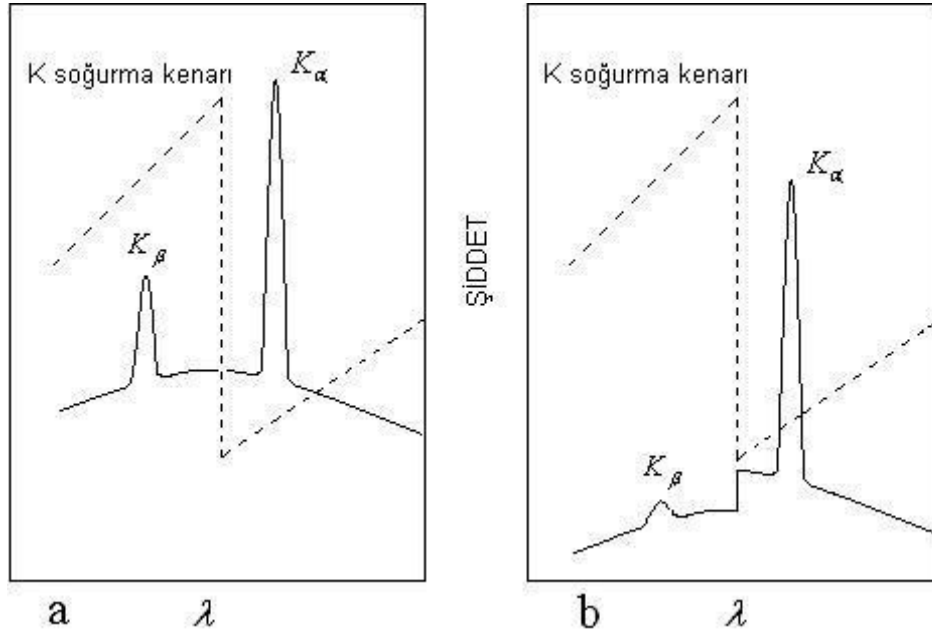
d materyalin yoğunluğudur. P_a Materyaldeki A elementinin ağırlık kesridir. $\left(\frac{\mu}{\rho} \right)_a$ parçacığın kendi kütle soğurma katsayısıdır. ρ ise yoğunluktur[7]. Belli bir madde için μ ' nün dalga boyu ile değişimi Şekil 2.8' de verilmiştir[8].



Şekil 2.8 Bir maddenin lineer soğurma katsayısını X-ışını dalga boyuna bağlı olarak gösteren grafik.

2.7. X-Işınlının Süzülmesi

Birçok X-ışınları difraksiyon deneyi monokromatik (tek dalga boyu) X-ışınları ile yapılır. Kritik voltajın (V_k) üstündeki bir voltajda çalışan X-ışını tüpü sadece kuvvetli K_α çizgisini değil aynı zamanda K_β çizgisini ve sürekli spektrumu ihtiva eder. Bu istenmeyen bileşenlerin şiddetleri K_α çizgisinin şiddetine göre, demeti K soğurma kenarı hedef metalin K_α ve K_β dalga boyları arasında olan bir maddeden yapılmış süzgeçten geçirilerek azaltılabilir. Soğurma katsayısının bu iki dalga boyu arasında aniden değişmesi sebebiyle seçilen süzgeç K_β bileşenini K_α 'dan çok daha fazla soğurur. Süzmenin etkisi Şekil 2.9' da gösterilmiştir.



Şekil 2.9 Bakır Radyasyonunun Bir Nikel Süzgeçten;

a-) Süzgeçten Geçmeden Önce.

b-) Süzgeçten Geçtikten Sonra.

Bu şekilde bakır hedefin ($Z=29$) verdiği demetin süzölmüş ve süzölmemiş kısmi spektrumu nikel süzgecin ($Z=28$) kütle soğurma katsayısının üstüne çizilmiş olarak görülüyor. Süzgeç ne kadar kalın olursa demetin geçirilen kısmındaki K_β 'nın şiddetinin, K_α şiddetine oranı o kadar küçük olur. Süzme, süzgeç ne kadar kalın olursa olsun hiç bir zaman mükemmel

olamaz. K_β 'nın yok edilmesi ile K_α 'nın şiddetindeki zayıflama arasında bir taviz ile yetinilebilir[3].

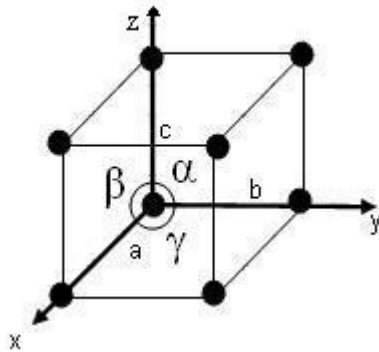
2.8 Kristal Yapılar

Bir katı içerisinde atomların nasıl düzenlendiği yaklaşık 200 yıl önce mineraloglar elde etmişlerdir. Verilen bir maddenin kristallerinin karakteristik şekiller sergilediklerini görmüşlerdir. Bu keşif, Fenchman Rene-Just Hau'ya kristallerin aynı yapı taşlarından oluştuğunu ve bunların belli bir düzen içerisinde dizilmiş olduğunu keşfetme imkânı verdi. Kristalin bütün yüzeyleri yapı taşlarının şekline ve onların kristali oluşturmak üzere diziliş şekline bağlıdır [9].

İdeal bir kristal özdeş yapı taşlarının uzayda sonsuza kadar dizilişi ile oluşur. Bakır, gümüş, altın, demir gibi basit kristallerde en küçük yapısal birim tek atomdur. Fakat en küçük yapısal birim birkaç atom veya molekül olabilir.

Bütün kristallerin yapısı bir örgü ile tanımlanır. Bu örgülerin her düğüm noktasında bulunan atomlar grubuna baz adı verilir. Bazın uzayda tekrarlanmasıyla kristal oluşur[10].

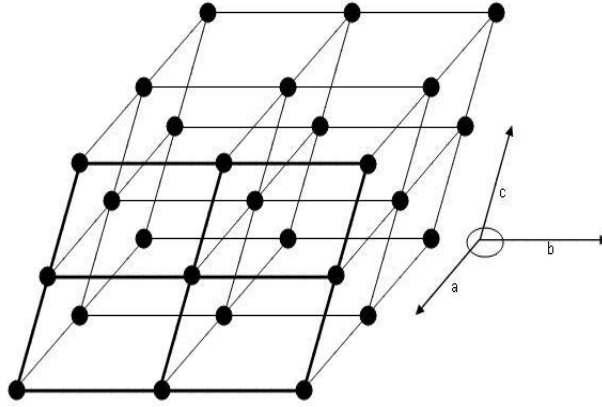
Kristal koordinat eksenlerinin doğrultuları, başlangıç noktasındaki örgü noktası bunun en yakın üç komşusuna birleştirerek tanımlanır. Şekil 2.10 Kristalografik x, y ve z eksenleri boyunca olan en yakın örgü noktalarının mesafeleri ve doğrultuları üç tane a, b, c örgü vektörü tarafından belirlenir. Örgü a, b, c'nin uzunlukları ile bunların arasındaki α , β ve γ açıları verilerek belirlenir[11].



Şekil 2.10 Üç boyutlu bir kristal örgüsü için Kristalografik eksenler ve birim hücre

Atomların ortaya çıkardığı düzeni bir nokta ile gösterecek olursak üç boyutta oluşan kristal, noktalardan yapılmış bir kafes gibi düşünülebilir. Şekil 2.11’de bir kristal örgü örneği görülmektedir.

Örgü oluşturan her bir noktanın çevresinde nasıl bir düzen varsa diğer noktaların çevresinde de aynı düzenin bulunduğu görülür[12].



Şekil 2.11 Bir kristal örgü örneği

Gerçek katılar çok seyrek olarak büyük ve kusursuz tek kristaller halinde bulunurlar. İdeal mükemmel kristal bulmak zordur[13].

2.9. Kristal Sistemleri

Üç boyutta atom veya atom grupları arasındaki birbirinin aynı olan uzaklıkları $\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$ vektörleri ile tanımladığımızda üç boyutta herhangi bir nokta;

$\vec{r}_{uvm} = u\vec{a} + v\vec{b} + w\vec{c}$ ötelemesi ile belirlenir. $\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$ vektörleri kristalin eksenlerini oluştururlar

ve bu vektörler birbirlerine dik olabilecekleri gibi aralarında birbirinden farklı açılarda

bulunabilirler. Bu vektörlerin uzunlukları ile aralarındaki açılar belirli bir kristalin

özelliklerini ortaya koyarlar. Vektörlerin uzunlukları ile birbirine eşit veya eşit olmama

durumları ve aralarındaki açılar düşünülürse, birbirinden farklı 14 değişik şekil ortaya çıkar.

Kristallerdeki örgü kavramını belirleyen ilk gösterim Bravais tarafından bulunduğu için 14

değişik örgü çeşidine Bravais örgüleri adı verilmiştir. Sonsuz sayıda farklı kristal yapı

olmasına karşı yalnızca 14 farklı örgü şekli vardır[12]. 14 Bravais örgü Şekil 2.12’ de gösterilmiştir.

Kristal Sistemi	Birim Örgüler			
Monoklinik	Basit $a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$	Taban merkezli $a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$		
				
Ortorombik	Basit $a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Taban merkezli $a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Cisim merkezli $a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Yüzey merkezli $a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
				
Hekzagonal				
Rombohedral (trigonal)				
Tetragonal	Basit $a = b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Cisim merkezli $a = b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$		
				
Triklinik				
Kübik (isometric)	Basit $a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Cisim merkezli $a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	Yüzey merkezli $a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$	
				

Şekil 2.12 14 Bravais Örgüsüne ait birim hücreler

Ayrıca 7 kristal sistemi ve 14 Bravais örgüsü Tablo 3.1’ de topluca gösterilmiştir. Bu tabloda a) Basit örgü, sadece köşelerinde örgü noktalarına, b) Cisim-merkezli örgü, köşelerdekine ilave olarak hücrenin merkezinde bir örgü noktasına c) Yüz-merkezli örgü, örgü köşelerindekine ilave olarak hücrenin her yüzünün merkezinde bir tane olmak üzere altı ilave örgü noktasına sahiptir[13].

Tablo 3.1 Yedi Kristal Sistemi ve 14 Bravais Örgü

kristal sistemi	Bravais Örgü	birim hücre özellikleri	tanıtıcı simetri elemanları
triklinik	basit	$a \neq b \neq c$ $\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90$	yok
monoklinik	basit taban-merkezli	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = 90 \neq \gamma$	bir adet 2–kat dönme eksen
ortorombik	basit taban-merkezli cisim-merkezli yüz-merkezli	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90$	üç adet karşılıklı dik 2–kat dönme eksen
tetragonal	basit cisim-merkezli	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90$	bir adet 4–kat dönme eksen
kübik	basit cisim-merkezli yüz-merkezli	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = 90$	küb köşegenleri boyunca dört adet 3–kat dönme eksen
trigonal (rombohedral)	basit	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma \neq 90$	bir adet 3–kat dönme eksen
hekzagonal	basit	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = 90$ $\gamma = 120$	bir adet 3–kat dönme eksen

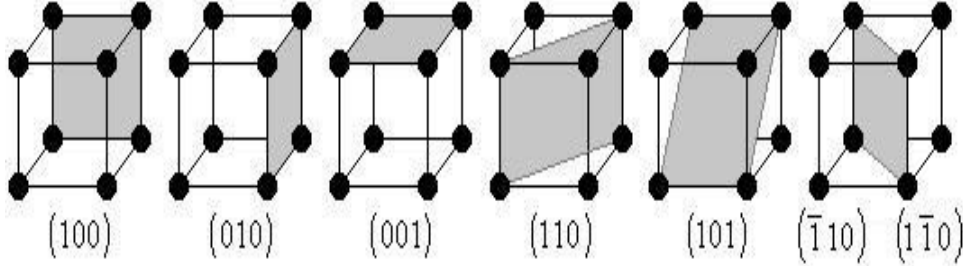
2.10. Kristal Düzlemleri ve Miller İndisleri

Kristallerde, kolaylık için doğrultuları ve düzlemleri göstermek üzere bazı yol gösterimler kullanılır[12].

Miller indisleri İngiliz Kristalograf Miller tarafından geliştirilmiş bir yöntemdir ve sembolik olarak gösterilebilir. Bu yöntemde göre kristal içerisindeki yüzeyler ve düzlemler herhangi bir başlangıç noktası belirtmeden tanımlanabilir. Bu düzlemin Miller indislerini bulabilmek için öncelikle düzlemin birim hücre eksenleri ile kesişme noktaları bulunur. Sonra bu noktalara ait uzaklığın birim hücrenin koordinatlarına oranı belirlenir. Bu oranın tersi alınır ve bulunan sayılar hepsi küçük tamsayılar olacak şekilde ortak bir sayı ile çarpılır. Bulunan sayılar ortak parantez içerisinde toplanır[14].

Kristal düzlemlerinin tayinindeki genel olarak kaideler kısaca

- 1-Birim vektörlerin a, b, c düzlemler tarafından hangi değerlerde kesildiğini tespit ederiz.
- 2-Bulunan değerlerin tersini alırız
- 3-Aynı orana sahip olmak üzere bu değerleri en küçük değerlere h, k, ℓ ye indirgeriz
- 4-h,k, ℓ değerleri Miller indisleri olarak adlandırılır ve (hkl) şeklinde gösterilir. Bazı düzlemlerle ve bunlara ait Miller indisleri Şekil 2.13' de gösterilmiştir.



Şekil 2.13 Birim hücre vektörlerini kullanarak bir kübik örgüde bazı kristal düzlemleri ve Miller indisleri

Eğer düzlem verilen eksene paralel ise buna tekabül eden Miller indisi sıfırdır. Düzlem eksenini negatif değerlerde keserse, bu indisin üzerine bir çizgi çizerek gösterilir. $(\bar{1}11)$ gibi. Miller indisleri aslında tek bir düzlemi değil paralel düzlem takımlarını gösterir. Düzlem takımları $\{h, k, \ell\}$ şeklinde gösterilir. Örneğin $\{100\}$ düzlemi kübik sitemde (100), (010), (001) takım düzlemlerini ifade eder [9].

2.11. Bragg Kanunu

Bragg, paralel örgü düzlemleri tarafından saçılan X-ışılarının yapıcı girişimi için gerekli olan koşulu türetti. Şekil 3.5(a)'da görüldüğü gibi düzlem takımının bir düzlemine θ açısı ile gelen X-ışınlarını göz önüne alalım. Bu şekil, AC ve DB uzaklıkları eşit ise düzlemdeki iki ardışık A ve B örgü noktalarından saçılan dalgaların yapıcı bir girişimi olacağını açıklar. Saçılan dalga, gelen dalga gibi, düzlemde aynı θ açısını yaparsa durum belirtildiği gibi olur. Böylece kırınıma uğramış dalga düzlemde yansımış gibi bir izlenim bırakır. Yansıma şartı X-ışını demetinin 2θ açısı kadar sapmasını gerektirir.

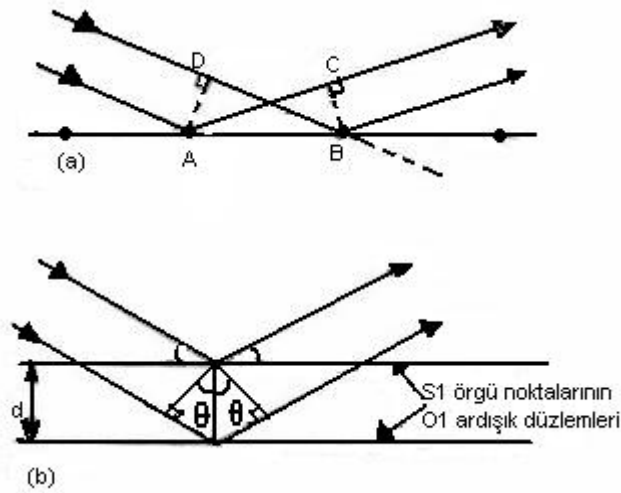
Tek bir düzlemde gerçekleşen koherent saçılma bir kırınım maksimumu elde etmek için yeterli değildir. Aynı zamanda ardışık düzlemlerden de aynı fazda saçılma gerçekleşmelidir. İki ardışık düzlemde olan saçılmalarda yol farkı, dalga boyunun tam katı ise bu durum gerçekleşecektir. Şekil 2.14 (b)' den

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (2.8)$$

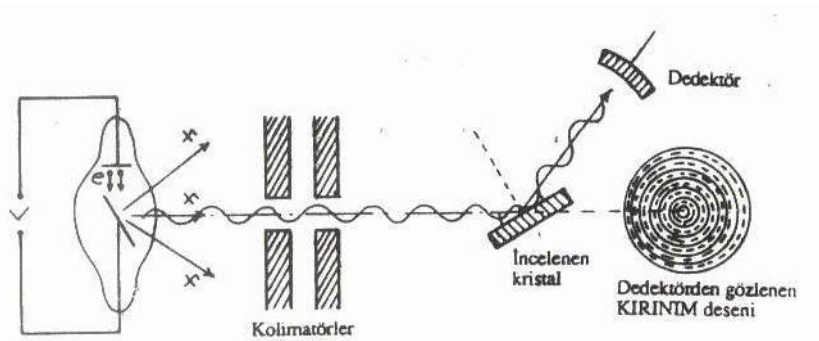
İse bu durumun gerçekleştiği görülür. Burada d düzlemler arası uzaklık ve n bir tamsayıdır.

Bu Bragg yasasıdır.

Herhangi bir örgü düzlem takımından kırınıma uğramış demetler sadece Bragg yasasının izin verdiği belli açılarda gerçekleşir.



Şekil 2.14 Bragg kanunun ispatı a) Düzlemdeki A ve B ardışık örgü noktalarından geçen X-ışınlarının saçılması $AC=DB$ ise aynı fazda olur ve burada saçılan demet, gelen demetin yaptığı gibi düzlemle aynı θ açısını yapar b) Ardışık düzlemlerden X-ışınlarının saçılması, $2d \sin \theta$ yol farkı $n\lambda$ dalga boyunun tam katı ise aynı fazda olur. Son olarak kristal yüzeyden elde edilen kırınım deseni Şekil 2.15 de görülür.



Şekil 2.15 Kristal yüzeyden elde edilen kırınım deseni ve deneysel düzeneği[15].

2.12. Kristallerde Ters Örgü

Her kristal yapısına bağlı olarak iki örgü vardır. Kristal örgü ve ters örgü. Bir kristalden oluşan X-ışını kırınım saçakları, kristal ters örgüsünün birer resmidir. Eğer bir mikroskop görüntüsünü yeterince büyültebilseydik kristal yapının gerçek uzaydaki örgüsünü görecektik. Bu iki örgü birbirine bağımlıdır. Bir kristali döndürdüğümüzde hem gerçek örgüyü hem de ters örgüyü döndürmüş oluruz.

Gerçek örgüdeki vektörlerin boyutu uzunluk, ters örgüdekilerin boyutu ise 1/uzunluk olur. Ters örgü kristalin Fourier uzayındaki örgüsüdür. Dalga vektörleri daima Fourier uzayında çizilir. Her noktanın dalgayı tamamlayıcı bir özelliği vardır[10].

Bir kristalin her bir yüzeyi (hkl) için normalin uzunluğu;

$$\sigma_{hkl} = \frac{1}{d_{hkl}} \quad (2.9)$$

Ve kristal örgünün üç a, b, c eksenı olursa bu örgüdeki bir birim hücrenin hacmi b ve c kenarlarının oluşturduğu alan ile yüksekliđin çarpımıdır.

$$V = \text{alan} \cdot d_{100}$$

$$\frac{1}{d_{100}} = \frac{\text{Alan}}{V} \quad (2.10)$$

Vektör gösteriminde yüzeyin normali birim vektör n ile temsil edilir, böylece denklem(2.9)

$$\sigma_{hkl} = \frac{1}{d_{hkl}} n \quad (2.11)$$

olur

$$\frac{1}{d_{100}} n = \frac{bxc}{V} \quad (2.12)$$

yazılır.

(2.11)ve(2.12) denklemi düzenlenirse

$$\sigma_{100} = \frac{1}{d_{100}} n = \frac{bxc}{a(bxc)} \quad (2.13)$$

elde edilir.

Benzer ifadeler σ_{010} ve σ_{001} içinde yazılır. Bu üç vektör 3 ters eksen olarak seçilir.

$$\begin{aligned} a^* &= \sigma_{100} = \frac{bxc}{a(bxc)} \\ b^* &= \sigma_{010} = \frac{cxa}{a(bxc)} \\ c^* &= \sigma_{001} = \frac{axb}{a(bxc)} \end{aligned} \quad (2.14)$$

Ters eksenler ile kristal eksenleri arasında basit bir ilişki vardır:

a^* , b ve c'ye diktir.

b^* , a ve c'ye diktir

c^* , a ve b'ye diktir.

Buradan;

$$\begin{array}{lll} a^* . b = 0 & a^* . c = 0 & a^* . a = 1 \\ b^* . c = 0 & b^* . a = 0 & b^* . b = 1 \\ c^* . a = 0 & c^* . b = 0 & c^* . c = 1 \end{array} \quad (2.15)$$

Herhangi ters örgü noktası hkl 'ye ulaşmak için biri, a^* boyunca h birim vektörüne, b^* boyunca k birim vektörüne ve c^* boyunca l birim vektörüne gider. Buna göre ters örgü vektörü;

$$\sigma_{hkl} = h a^* + k b^* + l c^* \quad (2.16)$$

olur[16].

2.13. X-Işınlarnn Bir Elektron Tarafından Saçılması

Bir X-ışını demeti vasıtasıyla salınma koyulmuş olan bir elektron, hareketi esnasında sürekli olarak hızlanmakta ve yavaşlamaktadır. Böylece elektromanyetik dalga yayınlar ve bir elektron X-ışınlarını saçtığı ortaya çıkar. Saçılan demet gelen demetle aynı dalga boyuna sahiptir ve onunla koherenttir. Çünkü saçılan demetle onu oluşturan gelen demetin fazları arasında belirli bir bağıntı vardır.

Thompson'un bulduğu bir bağıntıya göre yükü e ve kütlesi m olan bir tek elektronun saçtığı demetin I şiddetinin elektrondan r kadar mesafede

$$I = I_0 \frac{e^4}{r^2 m^2 c^4} \sin^2 \alpha \quad (2.17)$$

olduğu bulunmuştur. I_0 gelen demetin şiddeti, c ışık hızı ve α saçılma doğrultusu ile elektronun ivme doğrultusu arasındaki açıdır.

Bir X-ışını tüpünden çıkan radyasyon gibi polarize olmayan gelen demet, yz düzleminde doğrultusu tesadüf bir E elektrik vektörüne sahiptir. Bu demet elektrik vektörleri E_y ve E_z olan iki düzlem bileşene ayrılır ki;

$$E^2 = E_y^2 + E_z^2 \quad (2.18)$$

E 'nin doğrultusu keyfi olduğundan ortalama olarak $E_y = E_z$ ve

$$E_y^2 = E_z^2 = \frac{1}{2} E^2 \quad (2.19)$$

olacaktır.

Gelen demetin bu iki bileşeninin şiddetleri kendi elektrik vektörlerinin kareleri ile orantılıdır. Çünkü E dalganın genliğidir ve bir dalganın şiddeti genliğin karesi ile orantılıdır.

$$I_{oy} = I_{oz} = \frac{1}{2} I_o \quad (2.20)$$

yazılabilir.

Gelen demetin y bileşeni elektrona O_y doğrultusunda ivme verir. Bu sebeple bu bileşen p noktasındaki şiddeti 1 denkleminde $\alpha = \frac{\pi}{2} - \theta$ olduğundan

$$I_{py} = I_{0y} \frac{e^4}{r^2 m^2 c^4} \quad (2.21)$$

Olarak bulunan bir saçılmış demet verir. Benzer şekilde 2 bileşenini şiddeti için $\alpha = \frac{\pi}{2} - 2\theta$ olduğundan

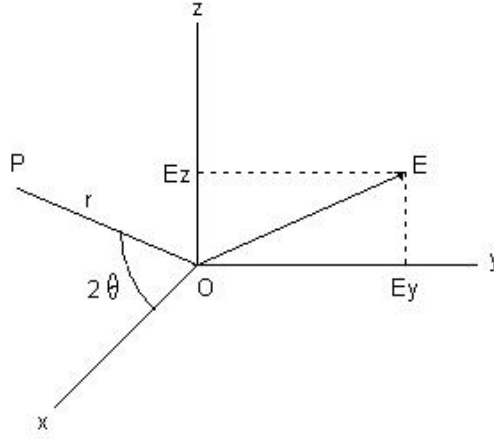
$$I_{pz} = I_{0z} \frac{e^4}{r^2 m^2 c^4} \cos^2 2\theta \quad (2.22)$$

bulunur.

P' deki toplam saçılmış şiddet bu iki bileşeni toplayarak bulunur.

$$\begin{aligned} I_p &= I_{py} + I_{pz} \quad (2.23) \\ &= \frac{e^4}{r^2 m^2 c^4} (I_{0y} + I_{0z} \cos^2 \theta) \\ &= \frac{e^4}{r^2 m^2 c^4} \left(\frac{I_o}{2} + \frac{I_o}{2} \cos^2 \theta \right) \\ I_p &= I_o \frac{e^4}{r^2 m^2 c^4} \left(\frac{1 + \cos^2 2\theta}{2} \right) \quad (2.24) \end{aligned}$$

Bu denklem bir tek elektronun X-ışınlarını saçma denklemdir. Şekil 2.16'da X-ışınlarının elektron tarafından saçılması gösterilmektedir.



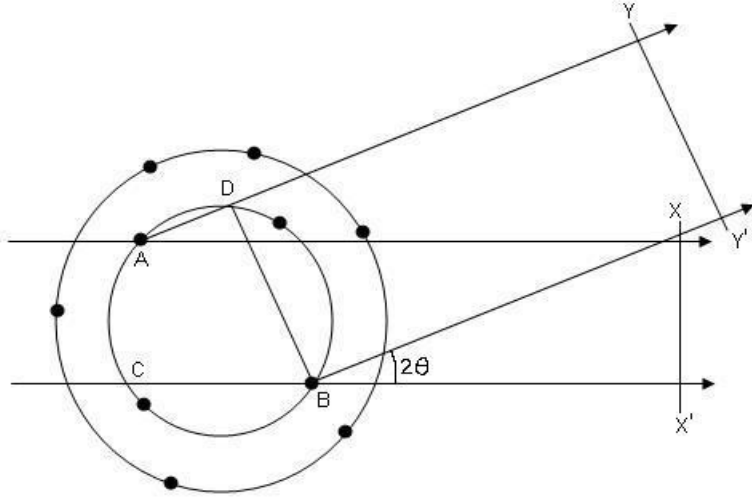
Şekil 2.16 X-Işınlarının bir tek elektron tarafından saçılması

Son denklemde e , r , m ve c sabitlerinin değerleri yerine koyulursa saçılan demetin şiddetinin gelen demetin şiddetinin çok küçük bir kesri olduğu görülür. Denklemdaki son çarpan dışında diğerleri sabittirler. $\frac{1}{2}(1 + \cos^2 2\theta)$ çarpanına polarizasyon faktörü denir. Polarizasyon faktörü bütün şiddet hesaplarında vardır [17].

2.14. X-Işınlarının Bir Atom Tarafından Saçılması

Bir atom üzerine X-ışını demeti yollandığında atomun elektronlarının her biri, radyasyonunun bir kısmını saçar. Çekirdeğin de bir yükü olduğundan gelen demetin etkisi altında salınım yapabileceği için koharent saçılmasında rol oynayacağı düşünülür. Ancak çekirdek bir elektrona nazaran çok büyük bir kütleye sahiptir ve önemli bir titreşim yapamaz. Buradan bir atomun Koharent saçmasını sadece bu atomun elektronları meydana getirir. Bir atomun saçtığı dalga elektronlarının saçtığı dalgaların basit bir toplamı olur. Atom numarası Z olan bir atom yani Z tane elektronu olan bir atomun saçtığı dalganın genliği bir elektronun saçtığı dalganın Z katıdır. Eğer saçılma ileriye doğru ise $2\theta = 0$ atomun elektronlarının hepsinin saçtığı dalgalar aynı fazdadırlar ve saçılan dalgaların genlikleri doğrudan doğruya toplanabilir. Bu diğer seçilen doğrultuları için geçerli değildir.

Merkezdeki çekirdek etrafında düzenlenmiş olan elektronların nokta halinde gösterildiği Şekil 2.17'yi incelersek;



Şekil 2.17 Bir Atomun X-Işınlarını Saçması

A ve B elektronlarının öne doğru saçtığı dalgaların XX' gibi bir dalga cephesi üzerindeki fazları aynıdır çünkü dalgaların her biri saçılmadan önce ve sonra aynı yolu gitmiştir. Oysa şekilde gösterilmiş olan diğer saçılmış dalgaların (CB-AD) ye eşit bir yol farkı vardır. YY' gibi bir dalga cephesi üzerinde yol farkı bir dalga boyundan az olduğu için farklı fazlarda bulunmaktadır.

Bir atomun verilen bir doğrultudaki saçmasının verimi f atomik saçma faktörü denilen bir miktarla belirtilir. Bu miktar genliklerin oranıdır

$$f = \text{bir atomun saçtığı dalga'nın genliği} / \text{bir elektronun saçtığı dalga'nın genliği} \quad (2.25)$$

İleri yönde saçan bir atom için $f=Z$ olduğu açıktır. θ arttıkça elektronların saçtığı dalgalar arasındaki faz farkı artar ve f azalır[17].

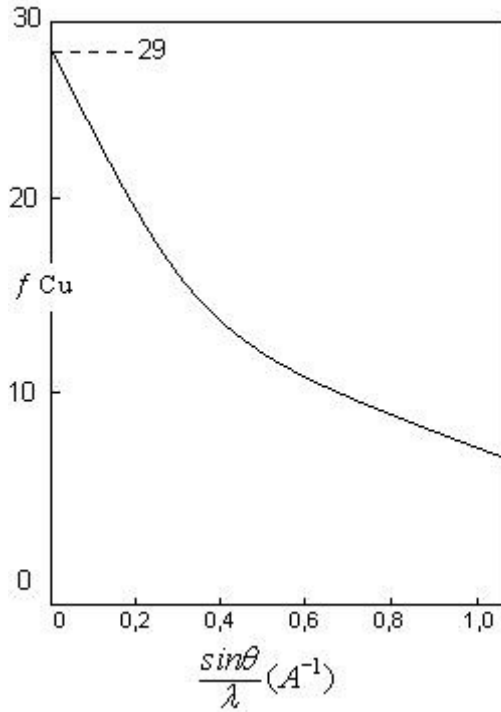
Atomik saçılım faktörü açının bir fonksiyonu olarak genellikle $\frac{\sin \theta}{\lambda}$ olarak açıklanır. Şekil

2.18'de oksijen iyonu, Ne atomu ve Si^{+4} silisyum katyonu için $f - \frac{\sin \theta}{\lambda}$ grafiği

görülmektedir. Bunlar 10 elektron içerir. $\frac{\sin \theta}{\lambda} = 0$ olduğunda $f=10$ dur. Ancak artan açı ile birlikte f , 10 un altına düşer. Bu düşme atomların veya iyonların rölatif boyutlarına bağlıdır.

Silikon katyonu küçüktür. Bu yüzden faz farkları küçüktür ve saçılan dalgalar arasındaki yıkıcı girişim azdır. Oksijen iyonu için olay bunun tam tersidir.

Monokromatik bir X-ışını demeti bir atoma çarpınca iki saçılma olayı olur. Sıkı bağlı elektronlar salınımına koyulur ve gelen demetle aynı dalga boylu X-ışınları yayınlar. Gevşek bağlı elektronlar gelen demetin bir kısmını sağlar ve saçarken dalga boyu biraz arttırılır. Artmanın ne kadar olduğu saçılma açısına bağlıdır. Birinciye Koharent veya değişmemiş saçılma sonuncuya ise Koharent olmayan değişmiş saçılma denir. Her ikisi de aynı zamanda ve bütün doğrultularda olur[17].

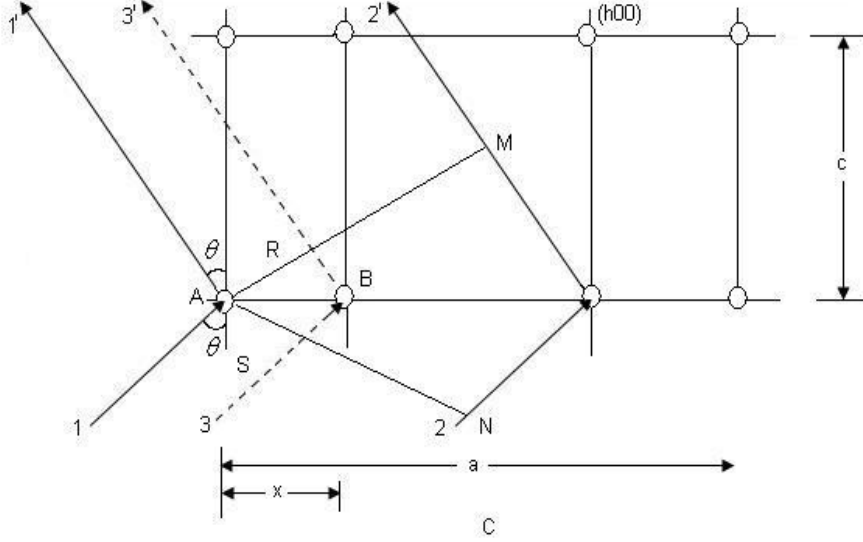


Şekil 2.18 Farklı atom ve iyonlar tarafından saçılan X-ışınlarının atomik saçma faktörlerinin $\frac{\sin \theta}{\lambda}$ ile değişimi[18].

2.15. X-ışınlarının Birim Hücre Tarafından Saçılması

Kristal temel birim hücrenin bir tekrarından oluşmuştur. Atomların bir tek birim hücre içindeki düzenlenmesinin difraksiyon şiddetine nasıl etki ettiğini inceleyelim. Bir birim hücrenin atomlarının her birinin saçtığı dalgalar öne doğru olan yön dışında diğer

doğrultularda aynı fazda olmak zorunda değildir. Şekil 2.19’da gösterilen dik bir birim hücre ele alırsak,



Şekil 2.19 Atom mevkiinin difraksiyon ışınlarının fazları farkına etkisi

A atomunu orijin kabul edersek h00 düzlemlerinden difraksiyon meydana gelirse Bragg kanunu gereği 2' ile 1' ışınları arasındaki yol farkı,

$$\delta_{2,1'} = MCN = 2d_{h00} \sin \theta = \lambda \quad h00 \text{ ile ifade edilir.} \quad (2.26)$$

$$\text{Miller indislerinden } d_{h00} = AC = \frac{a}{h} \text{ olur. } h00 \quad (2.27)$$

3' ışını ile 1' ışını arasındaki $\delta_{3,1'}$ yol farkının λ dan küçük olacağı görülür. Basit bir orantı ile bu yol farkı

$$\delta_{3,1'} = RBS = \frac{AB}{AC} (\lambda) = \frac{x}{a/h} (\lambda) \text{ olarak bulunur.} \quad (2.28)$$

Yol farkları bir dalga boyu olan iki ışının fazlarının 360° yahut 2π radyan olduğu ifade edilir. Eğer yol farkı δ ise faz farkı radyan cinsinden;

$$\theta = \frac{\delta}{\lambda}(2\pi) \text{ ile verilir.} \quad (2.29)$$

Bu durumda B atomunda saçılan dalga ile orijindeki A atomundan saçılan dalga arasındaki faz farkı;

$$\phi_{31'} = \frac{\delta_{31'}}{\lambda}(2\pi) = \frac{2\pi hx}{a} \quad (2.30)$$

eşitliği ile verilir. B atomunun mevkii bu atomun kesirsel koordinatı olan $u = \frac{x}{a}$ ile belirtilirse

faz farkı

$$\phi_{31'} = 2\pi hu \quad (2.31)$$

olur.

B atomunun koordinatları x,y,z ve kesirsel koordinatları u, v, w ye eşit olan $\frac{x}{a}, \frac{y}{b}, \frac{z}{c}$ dır. Bu suretle orijindeki A atomunun saçtığı ile B atomunun saçtığı dalgalar arasındaki faz farkı için hkl yansımaya ait bağıntıya ulaşırız:

$$\phi = 2\pi(hu + kv + lw) \quad (2.32)$$

Bu bağıntı geneldir ve herhangi bir şekilde bir birim hücreye tatbik edilebilir. Orijindeki atomda dâhil olmak üzere birim hücre içindeki bütün atomların saçtıkları dalgalar toplanır. Bu toplama işlemini yapmanın en uygun yolu dalgaların her birini kompleks üstel bir fonksiyon olarak ifade etmektir.

$$Ae^{i\phi} = A \cos \phi + Ai \sin \phi \quad (2.33)$$

Burada A dalganın genliğidir. Bir dalganın şiddeti, genliğinin karesi ile orantılı olduğundan bu denklemin kompleks eşleniğini alırsak;

$$\left| Ae^{i\phi} \right|^2 = Ae^{i\phi} \cdot Ae^{-i\phi} = A^2 \quad (2.34)$$

ifadesini elde ederiz. Saçılan herhangi bir dalgayı kompleks üstel olarak;

$$A e^{i\phi} = f e^{2\pi i(hu+kv+lw)} \quad (2.35)$$

Şeklinde ifade ederiz.

Bir birim hücrenin bütün atomları tarafından saçılan dalgaların bileşkesine Yapı Faktörü denir ve F sembolü ile gösterilir. Atomların saçtığı dalgaları toplayarak bulunur.

$$F = f_1 e^{2\pi i(hu_1+kv_1+lw_1)} + f_2 e^{2\pi i(hu_2+kv_2+lw_2)} + f_3 e^{2\pi i(hu_3+kv_3+lw_3)} + \dots \text{ ve}$$

$$F_{hkl} = \sum_1^N f_n e^{2\pi i(h\mu_n+kv_n+lw_n)} \quad (2.36)$$

şeklinde temsil edilir.

Toplam birim hücrenin bütün atomlarına uygulanır. F bileşke dalganın hem genliğini hem de fazını ifade eder. $|F|$ genlikleri oranı olarak tarif edilir.

$$|F| = \text{birim hücredeki bütün atomların saçtığı dalgaların genliği} / \text{bir elektronun saçtığı dalganın genliği} \quad (2.37)$$

Bir birim hücrenin bütün atomlarının Bragg kanununa uygun bir doğrultuda difraksiyona uğrattığı demetin şiddeti demetin genliğinin karesi olan $|F|^2$ ile orantılıdır. Ayrıca (3.30) ifadesi X-ışınları kristalografisinde önemli bir bağıntıdır. Herhangi bir hkl yansımasının şiddetini atomların konumuna ait bilgidен yola çıkarak hesaplama imkânı sunar[17].

2.16. Yapı Çarpanı Hesapları

En basit hal orijininde sadece bir atom bulunduğu haldir. Atom koordinatları (000)'dir.

$F = f e^{2\pi i(0)} = f$ olarak bulunur. Her iki tarafın karesi alınarak $F^2 = f^2$ ifadesi bulunur. Buna göre F^2 'nin değeri hkl'den bağımsız ve her yansıma için aynıdır.

Taban merkezli hücreyi göz önüne alırsak bu hücrenin 000 ve $\frac{1}{2} \frac{1}{2} 0$ konumlarında olmak üzere aynı cins iki atomu vardır. Yukarıdaki ifadeyi kullanarak

$$F = f e^{2\pi i(0)} + f e^{2\pi i(\frac{h}{2} + \frac{k}{2})}$$

$$F = f[1 + e^{\pi i(h+k)}] \quad (2.38)$$

sonucu bulunur. Burada h ve k tamsayı değerleri alırlar. h ve k' nın her ikisi de çift yada her ikisi de tek ise yani karışık değilse toplamaları daima çifttir ve $e^{\pi i(h+k)}$ 'nin değeri 1' dir. Buna göre;

$$F = \begin{pmatrix} 2f & h-k; \text{karışık} \\ 0 & h-k; \text{karışıkdeğil} \end{pmatrix} \quad (2.39)$$

Her iki halde l' nin yapı faktörüne etkisi yoktur.

Cisim merkezli örgüye bakarsak cisim merkezli örgünün birim hücresinde iki örgü noktası bulunur. (0,0,0) ve $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0)$ kesirsel koordinatlarda aynı cins atom olduğu düşünülürse yapı çarpanı;

$$F = [e^{2\pi i(0)} + e^{2\pi i(\frac{h}{2} + \frac{k}{2} + \frac{l}{2})}] = f[1 + e^{\pi i(h+k+l)}] \quad (2.40)$$

$$F = \begin{pmatrix} 2f & h+k+l = \text{çift} \\ 0 & h+k+l = \text{tek} \end{pmatrix}$$

olur.

Son olarak yüzey merkezli örgüye bakarsak bu örgüde dört tane örgü noktası vardır. (0,0,0), $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0)$, $(\frac{1}{2}, 0, \frac{1}{2})$, $(0, \frac{1}{2}, \frac{1}{2})$ kesirsel koordinatlarda aynı cins dört atom bulunduğu düşünülürse;

$$F = [e^{2\pi i(0)} + e^{2\pi i(\frac{h}{2} + \frac{k}{2})} + e^{2\pi i(\frac{h}{2} + \frac{l}{2})} + e^{2\pi i(\frac{k}{2} + \frac{l}{2})}]$$

$$F = [1 + e^{\pi i(h+k)} + e^{\pi i(h+l)} + e^{\pi i(k+l)}]$$

$$F = \begin{pmatrix} 0 & h, k, l = \text{karışık} \\ 4f & h, k, l = \text{karışıkdeğil} \end{pmatrix} \quad (2.41)$$

Şekilde elde edilir. Buradan görüldüğü gibi yapı faktörü birim hücrenin şekli ve büyüklüğünden bağımsızdır[17].

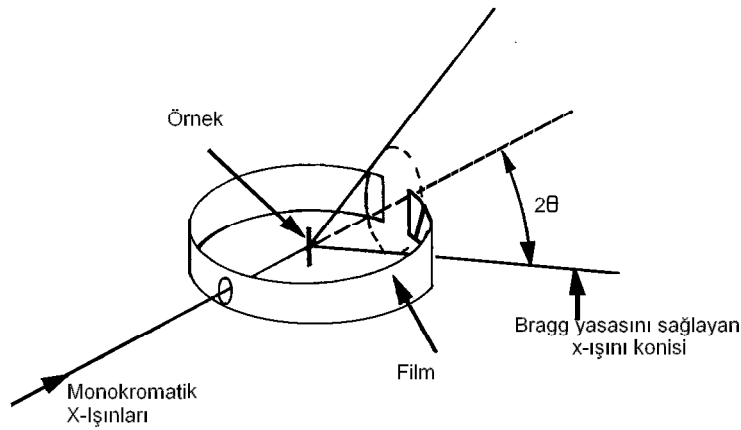
3. GEREÇ VE YÖNTEM

TOZ KRİSTAL KIRINIM ÇALIŞMALARI

3.1.Giriş

Toz kırınım metodu, kristal yapı ile ilgili bilgi edinmek üzere kullanılan en uygun metotlardan biridir. Diğer metotlardan üstünlüğü tek kristal kullanmadan kırınım desenlerini bulmayı sağlamasıdır. Bu metotta toz yapıdaki kristal örnekleri bir arada toplanır ve üzerlerine belirli bir doğrultudan tek dalga boyulu X-ışınları düşürülür[19].

Toz yapıdaki tanelerin yönlenmesi rast gele olsa da örgü düzlemlerinin herhangi bir takımı için tanelerin bazıları gelen X-ışını ile θ Bragg açısı yapacak şekilde yönlenirler. Şekil 3.1’ de gelen ışının eksen kabul edilmesi halinde yarı tepe açısı 2θ olan bir koni olacaktır; X-ışını konisinin film ile kesişmesi fotoğraf üzerinde bir çizgi oluşturur. Toz fotoğrafının bir örneği Şekil 3.2’ de gösterilmiştir. Her çizgi örgü düzlemlerinin farklı takımlarından oluşan kırınımı temsil eder. Yapı ölçülen θ değerlerinden ve yansımaların bağıl şiddetlerinden belirlenir[20].



Şekil 3.1 Toz fotoğrafı için deneysel geometri



Şekil 3.2 $Co K_{\alpha}$ ışınımla alınan molibdenin toz fotoğrafı

Kristal yapının kırınım deseninden faydalanarak birim hücre parametrelerini ve kristal sistemi bulunabilir. Bunun için bilgisayar programı ve matematiksel işlemler kullanılır. Amlodipin Besilat ve Pentoxifyllin'in kristal yapısının tayin edilmesinde ve toz kırınım deseninin indislenmesinde analitik metot ve bilgisayar programı kullanılmıştır.

Analitik metotta, numunenin toz kırınım deseni verileri ile hangi sisteme ait olduğu tespit edilir. Yedi kristal sistemi için d düzlemler arası mesafe ile hkl Miller indisleri arasındaki bağıntılar birbirinden farklıdır. Bu bağıntıları Bragg kanununda yerine koyarsak her bir kristal sistemi için, $\sin \theta$ değerleri ile hkl Miller indislerini birbirine bağlayan karakteristik bağlantılar elde edilir. Amaç toz kırınım deseni verilerini simetrisi en yüksek olan kristal sistemine uydurabilmektir. İşlemlere kübik kristal sisteminden başlanır ve simetri derecesine göre elimizdeki veriler her bir kristal sistemine göre test edilir[21].

Genel olarak toz kırınım desenindeki tüm yansıma piklerinin en az sayıda kalacak şekilde indislenmesini sağlayacağız. Bundan yararlanarak sistemin birim hücre parametresini tespit edeceğiz.

3.2. Amlodipin Besilat'ın Kullanım Alanları

Amlodipin Besilat, hipertansiyonlu hastalarda kan basıncını 24 saat boyunca klinik olarak anlamlı olarak azaltır. Amlodipin'in etki mekanizması ayrıca damar düz kası üzerindeki doğrudan gevşetici etkisine bağlıdır. Amlodipin kullanan hastalarda fazla yan etki yaratmaz. Vücutta iyi tolere edilir. Kan şekeri, ürik asit ve potasyum üzerinde herhangi bir olumsuz etki yoktur. Bunun için astım ve diyabet hastalarında kullanılmasında sakınca yoktur. Amlodipin Besilat ticari olarak pek çok firma tarafından yaklaşık 30 tane ilacın etken maddesi olarak kullanılmaktadır. Bu ilaçlar 5 ve 10mg lık tabletler halinde 20–30 drajelik ambalajlarda satılmaktadır. Bu etkin maddeyi içeren ilaçlar ve firmalardan bazıları şunlardır.

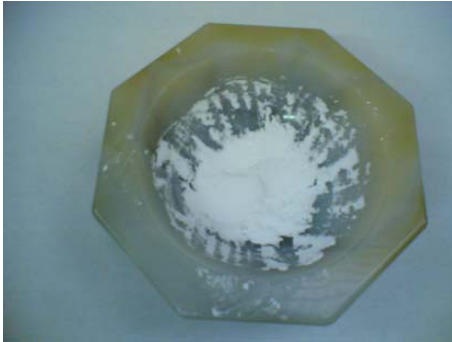
Amlodis	5mg	20 tabl.	Ecz. Sanayi
Amlodis	10mg	30 tabl.	Ecz. Zentiva
Amlohex	5mg	20 tabl.	Sandoz
Amlokard	10mg	30 tabl.	Sanovel

Dilopin	5mg	30 tabl	Münir Şahin
Nıpidol	10mg	20 tabl.	Biofarma
Norlopin	10mg	30 tabl.	Saba
Norvadin	10mg	20 tabl.	Abdi İbrahim
Monoyas	10mg	20 tabl.	Mustafa Nevzat

Bir dihidropiridin türevi olan amlodipin etkisini kan dolaşım sistemindeki düz kas hücre alanında kalsiyum iyonunun yavaş kanal yolu ile hücre içine geçmesini önleyerek gösterir. Kalsiyum iyonlarının akımının önlenmesi kalbin yükünü hafifletir, koroner kan akışını hızlandırır. Normal olmayan kalp atım hızını düzenler. Egzersiz kapasitesini düzeltir. Orta şiddette Hipertansiyon hastalarında kullanımı son derece gerekli ve önemlidir.

3.3. Kristal Yapı Araştırması

Amlodipin Besilat adlı numunemizin kırınım kırınım desenini elde edebilmek için agat havasında öğütülerek toz haline getirildi. X-ışınları toz kırınım metodunda 0^0 ve 90^0 ye kadar yönlendirilmiş monokromatik X-ışınları üreten bir X-ışını tüpü içeren alet kullanılır. X-ışınlarının ışınlayabileceği bir şekilde örnek tutucuya toz haline getirilmiş numuneye yerleştirilir. X-ışını tüpü de detektörde 0^0 ve 90^0 ye kadar olan açılara ayarlanır. Toz haline gelmiş kristal üzerine belirli bir doğrultudan X-ışınları düşürülür.

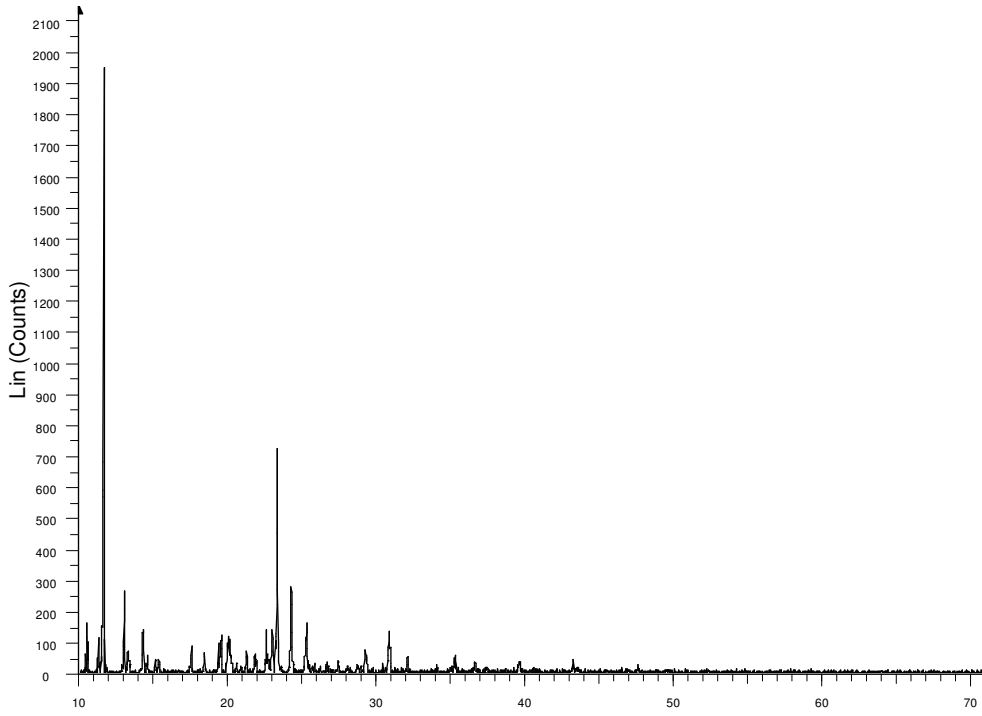


Şekil 3.3 Ağat Havan

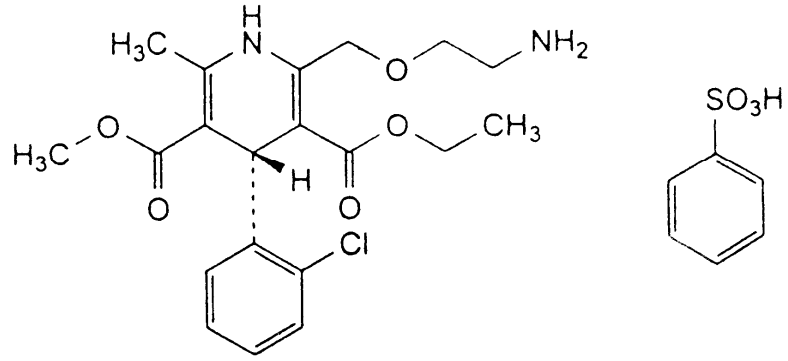


Şekil 3.4. Kullanılan X-ışını Toz Difraktometresinin Fotoğrafı

Amlodipin Besilat'ın kırınım deseni Bruker *AxsD8* Advance marka X-ışınları toz difraktometresinde Şekil 3.3 çekildi. Nikel filtre kullanarak jeneratör gerilimi 40kV'da jeneratör akımı 40mA de tutuldu. Bakır anot kullanıldığından $\lambda(K_{\alpha 1})=1,54060 \text{ \AA}$, $\lambda(K_{\alpha 2})=1,54439 \text{ \AA}$ ve $\lambda(K_{\beta})=1,39222 \text{ \AA}$ oldu. Başlangıç açısı $(2\theta) 5^\circ$ ve bitiş açısı $(2\theta) 90^\circ$ olarak ayarlandı. Kırınım desenindeki Bragg yansımalarının açısal konum ve bağlı şiddetleri belirlendi. Kırınım deseni Şekil 3.5 ve toz kırınım deseni verileri Tablo 3.8' de verilmiştir.



Şekil 3.5. Amlodipin Besilat'ın X-ışınları Toz Kırınım Deseni



Şekil 3.6.Amlodipine Besilat'ın açık formülü

Tablo4.1. Amlodipin Besilat'ın Toz Kırınım Deseni Verileri				
$\sin^2 \theta$	2-Theta °	d value	Intensity	Intensity %
		Angstrom	Count	%
0.00833	10.478	8,43645	159,0	8,1
0.00960	11.256	7,85493	116,0	6
0.01020	11.599	7,62285	1956,0	100
0.01274	12.966	6,82285	264,0	13,5
0.01320	13.231	6,68611	69,7	3,6
0.01530	14.219	6,22375	132,0	6,7
0.01580	14.489	6,10862	59,0	3
0.01708	15.027	5,89078	48,4	2,5
0.01776	15.327	5,77390	46,7	2,4
0.02310	17.497	5,06455	85,3	4,4
0.02553	18.402	4,81739	65,3	3,3
0.02850	19.469	4,55640	77,1	3,9
0.03020	20.044	4,42638	118,0	6
0.03182	20.565	4,31536	34,4	1,8
0.03270	20.864	4,25412	26,2	1,3
0.03382	21.200	4,18752	53,4	2,7
0.03570	21.800	4,07360	62,0	3,2
0.03840	22.617	3,92833	137,0	7
0.03968	22.990	3,86542	143,0	7,3
0.04076	23.306	3,81361	726,0	37,1
0.04410	24.257	3,66630	276,0	14,1
0.04791	25.275	3,52085	163,0	8,3
0.04995	25.833	3,44599	32,0	1,6
0.05308	26.652	3,34199	33,5	1,7
0.05607	27.404	3,25191	39,7	2
0.05880	28.078	3,17542	21,3	1,1
0.06165	28.764	3,10126	23,8	1,2
0.06390	29.273	3,04842	73,1	3,7
0.06550	29.669	3,00862	15,3	0,8
0.06901	30.473	2,93105	30,3	1,6
0.07070	30.852	2,89590	134,0	6,8
0.07469	31.731	2,81773	22,1	1,1
0.07645	32.106	2,78561	51,0	2,6
0.08579	34.071	2,62933	29,3	1,5
0.09048	35.023	2,55998	22,1	1,1
0.09174	35.273	2,54242	56,1	2,9
0.09850	36.604	2,45299	29,8	1,5
0.10250	37.369	2,40448	18,2	0,9
0.11490	39.635	2,27208	37,2	1,9
0.11999	40.537	2,22359	14,2	0,7
0.13608	43.306	2,08763	43,0	2,2
0.13756	43.554	2,07632	20,7	1,1
0.16297	47.623	1,90795	18,2	0,9
0.17123	48.895	1,86128	9,5	0,5

3.4. Amlodipin Besilat'ın Kristal Yapısının Analitik Olarak İncelenmesi

3.4.1. Kübik Test

Her numunenin toz kırınım deseni incelenirken yapılması gereken ilk adım sistemin kübik olup olmadığına bakmaktır. Simetrisi en yüksek olan kristal sistemi kübik yapıdır. Eğer kübik değilse diğer sistemlerde olup olmadığına bakılır.

Kübik sistem için düzlemler arası uzaklık ile hücre kenarı arasındaki ilişki;

$$d = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (3.1)$$

Bragg kanununda bu ifadeyi yerine koyarsak

$$2d \sin \theta_{hkl} = \lambda \quad (3.2)$$

$$\sin^2 \theta_{hkl} = \frac{\lambda^2}{4d^2}$$

$$\sin^2 \theta_{hkl} = \frac{\lambda^2}{4a^2} (h^2 + k^2 + l^2) \quad (3.3)$$

olur. Burada $\frac{\lambda^2}{4a^2}$ ifadesi sabit olduğu için, A ile ifade edilir.

$$\sin^2 \theta_{hkl} = A(h^2 + k^2 + l^2) \quad (3.4)$$

elde edilir. $(h^2 + k^2 + l^2)$ için bazı değerler birim kübik hücresi primitif, yüzey merkezli ve cisim merkezli olan üç durum için Tablo 3.2' de verilmiştir.

Tablo 3.2 Kübik Sistem İçin $h^2 + k^2 + l^2$ nin Alabileceği Değerler

Kristal yapı	$(h^2 + k^2 + l^2)$ değerleri toplamı
Basit Kübik	1, 2, 3, 4, 5, 6, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 16, 17, 18, ...
Cisim Merkezli Kübik	2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18, ...
Yüzey Merkezli Kübik	3, 4, 8, 11, 12, 16, ...
Yasak Sayılar	7, 15

$\sin^2 \theta$ değerleri gözlenirse 1:2:3:4:5:6:8... oranlarda olduğu bulunur. Bu durumda hücrenin primitif olduğunu söyleyebiliriz. Genel faktör A'yı bulduğumuzda buradan hücre sabiti a

hesaplanır. $h^2 + k^2 + l^2$ terimi 7, 15, 23... gibi değerlere asla sahip olamaz. Çünkü bu sayılar üç tamsayının karelerinin toplamı değildir.

Yüzey merkezli kübik hücre kolayca tanımlanabilir. Örneğin ilk iki pik genellikle A faktörü ise ve A'ya tüm gözlenen $\sin^2 \theta$ değerleri bölündüğünde 3.4.8.11.12.16... sayıları bulunursa, simetrisinin yüzey merkezli olduğu anlaşılır. Hücre sabiti a, A'dan hesaplanır.

Cisim merkezli kübik hücrede benzer yolla tanımlanır; Oranlar 2:4:6:8... olur [21].

Tablo 3.2 incelendiğinde $h^2 + k^2 + l^2$ karşılayabilecek sayı değerleri bazı örgüler için bulunmaz. Örneğin cisim merkezli kübik yapıda $h^2 + k^2 + l^2$ nın 1 değerini alabilmesi için hkl 'nin ya (100), (010) ya da (001) değerlerinden birini alabilmesi gereklidir. Ancak cisim merkezli kübik yapı için, bu yüzeylerde meydana gelen yansımalar yapıcı girişim meydana getirmez. Bunun için kırınım deseninde de bu indislere sahip yüzeylerin bulunması beklenmez[22].

Amlodipin Besilat'ın kübik yapıya sahip olup olmadığını anlamak için öncelikle Tablo 3.3' den yararlanılır. Basit kübik kristal sistemi halinde h, k, l 'nin alabileceği tamsayı değerlerine bakalım. Numunemizin kırınım deseninde de $\sin^2 \theta_{hkl}$ değerleri vardır. Bütün bu $\sin^2 \theta_{hkl}$ değerlerini $h^2 + k^2 + l^2$ nin alabileceği değerlere bölersek, A sabitini bulabiliriz. $A = \frac{\lambda}{4a^2}$ ifadesinden de λ yı bildiğimize göre a'yı tespit edebiliriz.

Yaptığımız bu işlemler Tablo 3.3' te Amlodipin Besilat için Kübik Test Tablosunda gösterilmiştir.

Tablo 3.3 Amlodipin Besilat İçin Kübik Test Tablosu

NO	θ	2θ	$\sin \theta$	$\sin^2 \theta$	$\sin^2 \theta / 2$	$\sin^2 \theta / 3$	$\sin^2 \theta / 4$	$\sin^2 \theta / 5$	$\sin^2 \theta / 6$	$\sin^2 \theta / 8$	$\sin^2 \theta / 9$	$\sin^2 \theta / 10$	$\sin^2 \theta / 11$	$\sin^2 \theta / 12$	$\sin^2 \theta / 13$	$\sin^2 \theta / 14$
1	10.478	5.239	0.0913	0.00833	0.00416	0.00277	0.00208	0.00166	0.00138	0.00104	0.00092	0.00083	0.00075	0.00069	0.00064	0.00059
2	11.256	5.628	0.0980	0.00960	0.00480	0.00320	0.00240	0.00192	0.00160	0.00116	0.00106	0.00096	0.00087	0.00080	0.00073	0.00068
3	11.599	5.799	0.1010	0.01020	0.00510	0.00340	0.00255	0.00204	0.00170	0.00127	0.00113	0.00102	0.00092	0.00085	0.00078	0.00072
4	12.966	6.483	0.1129	0.01274	0.00637	0.00424	0.00318	0.00254	0.00212	0.00159	0.00141	0.00127	0.00115	0.00106	0.00098	0.00091
5	13.231	6.615	0.1151	0.01322	0.00661	0.00440	0.00330	0.00264	0.00220	0.00165	0.00146	0.00132	0.00120	0.00110	0.00101	0.00094
6	14.219	7.109	0.1237	0.01530	0.00765	0.00510	0.00382	0.00306	0.00255	0.00191	0.00170	0.00153	0.00139	0.00127	0.00117	0.00109
7	14.489	7.244	0.1260	0.01580	0.00790	0.00526	0.00395	0.00316	0.00263	0.00197	0.00175	0.00158	0.00143	0.00131	0.00121	0.00112
8	15.027	7.513	0.1307	0.01708	0.00845	0.00569	0.00427	0.00341	0.00284	0.00213	0.00189	0.00170	0.00155	0.00142	0.00131	0.00122
9	15.327	7.663	0.1333	0.01776	0.00884	0.00592	0.00444	0.00355	0.00296	0.00222	0.00197	0.00177	0.00161	0.00148	0.00136	0.00126
10	17.497	8.748	0.1520	0.02310	0.01155	0.00770	0.00577	0.00462	0.00385	0.00288	0.00256	0.00231	0.00210	0.00192	0.00177	0.00165
11	18.402	9.201	0.1598	0.02553	0.01276	0.00851	0.00638	0.00510	0.00425	0.00319	0.00283	0.00255	0.00232	0.00212	0.00196	0.00182
12	19.469	9.734	0.1690	0.02850	0.01420	0.00950	0.00712	0.00570	0.00475	0.00356	0.00316	0.00285	0.00259	0.00237	0.00219	0.00203
13	20.044	10.022	0.1740	0.03020	0.01510	0.01006	0.00755	0.00604	0.00503	0.00377	0.00335	0.00302	0.00274	0.00251	0.00232	0.00215
14	20.565	10.282	0.1784	0.03182	0.02584	0.01060	0.00795	0.00636	0.00530	0.00397	0.00353	0.00318	0.00289	0.00265	0.00244	0.00227
15	20.864	10.432	0.1810	0.03270	0.01638	0.01090	0.00817	0.00654	0.00545	0.00408	0.00363	0.00327	0.00297	0.00272	0.00251	0.00233
16	21.200	10.600	0.1839	0.03381	0.01690	0.01127	0.00845	0.00676	0.00563	0.00422	0.00375	0.00338	0.00307	0.00281	0.00260	0.00241
17	21.800	10.900	0.1890	0.03570	0.01780	0.01190	0.00892	0.00714	0.00595	0.00446	0.00396	0.00357	0.00324	0.00297	0.00274	0.00255
18	22.617	11.308	0.1960	0.03840	0.01920	0.01280	0.00960	0.00768	0.00640	0.00480	0.00426	0.00384	0.00349	0.00320	0.00295	0.00274
19	22.990	11.495	0.1992	0.03968	0.01984	0.01322	0.00992	0.00793	0.00661	0.00496	0.00440	0.00396	0.00360	0.00330	0.00305	0.00283
20	23.306	11.653	0.2019	0.04076	0.02038	0.01358	0.01019	0.00815	0.00679	0.00509	0.00452	0.00407	0.00370	0.00339	0.00313	0.00291
21	24.257	12.128	0.2100	0.04410	0.02205	0.01470	0.01102	0.00882	0.00735	0.00551	0.00490	0.00441	0.00400	0.00367	0.00339	0.00315
22	25.275	12.657	0.2189	0.04791	0.02379	0.01597	0.01197	0.00958	0.00798	0.00598	0.00532	0.00479	0.00435	0.00399	0.00368	0.00342
23	25.833	12.916	0.2235	0.04995	0.02497	0.01665	0.01248	0.00999	0.00832	0.00624	0.00555	0.00499	0.00454	0.00416	0.00384	0.00356
24	26.652	13.326	0.2304	0.05308	0.02645	0.01769	0.01327	0.01061	0.00884	0.00663	0.00589	0.00530	0.00482	0.00442	0.00408	0.00379
25	27.404	13.702	0.2368	0.05607	0.02805	0.01869	0.01401	0.01121	0.00934	0.00700	0.00623	0.00560	0.00509	0.00467	0.00431	0.00400
26	20.078	14.039	0.2425	0.0588	0.02940	0.01960	0.01470	0.01121	0.00980	0.00735	0.00653	0.00588	0.00534	0.00490	0.00452	0.00420
27	28.844	14.382	0.2483	0.06165	0.03082	0.02055	0.01541	0.01176	0.01027	0.00770	0.00685	0.00616	0.00560	0.00513	0.00474	0.00440
28	29.273	14.636	0.2526	0.06380	0.03190	0.02126	0.01595	0.01276	0.01063	0.00797	0.00708	0.00638	0.00580	0.00531	0.00490	0.00455
29	29.669	14.834	0.2560	0.06550	0.03276	0.02183	0.01637	0.01310	0.01091	0.00818	0.00727	0.00655	0.00590	0.00545	0.00503	0.00467
30	30.473	15.236	0.2627	0.06901	0.03450	0.02300	0.01725	0.01380	0.01150	0.00862	0.00766	0.00690	0.00627	0.00575	0.00530	0.00492
31	30.852	15.426	0.2659	0.07070	0.03535	0.02356	0.01767	0.01414	0.01178	0.00883	0.00785	0.00707	0.00642	0.00589	0.00543	0.00505
32	31.731	15.865	0.2733	0.07469	0.03734	0.02489	0.01867	0.01493	0.01244	0.00933	0.00829	0.00746	0.00679	0.00622	0.00574	0.00533
33	32.106	16.053	0.2765	0.07645	0.03822	0.02548	0.01911	0.01529	0.01274	0.00955	0.00849	0.00764	0.00695	0.00637	0.00588	0.00546
34	34.071	17.035	0.2929	0.08579	0.04289	0.02859	0.02144	0.01715	0.01429	0.01072	0.00953	0.00857	0.00779	0.00714	0.00659	0.00612
35	35.023	17.511	0.3008	0.09048	0.04524	0.03016	0.02262	0.01809	0.01508	0.01131	0.01005	0.00904	0.00822	0.00754	0.00696	0.00646
36	35.273	17.636	0.3029	0.09174	0.04587	0.03058	0.02293	0.01834	0.01529	0.01146	0.01019	0.00917	0.00834	0.00764	0.00705	0.00655
37	36.604	18.302	0.3140	0.09850	0.04925	0.03283	0.02462	0.01970	0.01641	0.01231	0.01094	0.00985	0.00895	0.00820	0.00757	0.00703
38	37.369	18.684	0.3203	0.10259	0.05129	0.03418	0.02564	0.02051	0.01709	0.01282	0.01139	0.01025	0.00932	0.00854	0.00789	0.00732
39	39.635	19.817	0.3390	0.11490	0.05746	0.03830	0.02872	0.02298	0.01915	0.01436	0.01276	0.01149	0.01044	0.00957	0.00883	0.00820
40	40.537	20.268	0.3464	0.11999	0.05999	0.03999	0.02999	0.02399	0.01999	0.01499	0.01333	0.01199	0.01090	0.00999	0.00923	0.00857
41	43.306	21.653	0.3689	0.13608	0.06804	0.04536	0.03402	0.02721	0.02268	0.01701	0.01512	0.01360	0.01237	0.01135	0.01046	0.00972
42	43.554	21.777	0.3709	0.13756	0.06878	0.04585	0.03439	0.02751	0.02292	0.01719	0.01528	0.01375	0.01250	0.01146	0.01058	0.00982
43	47.623	23.811	0.4037	0.16297	0.08148	0.05432	0.04074	0.03259	0.02716	0.02037	0.01810	0.01629	0.01481	0.01358	0.01253	0.01164
44	48.895	24.447	0.4138	0.17123	0.08561	0.05707	0.04280	0.03424	0.02853	0.02140	0.01902	0.01712	0.01556	0.01426	0.01317	0.01223

Bu tablo üzerinde sütunlar arasında ortak bir A değeri bulabilirsek numunemizin kübik yapıya sahip olup olmadığını anlayabiliriz. A değerini formül (3.3)'te yerine koyarak h, k, l 'ye çeşitli değerler vererek kırınım desenindeki $\sin^2 \theta_{hkl}$ değerleri en az açıkta kalacak şekilde indisleyebilirsek numunenin kübik kristal sisteme sahip olduğunu söyleriz.

Tablo 3.3 incelendiği zaman en çok tekrar eden en küçük sayının 0.0014 olduğunu görürüz. Buna göre A değerini 0.0014 olarak kabul edelim. h, k, l değeri için öncelikle (100) düzlemini düşünerek incelemeye başlayım,
 $\sin^2 \theta_{100} = A(1^2 + 0^2 + 0^2) = 0,0014$ diğer pikleri de A değerinin katları olarak indislemeye çalışacağız.

$\sin^2 \theta_{211} = A(4+1+1) = 6A = 0,0084$	bu değer var
$\sin^2 \theta_{300} = A(3^2 + 0^2 + 0^2) = 9A = 0,0126$	var
$\sin^2 \theta_{311} = A(3^2 + 1^2 + 1^2) = 11A = 0,0154$	var
$\sin^2 \theta_{222} = A(2^2 + 2^2 + 2^2) = 12A = 0,0168$	var
$\sin^2 \theta_{330} = A(3^2 + 3^2 + 0^2) = 18A = 0,0252$	var
$\sin^2 \theta_{422} = A(4^2 + 2^2 + 2^2) = 24A = 0,0336$	bu değer yok
$\sin^2 \theta_{520} = A(5^2 + 2^2 + 0^2) = 29A = 0,0406$	var
$\sin^2 \theta_{530} = A(5^2 + 3^2 + 0^2) = 34A = 0,0476$	var
$\sin^2 \theta_{532} = A(5^2 + 3^2 + 2^2) = 38A = 0,0532$	var
$\sin^2 \theta_{620} = A(6^2 + 2^2 + 0^2) = 40A = 0,0560$	var
$\sin^2 \theta_{622} = A(6^2 + 2^2 + 2^2) = 44A = 0,0616$	var
$\sin^2 \theta_{632} = A(6^2 + 3^2 + 2^2) = 49A = 0,0686$	var
$\sin^2 \theta_{710} = A(7^2 + 1^2 + 0^2) = 50A = 0,0700$	bu değer yok
$\sin^2 \theta_{641} = A(6^2 + 4^2 + 1^2) = 53A = 0,0742$	bu değer yok
$\sin^2 \theta_{650} = A(6^2 + 5^2 + 0^2) = 61A = 0,0854$	var
$\sin^2 \theta_{740} = A(7^2 + 4^2 + 0^2) = 65A = 0,0910$	bu değer yok
$\sin^2 \theta_{800} = A(8^2 + 0^2 + 0^2) = 64A = 0,0896$	bu değer yok

$\sin^2 \theta_{541} = A(5^2 + 4^2 + 1^2) = 42A = 0,0588$	var
$\sin^2 \theta_{661} = A(6^2 + 6^2 + 1^2) = 73A = 0,1022$	var
$\sin^2 \theta_{910} = A(9^2 + 1^2 + 0^2) = 82A = 0,1148$	var
$\sin^2 \theta_{320} = A(3^2 + 2^2 + 0^2) = 13A = 0,0182$	bu değer yok
$\sin^2 \theta_{420} = A(4^2 + 2^2 + 0^2) = 20A = 0,0280$	bu değer yok
$\sin^2 \theta_{500} = A(5^2 + 0^2 + 0^2) = 25A = 0,0350$	bu değer yok
$\sin^2 \theta_{531} = A(5^2 + 3^2 + 1^2) = 35A = 0,0490$	bu değer yok
$\sin^2 \theta_{920} = A(9^2 + 2^2 + 0^2) = 85A = 0,1190$	bu değer yok
$\sin^2 \theta_{410} = A(4^2 + 1^2 + 0^2) = 17A = 0,0238$	bu değer yok
$\sin^2 \theta_{333} = A(3^2 + 3^2 + 3^2) = 27A = 0,0378$	bu değer yok

Yaptığımız bu seçimle kırınım deseni verilerinden ancak 15 tane pik indislenebilmiştir. Bu araştırmalar sonucunda Amlodipin Besilat'ın kübik yapıda olmadığına karar verdik.

3.4.2. Tetragonal Test

Tetragonal sistem için düzlemler arası uzaklık,

$$d_{hkl}^2 = \frac{1}{\frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2}} \quad (3.5)$$

Şeklinde verilir [23]. Bu ifade Bragg kanununda yerine yazılırsa,

$$2d \sin \theta_{hkl} = \lambda \quad (3.6)$$

$$\sin^2 \theta_{hkl} = \frac{\lambda^2}{4d^2}$$

$$\sin^2 \theta_{hkl} = \frac{\lambda^2}{4a^2} (h^2 + k^2) + \frac{\lambda^2}{4c^2} l^2 \quad (3.7)$$

$$\frac{\lambda^2}{4a^2} = A \text{ ve } \frac{\lambda^2}{4c^2} = C \text{ olarak tanımlanırsa (3.7) eşitliği;}$$

$$\sin^2 \theta_{hkl} = A(h^2 + k^2) + Cl^2 \quad (3.8)$$

olur.

Numunenin Tetragonal sistemde olup olmadığını anlamak için h, k, l nin tamsayı değerleriyle, gözlenen $\sin^2 \theta$ değerlerini kullanarak A ve C değerlerini bulmaktır. l 'nin sıfır olduğu $hk0$ düzlemleri için (3.8) eşitliği

$$\sin^2 \theta_{hk0} = A(h^2 + k^2) \quad (3.9)$$

olur. Böylece

$$\begin{aligned} q_1 &= \sin^2 \theta_{100} = A & q_5 &= \sin^2 \theta_{220} = 8A \\ q_2 &= \sin^2 \theta_{110} = 2A & q_6 &= \sin^2 \theta_{300} = 9A \\ q_3 &= \sin^2 \theta_{200} = 4A & q_7 &= \sin^2 \theta_{310} = 10A \\ q_4 &= \sin^2 \theta_{200} = 5A & q_8 &= \sin^2 \theta_{320} = 13A \end{aligned} \quad (3.10)$$

İfadelerden $\sin^2 \theta$ değer çiftleri arasında iki oranında tekrar eden bir sayı olduğu görülür. Örneğin $\frac{q_2}{q_1} = \frac{q_3}{q_2} = \frac{q_5}{q_3} = \frac{q_7}{q_4} = 2$. Bu iki oranı değişiklikler dışında kübik veya Tetragonal sistemlerden başka herhangi bir sistemde olmayabilir.

Burada $hk0$ düzlemlerinden meydana gelen yansımalar için q değerleri arasında, belli oranların olduğunu görmekteyiz. Kırınım deseni verilerinden yararlanarak, $\sin^2 \theta_{hkl}$ değerlerinin birbirlerine oranlarından oluşan bir tablo hazırlayabiliriz. Eğer bu tabloda tamsayı değerleri bulabilirsek sistemin Tetragonal olduğunu düşünebiliriz. Tetragonal testte iki çizgi $\frac{q_2}{q_1} = 2$ oranına sahip ise, bu çizgilerin $q_1=100$ ve $q_2=110$ veya $q_1=110$ ve $q_2=200$ varsayımı ile indisleme işleminin yapılması mümkündür. q_1 için 100 düzlemi olduğu ilk varsayımdır ve A hesaplanır. Eğer hesaplanan $\sin^2 \theta_{hkl} = A(h^2 + k^2)$ yansımaları difraksiyon deseni üzerinde bulunursa, bu tahminin doğru olma ihtimali yüksektir. Bu şekilde varsayıldığında difraksiyon numune üzerinde kalan yansımalar indislenmelidir ve C bulunmalıdır. C için değer bulunamadığı zaman veya belirli çizgiler indislenmediği zaman A için yapılan ilk tahminin yanlış olduğu ve $q_1=100$ düzleminde olmadığı olası olur. $q_1=110$ düzleminde olduğu ikinci adımda varsayılırsa, A yeniden hesaplanır ve C'yi hesaplamak için daha fazla girişimde bulunulur[21].

Tablo 3.4 Amlodipin Besilat'ın kırınım desenindeki $\sin^2 \theta_{hkl}$ değerleri arasındaki oranları vermektedir. Tabloyu incelediğimiz zaman kırınım desenleri arasındaki belli bazı oranların olmadığını gördük. 5. ve 6. sütunda bazı tamsayı değerlerine rastladık fakat bunlar önemsizdir. Amlodipin Besilat'ın kırınım deseni verileri Tetragonal yapıya göre indislenememektedir.

Tablo 3.4.Amlodipin Besilat İçin Tetragonal Test Tablosu(oran)

NO	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
1	0.00833	1																				
2	0.00960	0.17073	1																			
3	0.01020	1,22891	1,06250	1,00000																		
4	0.01274	1,53493	1,32708	1,24901	1,00000																	
5	0.01322	1,59277	1,37700	1,29607	1,03767	1,00000																
6	0.01530	1,84337	1,59375	1,49010	1,21600	1,15733	1,00000															
7	0.01580	1,90361	1,64583	1,59900	1,26400	1,19515	1,03267	1,00000														
8	0.01708	2,05421	1,77916	1,67450	1,34065	1,29198	1,11633	1,08101	1,00000													
9	0.01776	2,13975	1,85000	1,74117	1,39403	1,34341	1,16078	1,12405	1,03981	1,00000												
10	0.02310	2,78313	2,40625	2,26470	1,84800	1,74735	1,50980	1,46202	1,35245	1,30067	1,00000											
11	0.02553	3,07590	2,65937	2,50394	2,00392	1,93116	1,66862	1,61582	1,49473	1,43750	1,10519	1,00000										
12	0.02850	3,43373	2,96875	2,79410	2,28000	1,95158	1,86274	1,80379	1,66861	1,60472	1,23376	1,11633	1,00000									
13	0.03020	3,63855	3,14580	2,96070	2,96070	2,28441	1,97385	1,91139	1,76814	1,70045	1,30735	1,18292	1,05964	1,00000								
14	0.03182	3,83373	3,31458	3,11960	2,49764	2,40695	2,07973	2,01392	1,86299	1,79166	1,37748	1,24637	1,11649	1,05364	1,00000							
15	0.03270	3,93975	3,40620	3,20580	2,61600	2,47428	2,13725	2,06962	1,91451	1,84121	1,41558	1,28084	1,14736	1,08278	1,02765	1,00000						
16	0.03381	4,07349	3,52187	3,31470	2,65384	2,55748	2,20980	2,11398	1,97950	1,90371	1,46363	1,32432	1,18631	1,11953	1,06253	1,03394	1,00000					
17	0.03570	4,30120	3,71870	3,50000	2,85600	2,70045	2,33333	2,25949	2,09016	2,01013	1,54545	1,39835	1,25263	1,18211	1,12193	1,09174	1,05590	1,00000				
18	0.03840	4,62650	4,00000	3,76470	3,07200	2,90468	2,50980	2,43037	2,24824	2,16216	1,66233	1,50411	1,34736	1,27152	1,20678	1,17431	1,13575	1,07563	1,00000			
19	0.03968	4,78072	4,13208	3,88234	3,11459	3,00606	2,59346	2,51139	2,32318	2,23423	1,71774	1,55424	1,39228	1,31390	1,24701	1,21345	1,17361	1,11148	1,03333	1,00000		
20	0.04076	4,91084	4,24583	3,99607	3,19937	3,08787	2,66405	2,57974	2,38641	2,29504	1,76450	1,59655	1,43017	1,34966	1,28095	1,24648	1,20556	1,14173	1,06145	1,02721	1,00000	
21	0.04410	5,31325	4,59370	4,32350	3,46153	3,34090	2,88235	2,79110	2,58196	2,48310	1,90909	1,72737	1,54736	1,46026	1,38592	1,34862	1,30434	1,23249	1,14843	1,01839	1,08194	1,00000
22	0.04791	5,77228	4,99062	4,69705	3,76059	3,62954	3,13137	3,03227	2,80503	2,69763	2,07402	1,87661	1,68105	1,58642	1,50565	1,46513	1,41703	1,34201	1,24765	1,20488	1,17541	1,08639
23	0.04995	6,01807	5,20312	4,89705	3,92072	3,78409	3,26470	3,16139	2,92447	2,81250	2,16233	1,95652	1,75263	1,65397	1,56976	1,52752	1,47737	1,39915	1,30078	1,25882	1,22546	1,13265
24	0.05308	6,38433	5,51979	5,19509	4,15934	4,01439	3,46339	3,35379	3,10245	2,98367	2,29393	2,07555	1,85929	1,75463	1,66530	1,62048	1,56728	1,48431	1,37994	1,33543	1,30004	1,20158
25	0.05607	6,75542	5,84062	5,49705	4,40109	4,24772	3,66470	3,54873	3,28856	3,15709	2,42270	2,19623	1,96736	1,85662	1,76052	1,71467	1,65838	1,57058	1,46015	1,41305	1,37561	1,27142
26	0.05880	7,08433	6,12500	5,76470	4,68000	4,45454	3,84313	3,72151	3,44262	3,31081	2,54545	2,30317	2,06315	1,94701	1,84789	1,79816	1,73913	1,64705	1,53125	1,48185	1,44259	1,33333
27	0.06165	7,42771	6,42187	6,04411	4,83908	4,67045	4,02941	3,90189	3,60948	3,47128	2,66883	2,41480	2,16315	2,04139	1,93746	1,88532	1,82342	1,72689	1,60546	1,55367	1,51251	1,39795
28	0.06380	7,68674	6,64583	6,25490	5,16483	4,83333	4,16993	4,03797	3,73536	3,59234	2,76190	2,49902	2,23859	2,11258	2,00502	1,95107	1,88701	1,78711	1,66145	1,60786	1,56526	1,44671
29	0.06550	7,89156	6,82290	6,42150	5,24000	4,96221	4,28104	4,14556	3,83489	3,68806	2,83549	2,56560	2,29824	2,16887	2,05845	2,00305	1,93729	1,83473	1,70572	1,65070	1,60696	1,48526
30	0.06901	8,31445	7,18854	6,76568	5,41679	5,22803	4,51045	4,36772	4,04398	3,88569	2,98744	2,70309	2,42140	2,28509	2,16876	2,11039	2,04111	1,93305	1,79713	1,73916	1,69308	1,56485
31	0.07070	8,51807	7,36458	6,93137	5,54945	5,35606	4,62091	4,47468	4,13934	3,98085	3,06060	2,76929	2,48078	2,32105	2,22187	2,16207	2,09109	1,98039	1,84114	1,78175	1,73454	1,60317
32	0.07469	8,99879	7,78020	7,32254	5,86263	5,86263	4,88169	4,72721	4,37295	4,20551	3,23333	2,92557	2,62070	2,47317	2,34726	2,28409	2,20910	2,09215	1,94505	1,88230	1,83243	1,69365
33	0.07645	9,21084	7,96354	7,49509	6,00078	6,00078	4,99673	4,83860	4,47599	4,30461	3,30952	2,99451	2,68245	2,53145	2,40257	2,33792	2,26116	2,14145	1,99088	1,92666	1,87561	1,73356
34	0.08579	10,33614	8,93645	8,41078	6,73390	6,73390	5,60718	5,42974	5,02283	4,83051	3,71385	3,36036	3,01017	2,84072	2,69610	2,62354	2,53741	2,40308	2,23411	2,16204	2,10475	1,94535
35	0.09048	10,90120	9,42500	8,87058	7,10204	7,10204	5,91372	5,72658	5,29742	5,09459	3,91688	3,54406	3,17473	2,99602	2,84349	2,76697	2,67613	2,53445	2,35625	2,28024	2,21982	2,05170
36	0.09174	11,05301	9,55625	8,99411	7,20094	7,20094	5,99607	5,80632	5,37119	5,16554	3,97142	3,59341	3,21894	3,03774	2,88309	2,80550	2,71339	2,56974	2,38906	2,31199	2,25073	2,08027
37	0.09850	11,86747	10,26040	9,65680	7,73155	7,73155	6,43790	6,23417	5,76697	5,54617	4,26406	3,85820	3,45614	3,26158	3,09553	3,01223	2,91333	2,75910	2,56510	2,48235	2,41658	2,23556
38	0.10256	12,36024	10,68645	10,05784	8,05259	8,05259	6,70522	6,49303	6,00644	5,77646	4,44112	4,01840	3,59964	3,39602	3,22407	3,13730	3,03430	2,87366	2,67161	2,58543	2,51692	2,32630
39	0.11490	13,84337	11,96800	11,26400	9,01883	9,01883	7,50980	7,27215	6,72716	6,46959	4,97402	4,50058	4,03157	3,80463	3,61093	3,51376	3,39840	3,21848	2,99218	2,89566	2,81894	2,60544
40	0.11999	14,45662	12,49895	11,74411	9,41836	9,41836	7,84248	7,59430	7,02517	6,75616	5,19437	4,69996	4,21017	3,97317	3,77089	3,66941	3,54895	3,36106	3,12473	3,02394	2,94381	2,72086
41	0.13608	16,39518	14,17500	13,34117	10,68131	10,68131	8,89411	8,61265	7,96721	7,66216	5,89090	5,33019	4,77473	4,50596	4,27655	4,16146	4,02484	3,81176	3,40625	3,42943	3,33856	3,08571
42	0.13756	16,57349	14,32916	13,48627	10,79748	10,79748	8,99084	8,70632	8,05386	7,74549	5,95497	5,38817	4,82666	4,55496	4,33220	4,20672	4,06861	3,85322	3,58229	3,46673	3,37487	3,11927
43	0.16297	19,63494	16,97604	15,97740	12,79199	12,79199	10,65163	10,31450	9,54156	9,17623	7,05497	6,38347	5,71824	5,39635	5,12162	4,98379	4,82017	4,56498	4,24401	4,10710	3,99828	3,69546
44	0.17123	20,63012	17,83664	16,78725	13,44030	13,44030	11,19150	10,83734	10,02517	9,64132	7,41255	6,70701	6,00807	5,66986	5,38120	5,23639	5,06447	4,79635	4,45911	4,31527	4,20093	3,88276

Tablo 3.4.Amlodipin Besilat İçin Tetragonal Test Tablosu(devam)

NO	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40	41	42	43	44	
1	0.00833																						
2	0.00960																						
3	0.01020																						
4	0.01274																						
5	0.01322																						
6	0.01530																						
7	0.01580																						
8	0.01708																						
9	0.01776																						
10	0.02310																						
11	0.02553																						
12	0.02850																						
13	0.03020																						
14	0.03182																						
15	0.03270																						
16	0.03381																						
17	0.03570																						
18	0.03840																						
19	0.03968																						
20	0.04076																						
21	0.04410																						
22	0.04791																						
23	0.04995																						
24	0.05308	1,06086	1																				
25	0.05607	1,12252	1,05812	1																			
26	0.05880	1,17717	1,10964	1,04868	1																		
27	0.06165	1,23423	1,16342	1,09951	1,04846	1																	
28	0.06380	1,27727	1,202	1,13786	1,08503	1,03487	1																
29	0.06550	1,31131	1,23818	1,16818	1,11394	1,06244	1,02664	1															
30	0.06901	1,38158	1,30232	1,23078	1,17363	1,11938	1,08166	1,05358	1														
31	0.07070	1,41541	1,33421	1,26092	1,20238	1,14679	1,10815	1,07938	1,02448	1													
32	0.07469	1,49529	1,40951	1,33208	1,27023	1,21151	1,17068	1,1403	1,0823	1,05643	1												
33	0.07645	1,59059	1,44272	1,36347	1,30017	1,24006	1,19827	1,16717	1,10781	1,08132	1,02356	1											
34	0.08579	1,71751	1,61898	1,53005	1,45901	1,39159	1,34467	1,30977	1,24315	1,21343	1,14861	1,12217	1										
35	0.09048	1,81141	1,70749	1,61369	1,53877	1,46763	1,41818	1,38137	1,31111	1,27977	1,2114	1,18351	1,05466	1									
36	0.09174	1,83663	1,73127	1,63616	1,5602	1,48807	1,43793	1,40061	1,32937	1,29759	1,22827	1,2	1,06935	1,01392	1								
37	0.09850	1,97197	1,85884	1,75673	1,67517	1,59772	1,54388	1,50381	1,42732	1,39321	1,31878	1,28842	1,14815	1,08863	1,07368	1							
38	0.10256	2,05385	1,93602	1,82967	1,74472	1,66407	1,60799	1,56625	1,48659	1,45106	1,37354	1,34192	1,19582	1,13384	1,11826	1,04152	1						
39	0.11490	2,3003	2,16833	2,04922	1,95408	1,86374	1,80094	1,75419	1,66497	1,62517	1,53835	1,50294	1,33931	1,26989	1,25245	1,16649	1,11999	1					
40	0.11999	2,4022	2,26438	2,14	2,04064	1,9463	1,88072	1,8319	1,73873	1,69717	1,6065	1,56952	1,39864	1,32614	1,30793	1,21817	1,1696	1,04429	1				
41	0.13608	2,72432	2,56803	2,42696	2,31428	2,20729	2,13291	2,07755	1,97188	1,92475	1,82193	1,77998	1,58619	1,54719	1,48332	1,38152	1,32644	1,18433	1,13409	1			
42	0.13756	2,75395	2,59596	2,45336	2,33945	2,2133	2,15611	2,10015	1,99333	1,94568	1,84174	1,79934	1,62111	1,56033	1,49945	1,39654	1,34087	1,19721	1,14642	1,01087	1		
43	0.16297	3,26266	3,07548	2,90654	2,77159	2,64347	2,55438	2,48809	2,36154	2,30509	2,18195	2,13172	1,89963	1,80117	1,77643	1,65451	1,58855	1,41836	1,35819	1,1976	1,18471	1	
44	0.17123	3,42802	3,23136	3,04842	2,91207	2,7774	2,68385	2,61419	2,48123	2,42192	2,29254	2,23976	1,99592	1,89246	1,86647	1,73837	1,66907	1,49025	1,42703	1,2583	1,24476	1,05068	1

3.4.3 Hekzagonal Test

Hekzagonal sistem için düzlemler arası uzaklık,

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{4}{3} \left(\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2} \quad (3.11)$$

İfadesiyle verilir. Bragg kanununda yerine konulursa,

$$2d \sin \theta_{hkl} = \lambda \quad (3.12)$$

$$\sin \theta_{hkl} = \frac{\lambda}{2d}$$

$$\sin^2 \theta_{hkl} = \frac{\lambda^2}{4d^2} \quad (3.13)$$

$$\sin^2 \theta_{hkl} = \frac{\lambda^2}{4} \left[\frac{4}{3} \left(\frac{h^2 + hk + k^2}{a^2} \right) + \frac{l^2}{c^2} \right]$$

$$\sin^2 \theta_{hkl} = \frac{\lambda^2}{3a^2} (h^2 + hk + k^2) + \frac{\lambda^2}{4c^2} l^2 \quad (3.14)$$

Olur ki burada $\frac{\lambda^2}{3a^2} = A$ ve $\frac{\lambda^2}{4c^2} = C$ olarak alınır ve (3.14) ifadesinde yerine koyarsak;

$$\sin^2 \theta = A(h^2 + hk + k^2) + Cl^2 \quad (3.15)$$

eşitliği elde edilir.

Bu ifade bir numunenin toz kırınım desenine uygulanarak o numunenin hekzagonal yapıya sahip olup olmadığını anlayabiliriz. (3.13) eşitliğinde eğer l indisi 0 seçilirse,

$$\sin^2 \theta_{hk0} = (h^2 + hk + k^2) \quad (3.16)$$

olur. Böylece çeşitli yüzeylerden meydana gelen yansımalar için $\sin^2 \theta_{hk0}$ değerleri şöyle olacaktır:

$$\begin{aligned} q_1 &= \sin^2 \theta_{100} = A & q_5 &= \sin^2 \theta_{300} = 9A \\ q_2 &= \sin^2 \theta_{110} = 3A & q_6 &= \sin^2 \theta_{220} = 12A \\ q_3 &= \sin^2 \theta_{200} = 4A & q_7 &= \sin^2 \theta_{310} = 13A \\ q_4 &= \sin^2 \theta_{210} = 7A & q_8 &= \sin^2 \theta_{400} = 16A \end{aligned} \quad (3.17)$$

Burada üç oranı tekrar eden sayı olarak görünür;

$$\frac{q_2}{q_1} = \frac{q_5}{q_2} = \frac{q_6}{q_3} = 3$$

Bu oran herhangi başka bir sistem için bir ihtimal dışında oluşmaz. Kübik birim hücre düşünülmezse ve pikler arasında üç oranı mevcut ise, simetrisinin hekzagonal olduğu oldukça açıktır.

Maddenin hekzagonal olup olmadığına denemeyle karar verildiğinde, her yansıma için

indisleme yaparak A ve C değerlerini bulmak gerekir. $\frac{q_2}{q_1} = 3$ oranındaysa q_1 ve q_2

piklerinin 100 ve 110 düzlemleri veya 110 ve 300 düzlemlerinde olduğu varsayılabilir.

İlk düşünce q_1 pikinin 100 düzlemi olabilmesidir. A değeri ve

$\sin^2 \theta_{hk0} = (h^2 + hk + k^2)$ değerleri hesaplanabilir. Bazen bu değerlerin hiçbiri

difraksiyon numune üzerinde bulunmaz. Böyle olduğunda tetragonal sistem için

tanımlanan benzer yöntemle C belirlenecektir. Bu amaç için A, 3A, 4A....değerleri

gözlenen her $\sin^2 \theta$ değerinden çıkarılır ve C sabit değeri tablonun her kolonunda

aranır. Eğer bir sabit değer görülmezse veya bazı çizgiler A ve C için bulunan değer

kullanılarak indislenmezse, o zaman A için yapılan ilk tahmin yanlıştır ve q_1 yansıması

100 düzlemine karşılık gelmez. Bu durumda ikinci tahmin 110 düzlemi varsayılırsa,

daha fazla girişimde bulunarak C bulunur. Bu yöntem tüm piklerin indislenmesine

kadar devam eder[21].

Amlodipin Besilat'ın oran tablosuna Tablo 3.4 bakıldığında bu oranlardan olmadığı görüldü. Böylece numunenin hekzagonal yapıya sahip olmadığını söyleriz.

3.4.4 Rombohedral Test

Bu kristal sistemde, birim hücre eksenleri $a = b = c$ şeklindedir. Fakat bu üç eksen arasındaki açılar doksan dereceden farklıdır. Rombohedral sistem için düzlemler arası uzaklık;

$$\frac{1}{d^2} = \frac{(h^2 + k^2 + l^2) \sin^2 \alpha + 2(hk + kl + hl)(\cos^2 \alpha - \cos \alpha)}{a^2(1 - 3\cos^2 \alpha + 2\cos^3 \alpha)} \quad (3.18)$$

eşitliği ile verilir. Rombohedral Miller indisleri ve hekzagonal indisler arasındaki ilişkiler

$$3p = h - k + l, \quad 3q = h + 2k + l, \quad 3r = -2h - k + l \quad (3.19)$$

ve hücre sabitleri rombohedral,

$$a_R^2 = \frac{a^2}{3} + \frac{c^2}{9} \quad (3.20)$$

hekzagonal;

$$\sin \frac{\alpha}{2} = \frac{3}{2} \frac{1}{[3 + (\frac{c}{a})^2]^{\frac{1}{2}}} \quad (3.21)$$

bağıntıları mevcuttur[21]. Bu bağıntılardan yararlanarak rombohedral sistem için

d düzlemler arası uzaklık ifadesi Bragg kanununda yerine koyulursa,

$$\sin \theta_{pqr} = \frac{\lambda}{4} \left[\frac{\cos^2 \frac{\alpha}{2}}{a^2 \sin \frac{\alpha}{2} \sin \frac{3\alpha}{2}} \right] \{ (p^2 + q^2 + r^2) - [(1 - \tan^2 \frac{\alpha}{2})(pq + qr + pr)] \} \quad (3.22)$$

ifadesi elde edilir.

Amlodipin Besilat için yukarıda yaptığımız işlemlerde hekzagonal yapıya uyan bir orana rastlanmamıştır. Bu durumda numuneye uygun sistemin rombohedral olmadığını söyleriz.

3.4.5 Ortorombik Test

Ortorombik sistemde düzlemler arası uzaklık,

$$\frac{1}{d_{hkl}} = \sqrt{\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}} \quad (3.23)$$

dır. Öte yandan, Bragg eşitliği (3.25) olarak yazılabilir.

$$\frac{1}{d_{hkl}} = \frac{2 \sin \theta_{hkl}}{\lambda} \quad (3.24)$$

Bu iki eşitliğin kareleri alınıp birleştirilirse,

$$\begin{aligned} \frac{4 \sin^2 \theta_{hkl}}{\lambda^2} &= \frac{1}{d_{hkl}^2} \\ &= h^2 \frac{1}{a^2} + k^2 \frac{1}{b^2} + l^2 \frac{1}{c^2} \end{aligned}$$

veya

$$\begin{aligned} \sin^2 \theta_{hkl} &= h^2 \frac{\lambda^2}{4a^2} + k^2 \frac{\lambda^2}{4b^2} + l^2 \frac{\lambda^2}{4c^2} \\ \sin^2 \theta_{hkl} &= h^2 A^2 + k^2 B^2 + l^2 C^2 \end{aligned} \quad (3.25)$$

Burada

$$A = \frac{\lambda^2}{4a^2}, \quad B = \frac{\lambda^2}{4b^2}, \quad C = \frac{\lambda^2}{4c^2} \quad (3.26)$$

(3.26) ifadesinden faydalanarak bazı ifadeler elde edebiliriz.

$$\begin{aligned} \sin^2 \theta_{h00} &= h^2 A^2 \\ \sin^2 \theta_{0k0} &= k^2 B^2 \\ \sin^2 \theta_{00l} &= l^2 C^2 \end{aligned}$$

Bunlardan yola çıkarak

$$\sin^2 \theta_{h00} + \sin^2 \theta_{0k0} = h^2 A^2 + k^2 B^2 \quad (3.27)$$

(3.27) ifadesi aşağıdaki ifadeyle aynıdır.

$$\sin^2 \theta_{hk0} = h^2 A^2 + k^2 B^2$$

Bu ifadeleri takiben aşağıdaki ifadeler yazılabilir.

$$\begin{aligned} \sin^2 \theta_{h_1 l_1 0} &= \sin^2 \theta_{h_1 00} + \sin^2 \theta_{0 k_1 0} , \\ \sin^2 \theta_{h_1 k_1 l_1} &= \sin^2 \theta_{00 l_1} + \sin^2 \theta_{h_1 k_1 0} , \\ \sin^2 \theta_{h_1 0 l_1} &= \sin^2 \theta_{h_1 00} + \sin^2 \theta_{00 l_1} , \end{aligned} \quad (3.28)$$

ya da

$$\begin{aligned} \sin^2 \theta_{0 k_1 0} &= \sin^2 \theta_{h_1 k_1 0} - \sin^2 \theta_{h_1 00} , \\ \sin^2 \theta_{00 l_1} &= \sin^2 \theta_{h_1 k_1 l_1} - \sin^2 \theta_{h_1 k_1 0} , \\ \sin^2 \theta_{00 l_1} &= \sin^2 \theta_{h_2 k_2 l_1} - \sin^2 \theta_{h_2 k_2 0} \end{aligned}$$

[3]. Eğer bu değerleri belirleyebilirsek A, B ve C 'yi buradan birim hücre parametrelerini bulmuş oluruz. h, k, l değerlerini değiştirerek yukarıdaki ifadeleri çoğaltmak mümkündür. Hesse-Lipson metodunda toz kırınım desenindeki verilerden ve yukarıdaki denklemlerden yararlanarak olabilecek bütün farklar bir tablo haline getirilmiştir. Bu farkların içerisinde mutlaka (3.28) bağıntısına göre $\sin^2 \theta_{100}$, $\sin^2 \theta_{010}$ ve $\sin^2 \theta_{001}$ değerleri oluşacaktır.

Farklar $\Delta \sin^2 \theta = 0,0004$ deneysel hata içinde alınarak şiddetleri belirlenir.

Tablo(3.5). Amlodipin Besilat İçin Fark Tablosu

NO	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
1	0.00833																					
2	0.00960	0.00127																				
3	0.01020	0.00187	0.00060																			
4	0.01274	0.00441	0.00314	0.00254																		
5	0.01322	0.00489	0.00362	0.00302	0.00480																	
6	0.01530	0.00697	0.00570	0.00510	0.00256	0.00208																
7	0.01580	0.00747	0.00620	0.00560	0.00306	0.00258	0.00050															
8	0.01708	0.00875	0.00748	0.00688	0.00434	0.00386	0.00178	0.00128														
9	0.01776	0.00943	0.00816	0.00756	0.00502	0.00454	0.00246	0.00196	0.00068													
10	0.02310	0.01477	0.01350	0.01290	0.01036	0.00988	0.00780	0.00730	0.00602	0.00534												
11	0.02553	0.01720	0.01593	0.01533	0.01279	0.01231	0.01023	0.00973	0.00845	0.00777	0.00243											
12	0.02850	0.02017	0.01890	0.01830	0.01576	0.01528	0.01320	0.01270	0.01142	0.01074	0.00540	0.00297										
13	0.03020	0.02187	0.02060	0.02000	0.01746	0.01698	0.01490	0.01440	0.01312	0.01244	0.00710	0.00467	0.00170									
14	0.03182	0.02349	0.02222	0.02161	0.01908	0.01860	0.01652	0.01602	0.01474	0.01406	0.00872	0.00629	0.00332	0.00162								
15	0.03270	0.02437	0.02310	0.02250	0.01996	0.01948	0.01740	0.01690	0.01562	0.00149	0.00960	0.00717	0.00420	0.00250	0.00088							
16	0.03381	0.02548	0.02421	0.02361	0.02107	0.02059	0.01851	0.01801	0.01673	0.01605	0.01071	0.00828	0.00531	0.00361	0.00199	0.00111						
17	0.03570	0.02737	0.02610	0.02550	0.02296	0.02248	0.02040	0.01990	0.01862	0.01794	0.01260	0.01017	0.00720	0.00550	0.00388	0.00300	0.00189					
18	0.03840	0.03007	0.02880	0.02820	0.02566	0.02518	0.02310	0.02260	0.02132	0.02064	0.01530	0.01287	0.00990	0.00820	0.00658	0.00570	0.00459	0.00270				
19	0.03968	0.03135	0.03008	0.02948	0.02694	0.02646	0.02438	0.02388	0.02260	0.02192	0.01658	0.01415	0.01118	0.00948	0.00786	0.06980	0.00587	0.00398	0.00128			
20	0.04076	0.03243	0.03116	0.03056	0.02802	0.02754	0.02546	0.02496	0.02368	0.02300	0.01766	0.01523	0.01226	0.01056	0.00894	0.00806	0.00695	0.00506	0.00236	0.00108		
21	0.04410	0.03577	0.03436	0.03390	0.03136	0.03088	0.02880	0.02830	0.02702	0.02634	0.02100	0.01857	0.01560	0.01390	0.01228	0.01140	0.01029	0.00840	0.00570	0.00442	0.00334	
22	0.04791	0.03958	0.03831	0.03771	0.03517	0.03469	0.03261	0.03211	0.03083	0.03015	0.02481	0.02238	0.01941	0.01771	0.01609	0.01521	0.01410	0.01221	0.00951	0.00823	0.00715	0.00381
23	0.04995	0.04162	0.04035	0.03975	0.03721	0.03673	0.03465	0.03415	0.03287	0.03219	0.02685	0.02442	0.02145	0.01975	0.01813	0.01725	0.01614	0.01425	0.01155	0.01027	0.00919	0.00585
24	0.05308	0.04375	0.04248	0.04288	0.04034	0.03986	0.03778	0.03728	0.03600	0.03532	0.02998	0.02755	0.02458	0.02288	0.02126	0.02038	0.01927	0.01738	0.01468	0.01340	0.01237	0.00898
25	0.05607	0.04774	0.04647	0.04587	0.04333	0.04285	0.04077	0.04027	0.03899	0.03831	0.03297	0.03054	0.02757	0.02587	0.02425	0.02337	0.02226	0.02037	0.01767	0.01639	0.01531	0.01197
26	0.05880	0.05047	0.04920	0.04860	0.04606	0.04556	0.04350	0.04300	0.04172	0.04104	0.03570	0.03327	0.03030	0.02860	0.02698	0.02610	0.02499	0.02310	0.02040	0.01912	0.01804	0.01470
27	0.06165	0.05332	0.05205	0.05145	0.04891	0.04843	0.04635	0.04585	0.04457	0.04389	0.03855	0.03612	0.03315	0.03145	0.02983	0.02895	0.02784	0.02595	0.02325	0.02197	0.02089	0.01755
28	0.06380	0.05547	0.05420	0.05360	0.05106	0.05058	0.04850	0.04800	0.04672	0.04604	0.04070	0.03827	0.03530	0.03360	0.03198	0.03110	0.02999	0.02810	0.02540	0.02412	0.02304	0.01970
29	0.06550	0.05717	0.05590	0.05530	0.05276	0.05228	0.05020	0.04970	0.04842	0.04774	0.04240	0.03997	0.03700	0.03530	0.03368	0.03280	0.03169	0.02980	0.02710	0.02582	0.02474	0.02140
30	0.06901	0.06068	0.05941	0.05881	0.05627	0.05579	0.05371	0.05321	0.05193	0.05125	0.04591	0.04348	0.04051	0.03881	0.03719	0.03631	0.03520	0.03331	0.03061	0.02933	0.02825	0.02491
31	0.07070	0.62370	0.06110	0.06050	0.05796	0.05748	0.05540	0.05490	0.05362	0.05294	0.04760	0.04517	0.04220	0.04050	0.03888	0.03800	0.03689	0.03500	0.03230	0.03102	0.02994	0.02660
32	0.07469	0.06636	0.06509	0.06449	0.06195	0.06147	0.05939	0.05889	0.05761	0.05693	0.05159	0.04916	0.04619	0.04449	0.04287	0.04199	0.04088	0.03899	0.03629	0.03501	0.03393	0.03059
33	0.07645	0.06812	0.06685	0.06625	0.06371	0.06323	0.06115	0.06065	0.05937	0.05869	0.05335	0.05092	0.04795	0.04625	0.04463	0.04375	0.04264	0.04075	0.03805	0.03677	0.03593	0.03235
34	0.08579	0.07746	0.07619	0.07559	0.07305	0.07257	0.07049	0.06999	0.06871	0.06803	0.06269	0.06026	0.05729	0.05559	0.05397	0.05309	0.05198	0.05009	0.04739	0.04611	0.04503	0.04169
35	0.09048	0.08215	0.08088	0.08028	0.07774	0.07726	0.07518	0.07468	0.07340	0.07272	0.06738	0.06495	0.06198	0.06028	0.05866	0.05778	0.05667	0.05478	0.05208	0.05080	0.04972	0.04638
36	0.09174	0.08341	0.08214	0.08154	0.07900	0.07852	0.07644	0.07594	0.07466	0.07398	0.06864	0.06621	0.06324	0.06154	0.05992	0.05904	0.05793	0.05604	0.05334	0.05206	0.05098	0.04764
37	0.09850	0.09017	0.08890	0.08830	0.08576	0.08528	0.08320	0.08270	0.08142	0.08074	0.07540	0.07297	0.07000	0.06830	0.06668	0.06580	0.06469	0.06280	0.06010	0.05882	0.05774	0.05440
38	0.10256	0.09426	0.09299	0.09230	0.08985	0.08937	0.08729	0.08679	0.08551	0.08483	0.07949	0.07706	0.07409	0.07239	0.07077	0.06989	0.06878	0.06689	0.06419	0.06291	0.06183	0.05849
39	0.11490	0.10657	0.10530	0.10470	0.10216	0.10168	0.09960	0.09910	0.09782	0.09714	0.09180	0.08937	0.08640	0.08470	0.08308	0.08220	0.08109	0.07920	0.07650	0.07522	0.07414	0.07080
40	0.11999	0.11166	0.11039	0.10979	0.10725	0.10677	0.10469	0.10419	0.10291	0.10223	0.09689	0.09449	0.09149	0.08979	0.08817	0.08729	0.08618	0.08429	0.08159	0.08031	0.07923	0.07589
41	0.13608	0.12775	0.12648	0.12588	0.12334	0.12286	0.12078	0.12028	0.11900	0.11832	0.11289	0.11055	0.10758	0.10588	0.10426	0.10338	0.10227	0.10038	0.09768	0.09640	0.09532	0.09198
42	0.13756	0.12923	0.12796	0.12736	0.12482	0.12434	0.12226	0.12176	0.12048	0.11980	0.11446	0.11203	0.10906	0.10736	0.10574	0.10486	0.10375	0.10186	0.09916	0.09788	0.09680	0.09346
43	0.16297	0.15464	0.15337	0.15277	0.15023	0.14975	0.14767	0.14714	0.14589	0.14521	0.13987	0.13744	0.13447	0.13277	0.13115	0.13027	0.12916	0.12727	0.12457	0.12329	0.12221	0.11887
44	0.17123	0.16290	0.16163	0.16103	0.15849	0.15801	0.15593	0.15543	0.15415	0.15347	0.14813	0.14570	0.14273	0.14103	0.13941	0.13853	0.13742	0.13553	0.13283	0.13155	0.13047	0.12713

Tablo(3.5). Amlodipin Besilat İçin Fark Tablosu(devam)

NO	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40	41	42	43	44
1	0.00833																					
2	0.00960																					
3	0.01020																					
4	0.01274																					
5	0.01322																					
6	0.01530																					
7	0.01580																					
8	0.01708																					
9	0.01776																					
10	0.02310																					
11	0.02553																					
12	0.02850																					
13	0.03020																					
14	0.03182																					
15	0.03270																					
16	0.03381																					
17	0.03570																					
18	0.03840																					
19	0.03968																					
20	0.04076																					
21	0.04410																					
22	0.04791																					
23	0.04995																					
24	0.05308	0,00313																				
25	0.05607	0,00612	0,00299																			
26	0.05880	0,00885	0,00572	0,00273																		
27	0.06165	0,01170	0,00657	0,00558	0,00285																	
28	0.06360	0,01365	0,01072	0,00773	0,00500	0,00215																
29	0.06550	0,01555	0,01242	0,00973	0,00670	0,00385	0,00170															
30	0.06901	0,01906	0,01593	0,01294	0,01021	0,00736	0,00521	0,00351														
31	0.07070	0,02075	0,01762	0,01463	0,01190	0,00905	0,00690	0,00520	0,00169													
32	0.07469	0,02474	0,02161	0,01862	0,01589	0,01304	0,01089	0,00919	0,00568	0,00399												
33	0.07645	0,02650	0,02256	0,02038	0,01765	0,01480	0,01265	0,01095	0,00956	0,00575	0,00176											
34	0.08579	0,03584	0,03271	0,02972	0,02699	0,02414	0,02199	0,02029	0,01678	0,01509	0,01100	0,00934										
35	0.09048	0,04053	0,03740	0,03441	0,063168	0,02883	0,02668	0,02498	0,02147	0,01978	0,01579	0,01403	0,00469									
36	0.09174	0,04179	0,03866	0,03567	0,03294	0,03009	0,02794	0,02624	0,02273	0,02104	0,01705	0,01529	0,00595	0,00126								
37	0.09850	0,04855	0,04542	0,04243	0,03970	0,03685	0,03470	0,03300	0,02949	0,02780	0,02381	0,02205	0,01271	0,00802	0,00676							
38	0.10256	0,05264	0,04951	0,04652	0,04379	0,04094	0,03879	0,03709	0,03358	0,03189	0,02790	0,02615	0,01680	0,01211	0,01085	0,00409						
39	0.11490	0,06495	0,06182	0,05883	0,05610	0,05325	0,05110	0,04940	0,04589	0,04420	0,04021	0,03845	0,02911	0,02442	0,02316	0,01640	0,01231					
40	0.11999	0,07004	0,06691	0,06392	0,06119	0,05834	0,05619	0,05449	0,05098	0,04929	0,04530	0,04354	0,03420	0,02951	0,02825	0,02149	0,01740	0,00509				
41	0.13608	0,08613	0,08448	0,08001	0,07728	0,07443	0,07228	0,07058	0,06707	0,06538	0,06139	0,05963	0,05029	0,04560	0,04434	0,03758	0,02582	0,02118	0,01609			
42	0.13756	0,08761	0,08654	0,08149	0,07876	0,07591	0,07376	0,07206	0,06855	0,06686	0,06287	0,06111	0,05177	0,04708	0,04582	0,03906	0,03497	0,02266	0,01757	0,00148		
43	0.16297	0,11302	0,10989	0,10690	0,10417	0,10132	0,09917	0,09747	0,09396	0,09227	0,08828	0,08652	0,07718	0,07249	0,07123	0,06447	0,06038	0,04807	0,04298	0,02689	0,02541	
44	0.17123	0,12128	0,11815	0,11516	0,11243	0,10958	0,10743	0,10573	0,10220	0,10053	0,09654	0,09478	0,08544	0,08075	0,07949	0,07273	0,06864	0,05633	0,05923	0,03515	0,03367	0,00826

Amlodipin Besilat için oluşturduğumuz fark tablosundan faydalanarak çalışmalarımızda kolaylık sağlaması için Tablo 3.6 farklar frekansı tablosu hazırlandı.

Tablo 4.6. Amlodipin Besilat İçin Farkların Frekansı				
0.0024±0.0004	16 tane		0.0553±0.0004	6
0.0302±0.0004	8		0.0080±0.0004	7
0.0018±0.0004	14		0.0600±0.0004	7
0.0401±0.0004	10		0.0101±0.0004	6
0.0011±0.0004	8		0.0663±0.0004	3
0.0322±0.0004	6		0.0133±0.0004	7
0.0050±0.0004	8		0.0816±0.0004	4
0.0433±0.0004	5		0.0153±0.0004	8
0.0043±0.0004	8		0.0750±0.0004	4
0.0460±0.0004	5		0.0171±0.0004	8
0.0070±0.0004	8		0.0613±0.0004	3
0.0503±0.0004	5		0.0204±0.0004	8
0.0073±0.0004	8		0.0220±0.0004	6
0,00145±0,0004	12		0,00701±0,0004	13
0,00255±0,0004	9			

Tablo 3.6. incelendiği zaman $0,0024 \pm 0,0004$ değerinin frekansının en yüksek olduğunu görürüz. Bunun için, (3.27) ifadesinden faydalanarak;

$$\sin^2 \theta_{h00} = h^2 A$$

$$\sin^2 \theta_{100} = A = 0,0024 \text{ olarak yazarız.}$$

$$\sin^2 \theta_{200} = 4A = 4 \cdot 0,0024 = 0,0096 \text{ değeri ile kırınım deseninde en fazla}$$

pik yapan 2. sıradaki değer indislenebilmiştir(hatasız). Bu durumda seçimimiz doğrudur diyebiliriz.

Şimdi yine frekansı yüksek olan fakat bu değerden daha küçük olan 2. sayısal değer olan 0,0018 i $\sin^2 \theta_{010}$ olarak seçelim.

$$\sin^2 \theta_{0k0} = k^2 B$$

$$\sin^2 \theta_{030} = 9B = 9 \cdot 0,0018 = 0,0162$$

7.Pik indislendi

$$\sin^2 \theta_{040} = 16B = 0.0288$$

değeri de indislendi. Bu da

seçimimizin doğru olduğunu gösterir.

Şimdi tabloda 0.0011 değerini $\sin^2 \theta_{00l}$ olarak seçerek işlemlerimize devam edelim.

$$\sin^2 \theta_{00l} = l^2 C$$

$\sin^2 \theta_{001} = C = 0.0011$ ve (4.27) den yararlanarak;

$$\sin^2 \theta_{112} = A + B + 4C = 0.0086$$

$$\sin^2 \theta_{429} = 16A + 4B + 9C = 0.1357$$

Bu Değer Var

$$\sin^2 \theta_{220} = 4A + 4B = 0.0168$$

Var

$$\sin^2 \theta_{140} = A + 16B = 0.0312$$

Var

$$\sin^2 \theta_{240} = 4A + 16B = 0.0384$$

Var

$$\sin^2 \theta_{150} = A + 25B = 0.0474$$

Var

$$\sin^2 \theta_{510} = 25A + B = 0.0618$$

Var

$$\sin^2 \theta_{530} = 25A + 9B = 0.0762$$

Var

$$\sin^2 \theta_{310} = 9A + B = 0.0234$$

Var

$$\sin^2 \theta_{260} = 4A + 36B = 0.0744$$

Var

$$\sin^2 \theta_{640} = 36A + 16B = 0.1152$$

Var

$$\sin^2 \theta_{710} = 49A + B = 0.1194$$

Var

$$\sin^2 \theta_{170} = A + 49B = 0.0906$$

Var

$$\sin^2 \theta_{410} = 16A + B = 0.0402$$

Var

$$\sin^2 \theta_{130} = A + 9B = 0.0258$$

Var

$$\sin^2 \theta_{381} = 9A + 64B + C = 0.1379$$

Var

$$\sin^2 \theta_{146} = A + 16B + 36C = 0.0708$$

Var

$$\sin^2 \theta_{271} = 4A + 49B + C = 0.1022$$

Var

$$\sin^2 \theta_{803} = 64A + 9C = 0.1635$$

Var

$$\sin^2 \theta_{831} = 64A + 9B + C = 0.1709$$

Var

$$\sin^2 \theta_{201} = 4A + C = 0.0107$$

Var

$$\sin^2 \theta_{041} = 16B + C = 0.0299$$

Var

$$\sin^2 \theta_{221} = 4A + 4B + C = 0.0179$$

Var

$$\sin^2 \theta_{141} = A + 16B + C = 0.0323$$

Var

$$\sin^2 \theta_{241} = 4A + 16B + C = 0.0395$$

Var

$\sin^2 \theta_{313} = 9A + B + 9C = 0.0333$	Var
$\sin^2 \theta_{171} = A + 49B + C = 0.0917$	Var
$\sin^2 \theta_{021} = 4B + C = 0.0083$	Var
$\sin^2 \theta_{103} = A + 9C = 0.0123$	Var
$\sin^2 \theta_{212} = 4A + B + 4C = 0.0158$	Var
$\sin^2 \theta_{412} = 16A + B + 4C = 0.0446$	Var
$\sin^2 \theta_{413} = 16A + B + 9C = 0.0501$	Var
$\sin^2 \theta_{445} = 16A + 16B + 25C = 0.0659$	Var
$\sin^2 \theta_{145} = A + 16B + 25C = 0.0587$	Var
$\sin^2 \theta_{235} = 4A + 9B + 25C = 0.0533$	Var
$\sin^2 \theta_{423} = 16A + 4B + 9C = 0.0557$	Var
$\sin^2 \theta_{142} = A + 16B + 4C = 0.0356$	Var

Yaptığımız işlemler sonucunda sadece 4 pik indisleyemedik. Böylece Amlodipin Besilat'ın "ortorombik" olabilir diyebiliriz.

(3.26) ifadesinden faydalananarak a, b, c birim hücre değerlerini bulmaya çalışalım;

$$A = \frac{\lambda^2}{4a^2}, \quad B = \frac{\lambda^2}{4b^2}, \quad C = \frac{\lambda^2}{4c^2},$$

Buradan

$$a = \sqrt{\frac{\lambda^2}{4A}} \quad b = \sqrt{\frac{\lambda^2}{4B}} \quad c = \sqrt{\frac{\lambda^2}{4C}} \text{ olur.}$$

$$a = \sqrt{\frac{(1.5406)^2}{4.0,0024}} \quad b = \sqrt{\frac{(1.5406)^2}{4.0,0018}} \quad c = \sqrt{\frac{(1.5406)^2}{4.0,0011}}$$

$$a = \sqrt{\frac{2.3734}{0.0096}} \quad b = \sqrt{\frac{2.3734}{0.0072}} \quad c = \sqrt{\frac{2.3734}{0.0044}}$$

$$a = 15.723 \text{ Å} \quad b = 18.155 \text{ Å} \quad c = 23.224 \text{ Å}$$

Yaptığımız bu kabulde yeterince pik indisleyebildik. Fakat birim hücre parametreleriyle TREOR90 bilgisayar programı sonucunda çıkan birim hücre parametreleri birbiriyle uyumlu olmadığı için farklar frekansı tablosundan yararlanarak tekrar A, B, C değeri seçerek Analitik çalışmalara devam edelim,

$$\sin^2 \theta_{100} = A = 0.00145$$

$$\sin^2 \theta_{010} = B = 0.00255$$

$$\sin^2 \theta_{001} = C = 0.00701$$

olarak pikleri yeniden indisleyeceğiz.

$$\sin^2 \theta_{210} = 4A + B = 0.00835$$

$$\sin^2 \theta_{011} = B + C = 0.00956$$

$$\sin^2 \theta_{020} = 4B = 0.0102$$

$$\sin^2 \theta_{201} = 4A + C = 0.01281$$

$$\sin^2 \theta_{211} = 4A + B + C = 0.01536$$

$$\sin^2 \theta_{220} = 4A + 4B = 0.0160$$

$$\sin^2 \theta_{021} = 4B + C = 0.01721$$

$$\sin^2 \theta_{400} = 16A = 0.0232$$

$$\sin^2 \theta_{410} = 16A + B = 0.02575$$

$$\sin^2 \theta_{230} = 4A + 9B = 0.02875$$

$$\sin^2 \theta_{321} = 9A + 4B + C = 0.03023$$

$$\sin^2 \theta_{112} = A + B + 4C = 0.03204$$

$$\sin^2 \theta_{411} = 16A + B + C = 0.03256$$

$$\sin^2 \theta_{202} = 4A + 4C = 0.03384$$

$$\sin^2 \theta_{231} = 4A + 9B + C = 0.03570$$

$$\sin^2 \theta_{122} = A + 4B + 4C = 0.03969$$

$$\sin^2 \theta_{040} = 16B = 0.0408$$

$$\sin^2 \theta_{222} = 4A + 4B + 4C = 0.04404$$

$$\sin^2 \theta_{041} = 16B + C = 0.04781$$

$$\sin^2 \theta_{431} = 16A + 9B + C = 0,05316$$

$$\sin^2 \theta_{530} = 25A + 9B = 0,0592$$

$$\sin^2 \theta_{611} = 36A + B + C = 0,6176$$

$$\sin^2 \theta_{440} = 16A + 16B = 0,064$$

$$\sin^2 \theta_{013} = B + 9C = 0,06564$$

$$\sin^2 \theta_{203} = 4A + 9C = 0,06889$$

$$\sin^2 \theta_{051} = 25B + C = 0,07076$$

$$\sin^2 \theta_{123} = A + 4B + 9C = 0,07474$$

$$\sin^2 \theta_{251} = 4A + 25B + C = 0,07656$$

$$\sin^2 \theta_{033} = 9B + 9C = 0,08559$$

$$\sin^2 \theta_{622} = 36A + 4B + 4C = 0,09044$$

$$\sin^2 \theta_{233} = 4A + 9B + 9C = 0,09184$$

$$\sin^2 \theta_{061} = 36B + C = 0,09881$$

$$\sin^2 \theta_{811} = 64A + B + C = 0,10236$$

$$\sin^2 \theta_{452} = 16A + 25B + 4C = 0,11499$$

$$\sin^2 \theta_{910} = 81A + B = 0,1200$$

$$\sin^2 \theta_{713} = 49A + B + 9C = 0,13669$$

$$\sin^2 \theta_{271} = 4A + 49B + C = 0,13776$$

$$\sin^2 \theta_{553} = 25A + 25B + 9C = 0,16334$$

$$\sin^2 \theta_{534} = 25A + 9B + 16C = 0,17136$$

Yaptığımız seçimle 39 pik başarıyla indislendi. Şimdi;

$$A = \frac{\lambda^2}{4a^2}, \quad B = \frac{\lambda^2}{4b^2}, \quad C = \frac{\lambda^2}{4c^2}$$

Formülünden yararlanıp birim hücre parametrelerini hesaplayalım.

$$a = \sqrt{\frac{\lambda^2}{4A}} \quad b = \sqrt{\frac{\lambda^2}{4B}} \quad c = \sqrt{\frac{\lambda^2}{4C}}$$

$$a = \sqrt{\frac{(1.5406)^2}{4.0,00145}} \quad b = \sqrt{\frac{(1.5406)^2}{4.0,00255}} \quad c = \sqrt{\frac{(1.5406)^2}{4.0,00701}}$$

$$a = \sqrt{\frac{2.3734}{0.0058}} \quad b = \sqrt{\frac{2.3734}{0.0102}} \quad c = \sqrt{\frac{2.3734}{0.02804}}$$

$$a = 20.2288A^0 \quad b = 15.2540A^0 \quad c = 9.20001A^0$$

Bulduğumuz parametrelerle TREOR90 bilgisayar programı verileri birbiriyle uyumlu olduğundan bu seçimimizi doğru kabul ederiz. Bu kabullerle yaptığımız analitik çalışma sonuçları Tablo 3.7’de toplu olarak gösterdik. Numunemiz “Ortorombik” yapıdadır.

Tablo 3.7. Amlodipin Besilat İçin Analitik Sonuç Tablosu

Toplam Pik Sayısı=44			
İndislenen Pik Sayısı=39			
a=20,2288A°	b=15.2540A°	c=9,20001A	
ALFA=90.000 °	BET A=90.000°	GAMA=90.000 °	
h k l	$\sin^2 \theta_{GÖZ.}$	$\sin^2 \theta_{HES.}$	$\Delta \sin^2 \theta$
2 1 0	0.00833	0,00835	0.00002
0 1 1	0.00960	0,00956	0.00004
0 2 0	0.01020	0,01020	0.00000
2 0 1	0.01274	0,01281	0.00007
2 1 1	0.01530	0,01536	0.00006
2 2 0	0.01580	0,01600	0.0002
0 2 1	0.01708	0,01721	0.00013
4 0 0	0.02310	0,02320	0.0001
4 1 0	0.02553	0,02575	0.0002
2 3 0	0.02850	0,02875	0.0002
3 2 1	0.03020	0,03023	0.00003
1 1 2	0.03182	0,03204	0.00022
4 1 1	0.03270	0,03256	0.0002
2 0 2	0.03381	0,03384	0.00003
2 3 1	0.03570	0,03570	0.0000
1 2 2	0.03968	0,03969	0.00001
0 4 0	0.04076	0,04080	0.0001
2 2 2	0.04410	0,04404	0.0001
0 4 1	0.04791	0,04781	0.0001
4 3 1	0.05308	0,05316	0.0001
5 3 0	0.05880	0,05920	0.0016
6 1 1	0.06165	0,06176	0.0001
4 4 0	0.06400	0,06400	0.0000
0 1 3	0.06550	0,06564	0.0001
2 0 3	0.06901	0,06889	0.0001
0 5 1	0.07070	0,07076	0.00006
1 2 3	0.07469	0,07474	0.0001
2 5 1	0.07645	0,07656	0.0001
0 3 3	0.08579	0,08559	0.0002
6 2 2	0.09048	0,09044	0.00004
2 3 3	0.09174	0,09184	0.0001
0 6 1	0.09850	0,09881	0.0003
8 1 1	0.10236	0,10236	0.0000
4 5 2	0.11490	0,11499	0.00009
9 1 0	0.11999	0,12000	0.00001
7 1 3	0.13608	0,13669	0.0006
2 7 1	0.13756	0,13776	0.0002
5 5 3	0.16297	0,16334	0.0003
5 3 4	0.17123	0,17136	0.0001

Tablo 3.8 Amlodipin Besilat için TREOR90 Programı Giriş Kütüğü

Amlodopine Besilat
8.43645
7.85493
7.62285
6.82217
6.68611
6.22375
6.10862
5.89078
5.77639
5.06455
4.81739
4.55564
4.42638
4.31536
4.25412
4.18752
4.07360
3.92833
3.86542
3.81361
3.66630
3.52085
3.44599
3.34199
3.25191
3.17542
3.10126
3.04842
3.00862
2.93105
2.89590
2.81773
2.78561
2.62933
2.55998
2.54242
2.45299
2.40448
2.27208
2.22359
2.08263
2.07632
1.90795
1.86128
CHOICE=4,
VOL=6500,
END*
0.00

Tablo 3.9 Amlodipin Besilat'ın TREOR90 bilgisayar programı verileri

A = 20.221851 .018492 A ALFA = 90.000000 .000000 DEG								
B = 15.266051 .007493 A BETA = 90.000000 .000000 DEG								
C = 9.201794 .005015 A GAMMA = 90.000000 .000000 DEG								
UNIT CELL VOLUME = 2840.67 A**3								
H	K	L	SST-OBS	SST-CALC	DELTA	2TH-OBS	2TH-CALC	D-OBS
2	1	0	.008304	.008350	-.000046	10.457	10.486	8.4532
1	0	1		.008459			10.554	
0	1	1	.009613	.009554	.000059	11.253	11.218	7.8567
0	2	0	.010187	.010184	.000003	11.586	11.584	7.6318
2	0	1	.012771	.012812	-.000041	12.978	12.998	6.8162
2	1	1	.015293	.015358	-.000065	14.207	14.238	6.2290
2	2	0	.015963	.015988	-.000025	14.517	14.528	6.0968
0	2	1	.017099	.017192	-.000093	15.027	15.068	5.8908
2	2	1		.022996			17.444	
4	0	0	.023133	.023217	-.000083	17.497	17.529	5.0645
3	2	0		.023243			17.539	
4	1	0	.025568	.025763	-.000195	18.402	18.473	4.8174
2	3	0	.028590	.028718	-.000128	19.469	19.513	4.5556
4	0	1		.030224			20.024	
3	2	1	.030285	.030251	.000033	20.044	20.033	4.4264
1	1	2	.031863	.032028	-.000165	20.565	20.619	4.3154
4	1	1	.032787	.032770	.000017	20.864	20.859	4.2541
2	0	2	.033838	.033835	.000003	21.200	21.199	4.1875
2	3	1	.035757	.035726	.000031	21.800	21.790	4.0736
1	2	2	.039712	.039666	.000046	22.990	22.976	3.8654
0	4	0	.040799	.040737	.000062	23.306	23.288	3.8136
2	2	2	.044143	.044019	.000124	24.257	24.222	3.6663
0	4	1	.047866	.047744	.000121	25.275	25.242	3.5209
4	3	1	.053126	.053139	-.000012	26.652	26.655	3.3420
5	2	1		.053468			26.739	
5	3	0	.058846	.059190	-.000344	28.078	28.162	3.1754
6	0	1		.059245			28.175	
4	2	2		.061431			28.701	
6	1	1	.061694	.061791	-.000097	28.764	28.787	3.1013
0	5	0		.063651			29.226	
4	4	0	.063851	.063953	-.000102	29.273	29.297	3.0484
3	3	2		.064004			29.309	
0	1	3	.065552	.065615	-.000063	29.669	29.684	3.0086
0	4	2		.068767			30.405	
2	0	3	.069067	.068873	.000194	30.473	30.429	2.9310
6	2	1		.069429			30.555	
2	5	0		.069455			30.561	
0	5	1	.070754	.070659	.000095	30.852	30.831	2.8959
4	4	1		.070961			30.898	
7	0	0		.071101			30.930	
5	2	2		.074491			31.677	
2	4	2		.074571			31.695	
1	2	3	.074734	.074704	.000030	31.730	31.724	2.8177
3	0	3		.076128			32.033	
2	5	1	.076468	.076463	.000005	32.106	32.105	2.7856
3	5	0		.076710			32.158	
0	3	3	.085828	.085983	-.000155	34.071	34.103	2.6293

4	5	2	.114940	.114898	.000042	39.635	39.628	2.2721
6	0	3		.115306			39.701	
0	6	2		.119688			40.481	
9	1	0	.120008	.120080	-.000072	40.537	40.550	2.2236
1	3	4		.136488			43.363	
7	1	3	.136803	.136716	.000087	43.415	43.400	2.0826
2	7	1	.137635	.137568	.000068	43.554	43.542	2.0763
3	7	0		.137815			43.584	
4	1	4		.137885			43.595	
7	6	0		.162758			47.586	
7	5	2		.162782			47.590	
0	8	0		.162947			47.615	
5	5	3	.162999	.162996	.000003	47.623	47.623	1.9080
5	3	4	.171276	.171313	-.000037	48.894	48.900	1.8613
1	8	1		.171405			48.914	

3.4.6. Monoklinik Test

Monoklinik sistemin birim hücre uzunlukları birbirinden farklı, iki açısı doksan derece ve üçüncü açısı da doksan derecen farklıdır. Bu sisteme sahip bir numunenin toz kırınım desenini indislemek diğerlerini indislemekten daha zordur. Çünkü sistemin a, b, c, β olacak şekilde dört bilinmeyen parametre ile belirlenmiştir.

Monoklinik sisteme sahip yüzeyler arası ilişki,

$$\frac{1}{d_{hkl}} = \frac{1}{\sqrt{\frac{\frac{h^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} + \frac{2hl}{ac} \cos \beta}{\sin^2 \beta} + \frac{k^2}{b^2}}} \quad (3.29)$$

olarak verilir[23].

Sistem için oluşturulan quadratik form gözlenen $\sin^2 \theta$ değerlerine bakarak bazı ilişkilerin kurulmasına izin verilir. $\sin^2 \theta$ değerleri parametrelerin ikisini veya üçünü belirlemede yardımcı olduğu gibi piklerin bazılarını indislemede görevlidir.(3.29) eşitliği Bragg kanununda yerine koyarsak,

$$\sin^2 \theta_{hkl} = q_{hkl} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 - Dhl \quad (3.30)$$

eşitliğine ulaşırız. Burada A, B, C, D sabit,

$$A = \frac{\lambda^2}{4a^2 \sin^2 \beta}, B = \frac{\lambda^2}{4b^2}, C = \frac{\lambda^2}{4c^2 \sin^2 \beta}, D = \frac{\lambda^2 \cos^2 \beta}{2ac \sin^2 \beta} \quad (3.31)$$

dır. (3.30) eşitliğini hkl yüzeyi için tekrar yazarsak,

$$\sin^2 \theta_{hkl} = q_{hkl} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 + Dhl \quad (3.32)$$

eşitliği elde edilir. (3.30) ve (3.32) eşitlikleri taraf tarafa çıkarılırsa,

$$q_{hkl} - q_{hkl} = 2Dhl \quad (3.33)$$

Eşitliğine ulaşılır. Bu son ifadede görüldüğü gibi $\sin^2 \theta_{hkl}$ değerleri arasındaki fark D değerinin katları şeklindedir. (3.34) eşitliğinde belirtilen D değerlerine göre β , 90° 'ye yakın olduğu zaman D küçük bir değerde olacaktır. Böylece bir difraksiyon deseni kübik, tetragonal, hekzagonal veya Ortorombik simetriye göre indislenemediği ve desenin ucundaki küçük açılardaki pikler bölündüğü zaman simetri monoklinikte dinilebilir.

Sonraki adımda, 1:2:3:4:5 gibi oranlarda tekrar eden farkları bulmak için ortorombik sistemi araştırırken yapılan fark tablosundan yararlanılır. Farklar arasında belli bir oranın olup olmadığına bakılır. Böyle bir oran varsa sistemin monoklinik kristal sistemine sahip olduğu söylenebilir.

$2D$ değeri genelde kl ve kl yüzeylerinden bulunur. D değerini bulmak için başlangıçta $k = 0$ olan ilk yüzey düşünülür. Böylelikle 101 ve $10\bar{1}$ yüzeyleri için $\sin^2 \theta$ değerleri ve D değerleri bulunabilir. A, B ve C sbt. ve bu değerlerin yardımıyla hesaplanabilir. Bulunan A, B ve C değerleriyle pikleri indislemeye başarsız olursak $k = 1$ yüzeyleri için benzer işlemler yapılarak pikler indislenmeye çalışılmalıdır[21].

Amlodipin Besilat için yapılan fark tablosu Tablo 3.5 incelendiği zaman 0,0022 fark değerinin 1,2,3,4,5 katının olduğu bulundu. (3.33) ifadesinden yararlanarak işlemlere başlayalım.

k=0 için,

$q_{10\bar{1}} - q_{101} = 0.0022$ denklemi kurulur. $D=0.0011$ değerine karşılık gelir. A sabitinin değeri için,

$q_{100} = A = 0.0083$ seçelim. Bu durumda

$$q_{101} = 0.0096 \text{ olur.}$$

$$q_{101} = 0.0096 = A + C - D$$

$$0.0096 = 0.0083 + C - 0.0011$$

$$C = 0.0024$$

Yaptığımız bu kabulde pikleri indisleyemedik. Sıradaki adım k=1 değeri için C, A, B sabitlerini tahmin edeceğiz.

$$q_{11\bar{1}} - q_{111} = 2D_{hl} = 0.0022$$

$$D = 0.0011 \text{ olur.}$$

$$q_{110} = A + B = 0.0083 \text{ olduğunu varsayarak}$$

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

$$0.0102 = 0.0083 + C + 0.0$$

$$C = 0.0008$$

Değerine ulaştık. Bulduğumuz bu değerden pikleri indisleyemedik. Kırınım desenindeki verilerden 4. sıradaki $0.0125 \sin^2 \theta_{hkl}$ değerini $q_{11\bar{1}}$ olarak seçelim,

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

$$0.0125 = 0.0083 + C + 0.0011 + C = 0.0032 \text{ olur.}$$

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

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

bu iki eşitliğin farkından,

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

$$= C - D \text{ olur.}$$

$$\begin{aligned}
q_{121} - q_{120} &= C - D \\
&= 0.0032 - 0.0011 \\
&= 0.0021
\end{aligned}$$

Bu değer 11. satır, 10. sütunda hatasız bulunmaktadır. O halde,
 $q_{120} = 0.0231$ kabulünü yaparız.

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

$$0.0231 = A + 4B$$

$$0.0083 = A + B$$

İşlemleri sonrası $A = 0.0033$ ve $B = 0.0045$ değerlerine karşılık gelir. Bulunan bu sonuçları kullanarak

$$\begin{aligned}
q_{200} &= 4A = 0.0132 \\
q_{400} &= 16A = 0.0528 \\
q_{030} &= 9B = 0.0441 . \\
q_{002} &= 4C = 0.0128 \\
q_{003} &= 9C = 0.0288 \\
q_{006} &= 36C = 0.1152 \\
q_{23\bar{2}} &= 4A + 9B + 4C + 4D = 0.0745 \\
q_{22\bar{1}} &= 4A + 4B + C + 2D = 0.0399 . \\
q_{131} &= A + 9B + C - D = 0.0495 \\
q_{302} &= 9A + 4C - 6D = 0.0359 \\
q_{122} &= A + 4B + 4C - 2D = 0.0335 \\
q_{312} &= 9A + B + 4C - 6D = 0.0408 \\
q_{205} &= 4A + 4C + 4D = 0.0304 \\
q_{32\bar{2}} &= 9A + 4B + 4C + 6D = 0.0687 \\
q_{021} &= 4B + C = 0.0228 \\
q_{520} &= 25A + 4B = 0.1021 .
\end{aligned}$$

$$q_{220}=4A+4B=0.0328$$

$$q_{250}=4A+4B=0.1357$$

$$q_{011}=B+C=0.0081 .$$

$$q_{111}=A+B+C-D=0.0103$$

$$q_{141}=A+16B+C+D=0.0860$$

$$q_{341}=9A+16B+C+3D=0.1146$$

$$q_{412}=16A+B+4C-8D=0.0617 .$$

$$q_{204}=4A+16C-8D=0.0556$$

$$q_{411}=16A+B+C+4D=0.0653$$

Yaptığımız bu seçimlerle pek çok denemelerden sonra 25 pik indisleyebildik, fakat bu yeterli değildir. Amlodipin Besilat'ın monoklinik yapıda olmadığına karar verdik.

3.4.7. Triklinik Sistem

Triklinik sistem, simetrisi en az olan kristal yapıdır. Birim hücre eksen uzunlukları birbirinden farklı olduğu gibi eksenler arasındaki açılarda birbirinden farklıdır. Aynı zamanda 90°'den de farklıdır. Bunun için triklinik bir sistemin birim hücre parametrelerini toz kırınım deseninden çıkarabilmek için altı bilinmeyen tespit edilmesi gerekmektedir. Bu işlemi sadece toz kırınım deseninden faydalanarak yapmak hemen hemen imkânsızdır. Numunenin kristal sistemini belirlemek için bilgisayar programlarından faydalanınız. Triklinik bir sistem için düzlemler arası uzaklık,

$$\frac{1}{d^2} = \frac{1}{V^2} (S_{11}h^2 + S_{22}k^2 + S_{33}l^2 + 2S_{12}hk + 2S_{23}kl + 2S_{13}hl) \quad (3.34)$$

Burada V birim hücrenin hacmidir ve

$$\begin{aligned} S_{11} &= b^2c^2 \sin^2 \alpha & S_{12} &= abc^2(\cos \alpha \cos \beta - \cos \gamma) \\ S_{22} &= a^2c^2 \sin^2 \beta & S_{23} &= a^2bc(\cos \beta \cos \gamma - \cos \alpha) \\ S_{33} &= a^2b^2 \sin^2 \gamma & S_{13} &= ab^2c(\cos \gamma \cos \alpha - \cos \beta) \end{aligned} \quad (3.35)$$

$$V = abc \sqrt{1 - \cos^2 \alpha - \cos^2 \beta - \cos^2 \gamma + 2 \cos \alpha \cos \beta \cos \gamma} \quad (3.36)$$

bağıntıları bulunmaktadır.[21]

3.5 Pentoxifyline'nin Kullanım Alanları

Pentoxifyline kan dolaşımı ve dokuların oksijenlenmesini arttırır. Kullanım alanları içinde periferik vasküler hastalıklar (damarla ilgili) vardır. Kan'ın viskozitesini düşüren bir etkiye sahiptir, aynı zamanda kanın akışkanlığını arttırır. Fibrinojen (kanın pıhtılaşmasını sağlayan madde) derişimini azaltır. Yapılan araştırmalarda periferik damar hastalığı olanlarda kansızlığa bağlı egzersiz sırasında gelişen, istirahatle geçen bacak ağrısı oluşma süresini belirgin şekilde uzattığı anlaşılmıştır.

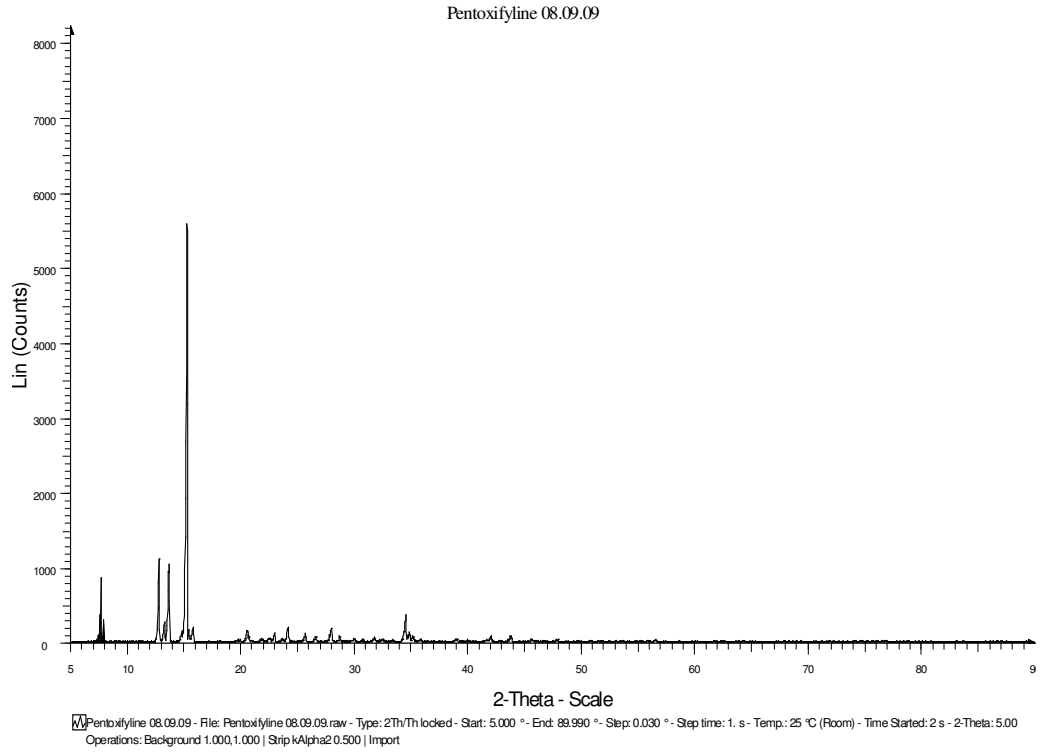
Vasküler hastalığı olan hastalarda klinik semptomların düzenli kullanım sonrası %60 ile %100 oranında iyileştiği saptanmıştır. En etkin düzelme yürüme mesafesinin artmasıdır.

Çeşitli duyma bozukluklarında göze ait vasküler dejeneratif süreç ile seyreden dolaşım bozukluklarının tedavisinde kullanılmaktadır. Ayrıca yapılan çalışmalar sonunda Pentoxifylinin erken dönemde kırık iyileşmesini hızlandırdığı görülmüştür.

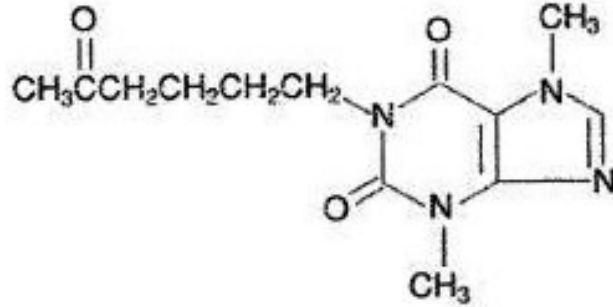
Piyasada bu etkin maddeyi içeren ilaçlar şunlardır;

Hemopene	100mg	5ml,10 ampul	I.E. Ulagay
Penfixteva	400mg	30 tablet	Med İlaç
Pentox Fort Sr	600mg	20 kapsül	Abdi İbrahim
Trental	400mg	60 draje	Abdi İbrahim
Trental	100mg	5 ampul	Aventis
Trental	300mg	5 ampul	Aventis
Vasoplan	100mg	5 ampul	Mustafa Nevzat
Vasoplan	400mg	20 Tablet	Mustafa Nevzat

3.6.Pentoxifyline'in Kristal Yapısının Analitik Olarak İncelenmesi



Şekil 3.7. Pentoxifyline'in X-ışınları Toz kırınım Deseni



Şekil4.8 Pentoxifylline'nin Açık Formülü

Tablo 3.10 Pentoxifylline'nin Kırınım Deseni Verileri

$\sin^2 \theta$	2-Theta °	d value Angstrom	Intensity Count	Intensity %
0.00433	7,5500	1.169.984	866	15,4
0.01218	12.677	6.97717	1105	19.7
0.01313	13.160	6.72220	266	4.7
0.01396	13.569	6.52037	1055	18.8
0.01744	15.179	5.83247	5607	100.0
0.01864	15.697	5.64090	202	3.6
0.02952	19.790	4.48254	13.4	0.2
0.03171	20.516	4.32548	147	2.6
0.03559	21.772	4.07878	51.6	0.9
0.03802	22.490	3.95017	58.0	1.0
0.03936	22.888	3.88237	119	2.1
0.04175	23.587	3.76894	49.0	0.9
0.04351	24.082	3.69256	190	3.4
0.04909	25.604	3.47632	121	2.2
0.05267	26.539	3.35596	73.5	1.3
0.05809	27.894	3.19596	170	3.0
0.06132	28.676	3.11055	89.7	1.6
0.06657	29.907	2.98529	45.1	0.8
0.07006	30.700	2.90995	41.3	0.7
0.07471	31.730	2.81778	67.5	1.2
0.07807	32.454	2.75651	40.2	0.7
0.08213	33.320	2.68686	25.9	0.5
0.08773	34.460	2.60052	303	5.4
0.09132	35.180	2.54894	78.6	1.4
0.09452	35.817	2.50509	37.9	0.7
0.11143	39.002	2.30753	33.4	0.6
0.11370	39.413	2.28439	17.7	0.3
0.11669	39.950	225.491	30,6	0,5
0.125330	41.570	217.070	24,7	0,4
0.12840	41.999	214.952	70.9	1,3
0.13699	43.783	206.596	77.2	1,4
0.15049	45.657	198.544	13,8	0,4
0.15327	46.097	196.750	21,6	0,2
0.15635	46.587	194.793	25,8	0,5
0.16437	47.841	189.976	37,8	0,7
0.18846	51.462	177.429	19,5	0,3
0.19965	53.085	172.380	21,2	0,4
0.21961	55.895	164.362	16,8	0,3
0.22433	56.548	162.617	27,3	0,7
0.26364	61.790	150.020	21,5	0,4
0.44517	83.706	115.449	9,31	0,2

Tablo3.11 Pentoxifylline'nin İçin Kübik Tablo

NO	θ	2θ	$\sin \theta$	$\sin^2 \theta$	$\sin^2 \theta/2$	$\sin^2 \theta/3$	$\sin^2 \theta/4$	$\sin^2 \theta/5$	$\sin^2 \theta/6$	$\sin^2 \theta/8$	$\sin^2 \theta/9$	$\sin^2 \theta/10$	$\sin^2 \theta/11$	$\sin^2 \theta/12$	$\sin^2 \theta/13$	$\sin^2 \theta/14$
1	7.550	3.775	0,06583	0,00433	0,00216	0,00144	0,00108	0,00086	0,00072	0,00054	0,00048	0,00043	0,00039	0,00035	0,00033	0,00030
2	12.677	6.3385	0,11040	0,01218	0,00609	0,00406	0,00304	0,00243	0,00203	0,00152	0,00135	0,00121	0,00110	0,00101	0,00093	0,00087
3	13.160	6,5800	0,11459	0,01313	0,00656	0,00437	0,00328	0,00262	0,00218	0,00164	0,00145	0,00131	0,00119	0,00109	0,00101	0,00093
4	13.569	6,7845	0,11813	0,01395	0,00697	0,00465	0,00348	0,00279	0,00232	0,00174	0,00155	0,00139	0,00126	0,00116	0,00107	0,00099
5	13.179	7,5895	0,13207	0,01744	0,00872	0,00581	0,00436	0,00348	0,02900	0,00218	0,00193	0,00174	0,00158	0,00145	0,00134	0,00124
6	15.179	7,8485	0,13655	0,01864	0,00932	0,00621	0,00466	0,00372	0,03100	0,00233	0,00207	0,00186	0,00169	0,00155	0,00143	0,00133
7	15.697	9,8950	0,17184	0,02952	0,01476	0,00984	0,00466	0,00590	0,04920	0,00369	0,00328	0,00295	0,00268	0,00246	0,00227	0,00210
8	19.790	10,2580	0,17808	0,03171	0,01585	0,01057	0,00738	0,00634	0,00528	0,00396	0,00352	0,00317	0,00288	0,00264	0,00243	0,00226
9	20.516	10,8860	0,18850	0,03559	0,01779	0,01186	0,00792	0,00711	0,00593	0,00444	0,00395	0,00355	0,00323	0,00296	0,00273	0,00254
10	21.772	11,2450	0,19500	0,03802	0,01901	0,01267	0,00897	0,00760	0,00633	0,00475	0,00422	0,00380	0,00345	0,00316	0,00292	0,00271
11	22.490	11,4440	0,19841	0,03936	0,01968	0,01312	0,00950	0,00787	0,00656	0,00492	0,00437	0,00393	0,00357	0,00328	0,00302	0,00281
12	22.888	11,7935	0,20430	0,04175	0,02087	0,01391	0,00984	0,00835	0,00695	0,00521	0,00463	0,00417	0,00379	0,00347	0,00321	0,00298
13	23.587	12,0410	0,20861	0,04351	0,02175	0,01450	0,01043	0,00870	0,00725	0,00543	0,00483	0,00435	0,00395	0,00362	0,00334	0,00310
14	24.082	12,8020	0,22158	0,04909	0,02454	0,01636	0,01087	0,00981	0,00818	0,00613	0,00545	0,00490	0,00446	0,00409	0,00377	0,00350
15	25.604	13,2695	0,22950	0,05267	0,02633	0,01755	0,01227	0,01053	0,00877	0,00658	0,00585	0,00526	0,00478	0,00438	0,00402	0,00376
16	26.539	13,9470	0,24102	0,05809	0,02904	0,01936	0,01316	0,01161	0,00968	0,00726	0,00645	0,00580	0,00528	0,00484	0,00446	0,00414
17	27.894	14,3380	0,24764	0,06132	0,03066	0,02440	0,01452	0,01226	0,01022	0,00766	0,00681	0,00613	0,00557	0,00511	0,00471	0,00438
18	28.676	14,9535	0,25800	0,06657	0,03328	0,02219	0,01533	0,01331	0,01109	0,00832	0,00739	0,00665	0,00605	0,00554	0,00512	0,00475
19	29.907	15,3500	0,26470	0,07006	0,03503	0,02335	0,01664	0,01401	0,01167	0,00875	0,00778	0,00700	0,00636	0,00583	0,00538	0,00500
20	30.700	15,8650	0,27330	0,07471	0,03735	0,02490	0,01751	0,01494	0,01245	0,00933	0,00830	0,00747	0,00679	0,00622	0,00574	0,00533
21	31.730	16,2270	0,27940	0,07807	0,03903	0,02602	0,01867	0,01561	0,01301	0,00975	0,00867	0,00780	0,00709	0,00650	0,00600	0,00557
22	32.454	16,6600	0,28660	0,08213	0,04106	0,02737	0,01951	0,01642	0,01368	0,01026	0,00912	0,00821	0,00746	0,00684	0,00631	0,00586
23	33.320	17,2300	0,29620	0,08773	0,04386	0,02924	0,02053	0,01754	0,01462	0,01096	0,00974	0,00877	0,00797	0,00731	0,00674	0,00626
24	34.460	17,5900	0,30220	0,09132	0,04566	0,03044	0,02193	0,01826	0,01522	0,01141	0,01014	0,00913	0,00830	0,00761	0,00702	0,00652
25	35.180	17,9080	0,30740	0,09452	0,04726	0,03150	0,02283	0,01890	0,01575	0,01181	0,01050	0,00945	0,00859	0,00787	0,00727	0,00675
26	35.817	19,5010	0,33380	0,11143	0,05571	0,03714	0,02363	0,02228	0,01857	0,01392	0,01238	0,01114	0,01013	0,00928	0,00857	0,00795
27	39.002	19,7060	0,33720	0,11370	0,05685	0,03790	0,02785	0,02274	0,01895	0,01421	0,01263	0,01137	0,01033	0,00947	0,00874	0,00812
28	39.413	19,9750	0,34160	0,11669	0,05834	0,03889	0,02842	0,02333	0,01944	0,01458	0,01296	0,01166	0,01060	0,00972	0,00897	0,00833
29	39.950	20,7350	0,35400	0,12533	0,06334	0,04177	0,02917	0,02506	0,02088	0,01566	0,01392	0,01253	0,01139	0,01044	0,00964	0,00895
30	41.470	20,9990	0,35830	0,12840	0,06266	0,04280	0,03133	0,02568	0,02140	0,01605	0,01426	0,01284	0,01167	0,01070	0,00987	0,00917
31	41.499	21,8915	0,37280	0,13899	0,06949	0,04633	0,03210	0,02779	0,02316	0,01737	0,01544	0,01389	0,01263	0,01158	0,01069	0,00992
32	43.783	22,8280	0,38790	0,15049	0,07524	0,05016	0,03474	0,03009	0,02508	0,01881	0,01672	0,01504	0,01368	0,01254	0,01157	0,01074
33	55.895	23,0480	0,39150	0,15327	0,07663	0,05109	0,03762	0,03065	0,02555	0,01915	0,01693	0,01532	0,01393	0,01277	0,01179	0,01094
34	56.548	23,2930	0,39540	0,15635	0,07817	0,05211	0,03831	0,02127	0,02605	0,01954	0,01737	0,01563	0,01421	0,01302	0,01202	0,01116
35	47.841	23,9200	0,40540	0,16437	0,08218	0,05479	0,03908	0,03287	0,02739	0,02179	0,01826	0,01643	0,01494	0,01369	0,01264	0,01174
36	51.462	25,7310	0,43410	0,18846	0,09423	0,06282	0,04109	0,03769	0,03141	0,02355	0,02094	0,01884	0,01713	0,01449	0,01449	0,01346
37	53.085	26,5420	0,44680	0,19965	0,09982	0,06655	0,04991	0,03993	0,03327	0,02495	0,02218	0,01996	0,01815	0,01663	0,01535	0,01426
38	55.895	27,9470	0,46860	0,21961	0,10980	0,07320	0,05490	0,04390	0,03660	0,02745	0,02440	0,02196	0,01996	0,01830	0,01689	0,01568
39	56.548	28,2740	0,47360	0,22433	0,11216	0,07477	0,05608	0,04486	0,03738	0,02804	0,02492	0,02243	0,02039	0,01869	0,01725	0,01602
40	61.760	30,8950	0,51346	0,26364	0,13182	0,08788	0,06591	0,05272	0,04394	0,03295	0,02929	0,02636	0,02396	0,02197	0,02028	0,01883
41	83.706	41,8530	0,66720	0,44517	0,22258	0,07419	0,05564	0,04451	0,03709	0,02782	0,02473	0,02250	0,02047	0,03709	0,03424	0,03179

3.6.1. Kübik Test

Her toz desenini indislemek için ilk adım simetrisinin kübik olup olmadığına bakmaktır. Pentoxfylline maddesinin kübik yapıya sahip olup olmadığını bulmak için öncelikle hazırladığımız Kübik Tablo 3,9'a bakarız. Tabloyu inceledikten sonra yapacağımız işlemlerde kolaylık sağlaması amacıyla ortak değerler ve bunların frekansını içeren bir tablo daha oluşturduk. Kübik test tekrar tablosu

Tablo 3.12 Kübik Test Tekrar Tablosu

$\sin^2 \theta_{hkl}$	Tekrar Sayısı
0,0058	5
0,0083	5
0,0139	5
0,0021	4
0,0039	4
0,0060	3
0,0306	2

Yukarıdaki tablo en çok tekrar eden sayılar dikkate alınarak hazırlanmıştır.

Tabloyu incelediğimizde en çok tekrar eden sayının 0,0058 olduğunu görürüz. Önce bu değerle piklerimizi indisleme işlemine başlayalım.

$A=0,0058$ için $\sin$ değerlerini inceleyelim,

$\sin^2 \theta_{100} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 1A = 0,0058$	Yok
$\sin^2 \theta_{200} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 4A = 0,0232$	Yok
$\sin^2 \theta_{300} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 9A = 0,0522$	Var
$\sin^2 \theta_{400} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 16A = 0,0928$	Yok
$\sin^2 \theta_{500} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 25A = 0,1450$	Yok
$\sin^2 \theta_{600} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 36A = 0,2088$	Yok
$\sin^2 \theta_{700} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 49A = 0,2842$	Yok
$\sin^2 \theta_{110} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 2A = 0,0116$	Yok
$\sin^2 \theta_{220} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 8A = 0,0464$	Yok
$\sin^2 \theta_{330} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 18A = 0,1044$	Yok
$\sin^2 \theta_{440} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 32A = 0,1856$	Yok

$\sin^2 \theta_{550} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 50A = 0,2900$	Yok
$\sin^2 \theta_{111} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 3A = 0,0174$	Yok
$\sin^2 \theta_{222} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 12A = 0,0696$	Yok
$\sin^2 \theta_{333} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 27A = 0,1566$	Var
$\sin^2 \theta_{444} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 48A = 0,2784$	Yok
$\sin^2 \theta_{210} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 5A = 0,0290$	Yok
$\sin^2 \theta_{211} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 6A = 0,0348$	Yok
$\sin^2 \theta_{321} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 14A = 0,0812$	Yok
$\sin^2 \theta_{311} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 11A = 0,0628$	Yok
$\sin^2 \theta_{212} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 9A = 0,0522$	Var
$\sin^2 \theta_{312} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 14A = 0,0812$	Yok
$\sin^2 \theta_{331} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 19A = 0,1102$	Yok
$\sin^2 \theta_{332} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 22A = 0,1276$	Yok
$\sin^2 \theta_{410} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 17A = 0,0986$	Yok
$\sin^2 \theta_{420} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 20A = 0,1160$	Yok

A değeri olabileceğini varsaydığımız 0,0058 sayısı ile ancak birkaç pik indisleyebildik.

Şimdi tablodaki diğer değerlerle denememize devam edelim.

A=0,0021 olarak seçersek;

$\sin^2 \theta_{200} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 4A = 0,0084$	Yok
$\sin^2 \theta_{300} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 9A = 0,0189$	Var
$\sin^2 \theta_{400} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 16A = 0,0336$	Yok
$\sin^2 \theta_{500} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 25A = 0,0525$	Var
$\sin^2 \theta_{600} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 36A = 0,0756$	Yok
$\sin^2 \theta_{700} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 49A = 0,1029$	Yok
$\sin^2 \theta_{110} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 2A = 0,0042$	Var
$\sin^2 \theta_{220} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 8A = 0,0168$	Yok
$\sin^2 \theta_{330} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 18A = 0,0378$	Var

$\sin^2 \theta_{440} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 32A = 0,0672$	Yok
$\sin^2 \theta_{550} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 50A = 0,1050$	Yok
$\sin^2 \theta_{111} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 3A = 0,0063$	Yok
$\sin^2 \theta_{222} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 12A = 0,0252$	Yok
$\sin^2 \theta_{333} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 27A = 0,0567$	Yok
$\sin^2 \theta_{444} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 48A = 0,1008$	Yok
$\sin^2 \theta_{210} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 5A = 0,0105$	Yok
$\sin^2 \theta_{211} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 6A = 0,0126$	Yok
$\sin^2 \theta_{321} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 14A = 0,0294$	Var
$\sin^2 \theta_{311} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 11A = 0,0231$	Yok
$\sin^2 \theta_{212} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 9A = 0,0189$	Var
$\sin^2 \theta_{312} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 14A = 0,0294$	Var
$\sin^2 \theta_{331} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 19A = 0,0399$	Yok
$\sin^2 \theta_{332} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 22A = 0,0462$	Yok
$\sin^2 \theta_{410} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 17A = 0,0357$	Var
$\sin^2 \theta_{420} = A(h^2 + k^2 + l^2) = 20A = 0,0420$	Yok

Yaptığımız deneyler sonucunda sadece yedi pik indisleyebildik. Diğer değerlerinde a değeri olmadığına karar verdik. Çünkü yeterince pik indislenemedi. Bu durumda Pentoxfylline maddesinin kübik yapıda olmadığı görüldü.

3.6.2. Tetragonal Test

Numunenein Tetragonal sisteme ait olup olmadığını incelerken izlediğimiz yol bölüm 3.4.2' de Amlodipin Besilat için izlediğimiz yol ile aynıdır.

Pentoxfylline için hazırladığımız Oran Tablosundan 3.11 faydalananarak işlemlere başlayalım. Bu tablo numunenin kırınım desenindeki $\sin^2 \theta_{hkl}$ değerleri arasındaki orandır.

Tabloyu incelediğimizde belli bazı oranların olmadığı görülmektedir. Bu durumda Pentoxfylline'in tetragonal yapıda olmadığı sonucuna varılır.

Tablo3.13 Pentoxfylline İçin Oran Tablosu

NO	$\sin^2 \theta$	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
1	0.00433																						
2	0,01218	2,83255																					
3	0,01313	3,05340	1,07799																				
4	0,01395	3,24416	1,14532	1,06245																			
5	0,01744	4,05581	1,43185	1,32825	1,25017																		
6	0,01864	4,33488	1,53037	1,41964	1,33620	1,06880																	
7	0,02952	6,86511	2,42364	2,24828	2,11612	1,69266	1,58369																
8	0,03171	7,37440	2,60344	2,41507	2,27311	1,81823	1,70118	1,07418															
9	0,03559	8,27674	2,92200	2,71058	2,55125	2,04071	1,90933	1,20562	1,12235														
10	0,03802	8,84186	3,12151	2,89565	2,72544	2,18004	2,03969	1,28794	1,19899	1,06827													
11	0,03936	9,15348	3,23152	2,99771	2,82150	2,25688	2,11158	1,33333	1,24124	1,10592	1,03524												
12	0,04175	9,70930	3,42775	3,17974	2,99283	2,39392	2,23980	1,41429	1,31661	1,17308	1,09810	1,06072											
13	0,04351	10,11860	3,57224	3,31378	3,10759	2,49483	2,33422	1,47391	1,37212	1,22253	1,14439	1,10543	1,04215										
14	0,04909	11,41620	4,03037	3,73876	3,51899	2,81479	2,63358	1,66294	1,54809	1,37937	1,29916	1,24720	1,17580	1,12824									
15	0,05267	12,24883	4,32430	4,01142	3,77562	3,02006	2,82564	1,78421	1,66099	1,47991	1,38532	1,33816	1,26155	1,21052	1,07292								
16	0,05809	13,50930	4,76929	4,42421	4,16415	3,33084	3,11641	1,96781	1,83191	1,63220	1,52788	1,47586	1,39137	1,33509	1,18333	1,10290							
17	0,06132	14,26046	5,03448	4,67022	4,39569	3,51605	3,28969	2,07723	1,93377	1,72295	1,61283	1,55792	1,46874	1,40933	1,24913	1,16423	1,05560						
18	0,06657	15,48139	5,46551	5,07006	4,77204	3,81708	3,57135	2,25508	2,09933	1,87046	1,75092	1,69131	1,59449	1,52999	1,35608	1,26390	1,14598	1,08561					
19	0,07006	16,29302	5,75205	5,33587	5,02222	4,01720	3,75858	2,37330	2,20939	1,96853	1,84271	1,77997	1,67808	1,61020	1,42717	1,33016	1,20605	1,14253	1,05242				
20	0,07471	17,37441	6,13382	5,69002	5,35555	4,28383	4,00804	2,53082	2,35603	2,09918	1,96501	1,89811	1,78946	1,71707	1,52189	1,41845	1,28610	1,21836	1,12227	1,06637			
21	0,07807	18,15581	6,40968	5,94592	5,59641	4,47649	4,18830	2,64464	2,46199	2,19359	2,05339	1,98348	1,86994	1,79430	1,59034	1,48224	1,34394	1,27315	1,17275	1,11433	1,04497		
22	0,08213	19,10000	6,74302	6,25514	5,88745	4,70928	4,40611	2,78218	2,59003	2,30767	2,16017	2,08663	1,96718	1,88761	1,67304	1,55933	1,41384	1,33936	1,23373	1,17228	1,09931	1,05200	
23	0,08773	20,40232	7,20279	6,68164	6,28888	5,03038	4,70654	2,97188	2,76663	2,46501	2,30746	2,22891	2,10131	2,01631	1,78712	1,66565	1,51024	1,43069	1,31786	1,25221	1,17427	1,12373	1,06818
24	0,09132	21,23720	7,49753	6,95506	6,54623	5,23623	4,89914	3,09349	2,87984	2,56588	2,40189	2,32012	2,18730	2,09882	1,86025	1,73381	1,57204	1,48923	1,37178	1,30345	1,22232	1,16971	1,11189
25	0,09452	21,98139	7,76026	7,19878	6,77562	5,41972	5,07081	3,20189	2,98076	2,65580	2,48605	2,40142	2,26395	2,17237	1,92544	1,79456	1,62713	1,54142	1,41985	1,34912	1,26515	1,21070	1,15085
26	0,11143	25,91395	9,14860	8,48667	7,98781	6,38933	5,97800	3,77470	3,51403	3,13093	2,93082	2,83104	2,66898	2,56102	2,26991	2,11562	1,91823	1,81718	1,67387	1,59049	1,49150	1,42730	1,35675
27	0,11370	26,44186	9,33497	8,65955	8,15053	6,51949	6,09978	3,85162	3,58561	3,19471	2,99053	2,88871	2,72335	2,61319	2,31615	2,15872	1,95730	1,85420	1,70797	1,62289	1,52188	1,45638	1,38439
28	0,11669	27,13720	9,58045	8,88728	8,36487	6,69094	6,26019	3,95291	3,67991	3,27872	3,06917	2,96468	2,79497	2,68191	2,37706	2,21549	2,00877	1,90296	1,75289	1,66557	1,56190	1,49468	1,42079
29	0,12533	29,14651	10,28981	9,54531	8,98422	7,18635	6,72371	4,24559	3,95238	3,52149	3,29642	3,18419	3,00191	2,88048	2,55306	2,37953	2,15751	2,04386	1,88267	1,78889	1,67755	1,60535	1,52599
30	0,12840	29,86046	10,54187	9,77913	9,20430	7,36238	6,88841	4,34959	4,04919	3,60775	3,37716	3,26219	3,07544	2,95104	2,61560	2,43782	2,21036	2,09393	1,92879	1,83271	1,71864	1,64467	1,56337
31	0,13899	32,32325	11,41133	10,58568	9,96344	7,96961	7,45654	4,70833	4,38315	3,90531	3,65570	3,53125	3,32910	3,19443	2,83133	2,63888	2,39266	2,26663	2,08787	1,98387	1,86039	1,78032	1,69231
32	0,15049	34,99767	12,35550	11,46153	10,78781	8,62901	8,07349	5,09789	4,74582	4,22843	3,66575	3,82342	3,60455	3,45874	3,06559	2,85722	2,59063	2,45417	2,26062	2,14801	2,01432	1,92762	1,83233
33	0,15327	35,64418	12,58374	11,67326	10,98709	8,78841	8,22263	5,19207	4,83349	4,30654	4,03129	3,89405	3,67113	3,52263	3,12222	2,91000	2,63849	2,49951	2,30238	2,18769	2,05153	1,96323	1,86618
34	0,15635	36,36046	12,83661	11,90784	11,20788	8,96502	8,38787	5,29640	4,93062	4,39308	4,11230	3,97230	3,74491	3,59342	3,18496	2,96848	2,69151	2,54973	2,34865	2,23165	2,10799	2,00268	1,90368
35	0,16437	38,22558	13,49507	12,51865	11,78270	9,42488	8,92902	5,56808	5,18353	4,61843	4,32325	4,17606	3,93700	3,77775	3,34833	3,12007	2,82957	2,68052	2,46913	2,34613	2,20010	2,10541	2,00133
36	0,18846	43,82790	15,47290	14,35338	13,50960	10,80619	10,11051	6,38414	5,94323	5,29530	4,95686	4,78810	4,51401	4,33141	3,83907	3,57812	3,24427	3,07338	2,83100	2,68998	2,52255	2,41398	2,29465
37	0,19965	46,43023	16,39162	15,20563	14,31182	11,44780	10,71083	6,76321	6,29612	5,60972	5,25118	5,07240	4,78203	4,58860	4,06701	3,79058	3,43690	3,25587	2,99909	2,84970	2,67233	2,55732	2,43090
38	0,21961	51,07209	18,03037	16,72581	15,74260	12,59230	11,78165	7,43936	6,92557	6,17055	5,77617	5,57952	5,26011	5,04734	4,47361	4,16954	3,78051	3,58137	3,29893	3,13459	2,93949	2,81298	2,67393
39	0,22433	52,16976	18,41789	17,08530	16,08100	12,86295	12,03487	7,59925	7,07442	6,30317	5,90031	5,69944	5,37317	5,15582	4,56976	4,25916	3,86176	3,65834	3,36983	3,20196	3,00260	2,87344	2,73140
40	0,26364	61,31162	21,64532	20,07920	18,89890	15,11690	14,14370	8,93089	8,31409	7,40769	6,93424	6,69817	6,31473	6,05929	5,37054	5,00550	4,53847	4,29941	3,96034	3,76300	3,52884	3,37696	3,21003
41	0,44517	103,5270	36,54920	33,90470	31,91180	25,52580	23,88250	15,08020	14,03878	12,50820	11,70880	11,31021	10,66270	10,23140	9,06844	8,45205	7,66345	7,25978	6,68724	6,35412	5,95864	5,70219	5,42030

Tablo3.13 Pentoxfylline İçin Oran Tablosu(Devam)

NO	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40	41	42	43	44
1	0.00433																					
2	0.01218																					
3	0.01313																					
4	0.01395																					
5	0.01744																					
6	0.01864																					
7	0.02952																					
8	0.03171																					
9	0.03559																					
10	0.03802																					
11	0.03936																					
12	0.04175																					
13	0.04351																					
14	0.04909																					
15	0.05267																					
16	0.05809																					
17	0.06132																					
18	0.06657																					
19	0.07006																					
20	0.07471																					
21	0.07807																					
22	0.08213																					
23	0.08773																					
24	0.09132	1,04092																				
25	0.09452	1,07739	1,03504																			
26	0.11143	1,27014	1,22021	1,1789																		
27	0.11370	1,29602	1,24507	1,20292	1,02037																	
28	0.11669	1,3301	1,27781	1,23455	1,0472	1,02629																
29	0.12533	1,42858	1,37242	1,32596	1,12474	1,10228	1,07404															
30	0.12840	1,46358	1,40604	1,35844	1,15229	1,12928	1,10035	1,02449														
31	0.13899	1,58429	1,52201	1,47048	1,24733	1,22242	1,1911	1,10899	1,08247													
32	0.15049	1,71537	1,64794	1,59214	1,35053	1,32357	1,28965	1,20075	1,17204	1,08273												
33	0.15327	1,74706	1,67838	1,62156	1,37548	1,34802	1,31348	1,22293	1,19369	1,10274	1,01847											
34	0.15635	1,78217	1,71211	1,65414	1,40312	1,3751	1,33987	1,2475	1,21767	1,1249	1,03893	1,02009										
35	0.16437	1,87358	1,79993	1,73899	1,47509	1,4456	1,4086	1,31149	1,28014	1,1826	1,09223	1,07242	1,05129									
36	0.18846	2,14818	2,06373	1,99386	1,69128	1,64881	1,61504	1,50371	1,46775	1,35592	1,2523	1,22959	1,20537	1,14655								
37	0.19965	2,27573	2,18626	2,11225	1,7917	1,74671	1,71094	1,59299	1,5549	1,43643	1,32666	1,3026	1,27694	1,21463	1,05937							
38	0.21961	2,50324	2,40484	2,32342	1,97083	1,92134	1,88199	1,75225	1,71035	1,58004	1,45929	1,43283	1,4046	1,33607	1,16528	1,09997						
39	0.22433	2,55705	2,45652	2,37336	2,01319	1,96264	1,92244	1,78991	1,74711	1,614	1,49066	1,46362	1,43479	1,36478	1,19033	1,12361	1,02149					
40	0.26364	3,00512	2,88699	2,78925	2,36596	2,30656	2,25931	2,10356	2,05327	1,89682	1,75187	1,7201	1,68621	1,60394	1,39891	1,32051	1,20049	1,17523				
41	0.44517	5,07431	4,87483	4,70979	3,99506	3,89475	3,81497	3,55198	3,46705	3,20289	2,95813	2,90448	2,84726	2,70842	2,36214	2,22975	2,02709	1,98444	1,6788			

3.6.3. Hekzagonal Test

Numunenin hekzagonal sisteme ait olup olmadığını incelerken izlenen yol Bölüm 3.4.3 de izlenen yol ile aynıdır. Burada da kübik birim hücre olmamalı ve pikler arasında

$$\frac{q_2}{q_1} = \frac{q_5}{q_2} = 3 \text{ gibi oran oluşursa, simetrinin hekzagonal olma ihtimali vardır.}$$

Tekrar oran tablosuna baktığımızda Tablo 3.11 böyle bir oranın olmadığını görürüz. Bu durumda Pentoxfylline maddesinin hekzagonal sisteme ait olmadığı anlaşılır.

3.6.4. Rombohedral Test

Pentoxfylline numunesi için yapılan işlemler Bölüm 3.4.4' de izlenen yol ile aynıdır. Yapılan işlemler sonucunda hekzagonal yapıya uyan bir orana rastlamadığımız için rombohedral yapıya uygun olmadığına karar verdik.

3.6.5. Ortorombik Test

Pentoxfylline numunesinin Ortorombik sisteme ait olup olmadığını incelerken 3.4.5' te Amlodipin için izlediğimiz yol izlenir.

Tablo3.14 Pentoxifylline İçin Fark Tablosu

NO	$\sin^2 \theta$	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22
1	0,00433																						
2	0,01218	0,00785																					
3	0,01313	0,00883	0,00095																				
4	0,01395	0,00965	0,00177	0,00082																			
5	0,01744	0,01311	0,00526	0,00431	0,00349																		
6	0,01864	0,00143	0,00646	0,00551	0,00469	0,00120																	
7	0,02952	0,02519	0,01734	0,01639	0,01557	0,01208	0,01088																
8	0,03171	0,02738	0,01953	0,01858	0,01776	0,01427	0,01307	0,00219															
9	0,03559	0,03126	0,02341	0,02246	0,02164	0,01815	0,01695	0,00607	0,00388														
10	0,03802	0,03369	0,02584	0,02489	0,02407	0,02058	0,01938	0,00850	0,00631	0,00243													
11	0,03936	0,03503	0,02718	0,02623	0,02541	0,02192	0,02072	0,00984	0,00765	0,00377	0,00134												
12	0,04175	0,03742	0,02957	0,02862	0,02780	0,02431	0,02311	0,01223	0,01004	0,00616	0,00373	0,00239											
13	0,04351	0,03918	0,03133	0,03038	0,02956	0,02607	0,02487	0,01399	0,01180	0,00792	0,00549	0,00415	0,00176										
14	0,04909	0,04476	0,03691	0,03596	0,03514	0,03165	0,03045	0,01957	0,01738	0,01350	0,01107	0,00973	0,00734	0,00558									
15	0,05267	0,04834	0,04049	0,03954	0,03872	0,03523	0,03403	0,02315	0,02096	0,01708	0,01464	0,01331	0,01092	0,00916	0,00358								
16	0,05809	0,05376	0,04591	0,04496	0,04414	0,04065	0,03945	0,02857	0,02638	0,02250	0,02007	0,01873	0,01634	0,01458	0,00900	0,00542							
17	0,06132	0,05699	0,04914	0,04819	0,04737	0,04388	0,04268	0,03180	0,02961	0,02573	0,02330	0,02196	0,01957	0,01782	0,01223	0,00865	0,00323						
18	0,06657	0,06224	0,05439	0,05344	0,05262	0,04913	0,04793	0,03705	0,03486	0,03098	0,02855	0,02721	0,02482	0,02306	0,01743	0,01390	0,00848	0,00525					
19	0,07006	0,06573	0,05788	0,05693	0,05611	0,05262	0,05142	0,04054	0,03855	0,03447	0,03204	0,03070	0,02831	0,02655	0,02097	0,01739	0,01197	0,00875	0,00349				
20	0,07471	0,07038	0,06253	0,06158	0,06076	0,05727	0,05607	0,04519	0,04300	0,03912	0,03669	0,03535	0,03296	0,03120	0,02562	0,02204	0,01662	0,01339	0,00814	0,00465			
21	0,07807	0,07374	0,06589	0,06494	0,06412	0,06063	0,05943	0,04855	0,04636	0,04248	0,04005	0,03871	0,03632	0,03456	0,02898	0,02540	0,01998	0,01675	0,01150	0,00801	0,00336		
22	0,08213	0,07780	0,06995	0,06900	0,06812	0,06469	0,06349	0,05261	0,05042	0,04654	0,04411	0,04277	0,04038	0,03862	0,03304	0,02946	0,02404	0,02081	0,01562	0,01207	0,00742	0,00406	
23	0,08773	0,08344	0,07555	0,07460	0,07378	0,07029	0,06909	0,05821	0,05602	0,05214	0,04971	0,04837	0,04598	0,04422	0,03864	0,03506	0,02964	0,02641	0,02116	0,01767	0,01302	0,00966	0,00560
24	0,09132	0,08699	0,07914	0,07819	0,07737	0,07388	0,07268	0,06180	0,05961	0,05573	0,05330	0,05196	0,04957	0,04781	0,04223	0,03865	0,03323	0,03000	0,02475	0,02126	0,01661	0,01325	0,00919
25	0,09452	0,09015	0,08234	0,08139	0,08057	0,07708	0,07588	0,06500	0,06281	0,05893	0,05650	0,05516	0,05277	0,05101	0,04543	0,04185	0,03643	0,03320	0,02795	0,02446	0,01981	0,01645	0,01239
26	0,11143	0,10710	0,09925	0,09830	0,09748	0,09395	0,09279	0,08191	0,07972	0,07584	0,07341	0,07207	0,06966	0,06792	0,06234	0,05876	0,05334	0,05011	0,04486	0,04137	0,03672	0,03336	0,02930
27	0,11370	0,10937	0,10152	0,10057	0,09975	0,09626	0,09506	0,08418	0,08199	0,07811	0,07568	0,07434	0,07195	0,07019	0,06461	0,06103	0,05561	0,05238	0,04713	0,04364	0,03899	0,03563	0,03157
28	0,11669	0,11236	0,10451	0,10356	0,10274	0,09925	0,09805	0,87170	0,08498	0,08110	0,07867	0,07733	0,07524	0,07318	0,06760	0,06402	0,05860	0,05537	0,05012	0,04663	0,04198	0,03862	0,03456
29	0,12533	0,12100	0,11315	0,11220	0,11138	0,10789	0,10669	0,09581	0,09362	0,08974	0,08731	0,08597	0,08358	0,08182	0,07624	0,07266	0,06724	0,06401	0,05876	0,05527	0,05062	0,04726	0,04320
30	0,12840	0,12407	0,11622	0,11527	0,11445	0,11096	0,10976	0,09888	0,09669	0,09281	0,09038	0,08904	0,08665	0,08489	0,07931	0,07573	0,07031	0,06708	0,06183	0,05834	0,05369	0,05033	0,04627
31	0,13899	0,13466	0,12681	0,12586	0,12504	0,12155	0,12035	0,10947	0,10728	0,10340	0,10097	0,09963	0,09724	0,09548	0,08981	0,08632	0,08090	0,07767	0,07242	0,06893	0,06428	0,06092	0,05686
32	0,15049	0,14616	0,13831	0,13736	0,13654	0,13305	0,13185	0,12097	0,11878	0,11490	0,03802	0,11113	0,10874	0,10698	0,10140	0,09782	0,09240	0,08917	0,08392	0,08043	0,07578	0,07242	0,06836
33	0,15327	0,14894	0,14109	0,14014	0,13932	0,13583	0,13463	0,12375	0,12156	0,11768	0,11525	0,11391	0,11152	0,10976	0,10418	0,10060	0,09518	0,09195	0,08670	0,08321	0,07856	0,07520	0,07114
34	0,15635	0,15202	0,14417	0,14322	0,14240	0,13891	0,13771	0,12683	0,12464	0,12076	0,11833	0,11699	0,11460	0,11286	0,10726	0,10368	0,09826	0,09503	0,08978	0,08629	0,08164	0,07828	0,07422
35	0,16437	0,16004	0,15219	0,15124	0,15042	0,14693	0,14573	0,13483	0,13266	0,12878	0,12635	0,12501	0,12262	0,12086	0,11528	0,11170	0,10628	0,10305	0,09780	0,09431	0,08966	0,08630	0,08224
36	0,18846	0,18413	0,17628	0,17533	0,17451	0,17102	0,16982	0,15894	0,15675	0,15287	0,15044	0,14910	0,14671	0,14495	0,13937	0,13579	0,13037	0,12714	0,12189	0,11840	0,11375	0,11039	0,10633
37	0,19965	0,19532	0,18747	0,18652	0,18570	0,18221	0,18101	0,17013	0,16794	0,16406	0,16163	0,16029	0,15790	0,15614	0,15056	0,14698	0,14156	0,13833	0,13308	0,12959	0,12494	0,12158	0,11752
38	0,21961	0,21528	0,20743	0,20648	0,20566	0,20217	0,20097	0,19009	0,18790	0,18402	0,18159	0,18028	0,17786	0,17610	0,17052	0,16694	0,16152	0,15829	0,15304	0,14955	0,14490	0,14154	0,13748
39	0,22433	0,22000	0,21215	0,21120	0,21038	0,20689	0,20569	0,19481	0,19262	0,18874	0,18631	0,18497	0,18258	0,18082	0,17524	0,17166	0,16624	0,16301	0,15776	0,15427	0,14962	0,14626	0,14220
40	0,26364	0,25931	0,25146	0,25051	0,24969	0,24620	0,24500	0,23412	0,23193	0,22805	0,22562	0,22428	0,22189	0,22013	0,21455	0,21097	0,20555	0,20232	0,19707	0,19358	0,18893	0,18557	0,18151
41	0,44517	0,44084	0,43295	0,43204	0,43122	0,42773	0,42653	0,41565	0,41364	0,40958	0,40715	0,40581	0,40342	0,40166	0,39608	0,39250	0,38708	0,38385	0,37806	0,37511	0,37046	0,36710	0,36304

Tablo3.14 Pentoxfylline İçin Fark Tablosu(devam)

NO	$\sin^2 \theta$	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40	41	42	43	44
1	0,00433																						
2	0,01218																						
3	0,01313																						
4	0,01395																						
5	0,01744																						
6	0,01864																						
7	0,02952																						
8	0,03171																						
9	0,03559																						
10	0,03802																						
11	0,03936																						
12	0,04175																						
13	0,04351																						
14	0,04909																						
15	0,05267																						
16	0,05809																						
17	0,06132																						
18	0,06657																						
19	0,07006																						
20	0,07471																						
21	0,07807																						
22	0,08213																						
23	0,08773																						
24	0,09132	0,00359																					
25	0,09452	0,00679	0,00320																				
26	0,11143	0,02370	0,02011	0,01691																			
27	0,11370	0,02597	0,02238	0,01918	0,00227																		
28	0,11669	0,02896	0,02537	0,02217	0,00526	0,00299																	
29	0,12533	0,03760	0,03401	0,03081	0,01390	0,01163	0,00864																
30	0,12840	0,04067	0,03708	0,03308	0,01697	0,01470	0,01171	0,00307															
31	0,13899	0,05126	0,04767	0,04470	0,02756	0,02559	0,02230	0,01366	0,01059														
32	0,15049	0,06276	0,05917	0,05597	0,03906	0,03679	0,03380	0,02516	0,02209	0,01150													
33	0,15327	0,06554	0,06195	0,05875	0,04184	0,03957	0,03658	0,02794	0,02487	0,01428	0,00278												
34	0,15635	0,06862	0,06503	0,06183	0,04492	0,04265	0,03966	0,03102	0,02795	0,01736	0,00586	0,00308											
35	0,16437	0,07664	0,07305	0,06985	0,05294	0,05067	0,04768	0,03904	0,03597	0,02538	0,01388	0,01110	0,00802										
36	0,18846	0,10073	0,10971	0,09394	0,07703	0,07476	0,07177	0,06313	0,06006	0,04947	0,03797	0,03519	0,03211	0,02409									
37	0,19965	0,11192	0,10833	0,10513	0,08822	0,08595	0,08296	0,07432	0,07125	0,06066	0,04916	0,04638	0,04330	0,03528	0,01119								
38	0,21961	0,13188	0,12829	0,12509	0,10818	0,10591	0,10292	0,09428	0,09121	0,08062	0,06912	0,06634	0,06326	0,05524	0,03115	0,01996							
39	0,22433	0,13660	0,13301	0,12981	0,11290	0,11063	0,10764	0,09900	0,09593	0,08534	0,07384	0,07106	0,06798	0,05996	0,03587	0,02468	0,00472						
40	0,26364	0,17591	0,17232	0,16912	0,15221	0,14994	0,14695	0,13831	0,13524	0,12465	0,11315	0,11037	0,10729	0,09927	0,07518	0,06399	0,04403	0,03931					
41	0,44517	0,35744	0,35385	0,35065	0,33374	0,33147	0,32848	0,31984	0,31677	0,30618	0,29468	0,29190	0,28882	0,28080	0,25671	0,24552	0,22556	0,22084	0,18153				

Pentoxfylline için Fark tablosuna 3.14 baktığımızda, burada tekrarlanan farklar olduğu tespit edilir. Bunlara Tablo3.15’de Farkların Frekansı olarak gruplandı. Tablo $\pm 0,0004$ hata payı ile oluşturuldu.

Tablo3.15 Farkların Frekansı

$\sin^2 \theta_{hkl}$	Tekrar Sayısı
0,03563	9
0,03860	8
0,02540	7
0,00540	6
0,00320	6
0,02850	6
0,00850	5
0,01160	5
0,10660	4
0,00220	4
0,00750	4
0,04410	4
0,12150	4
0,02070	4
0,08190	4
0,06460	3
0,08480	3
0,00270	2

Bu değerleri kullanarak numunenin ortorombik yapıda olup olmadığı analitik yöntemle inceleyelim.

En çok tekrar eden sayı 0,03563’dür. Bu sayıyı $\sin^2 \theta_{100} = 0,03563$ olarak indislersek

$$\sin^2 \theta_{hkl} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2$$

Ortorombik kristal yapı için Bragg yasası olmak üzere; 200, 300, 400 gibi düzlemleri indislemeye çalışırsak;

$$\sin^2 \theta_{100} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 = 1A = 0,03563 \quad \text{Yok}$$

$$\sin^2 \theta_{200} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 = 4A = 0,14252 \quad \text{Yok}$$

$$\sin^2 \theta_{300} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 = 9A = 0,32067 \quad \text{Yok}$$

$$\sin^2 \theta_{400} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 = 16A = 0,57008 \quad \text{Yok}$$

Hiçbir düzlemi indisleyemedik. Diğer en çok tekrar eden fark değeri 0,0386’yı A olarak kabul ettiğimizde yine pikleri indisleyemedik. Bir başka değer olan 0,0254’ü A olarak kabul ederek işlemlere devam edelim.

$$\sin^2 \theta_{100} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 = 1A = 0,0254 \quad \text{Yok}$$

$$\sin^2 \theta_{200} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 = 4A = 0,1016 \quad \text{Yok}$$

$$\sin^2 \theta_{300} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 = 9A = 0,2286 \quad \text{Yok}$$

$$\sin^2 \theta_{400} = Ah^2 + Bk^2 + Cl^2 = 16A = 0,4064 \quad \text{Yok}$$

Seçtiğimiz bu değerlerde hiçbir pik indislenemedi.

A değeri olarak 0,0054'ü seçtiğimizde de herhangi bir pik indislenememiştir. 0,0032 ve farklar frekansı tablosundaki diğer değerlerle yaptığımız işlemler sonucu pikler indislenemediğinden Pentoxfylline numunesinin ortorombik yapıda olmadığını söyleriz.

3.6.6. Monoklinik Test

Birinci numunemizin Monoklinik olup olmadığını incelerken, monoklinik simetrikli bir maddeyi indisleminin zorluğundan söz ettik. Monoklinik sistem için yüzeyler arası ilişki:

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{1}{\frac{h^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} + \frac{2hl}{ac} \cos \beta + \frac{k^2}{b^2 \sin^2 \beta}}$$

olarak tanımlanmıştı. Buradaki Pentoxfylline maddesini incelerken Bölüm 3.6.6' da takip ettiğimiz yolu takip edeceğiz.

Pentoxfylline numunesi için yapılan Farklar Tablosu 3.14 incelendiği zaman 1,2,3,4,5 katı olduğu gözlemlendi.

k=0 için

$$q_{10\bar{1}} - q_{101} = 2D_{hl} = 0,00551$$

Yukarıdaki ifadeye göre D=0,00275 değerini alır, A değeri için

$$q_{100} = A = 0,00433 \text{ kabulü yapılırsa}$$

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

$$0,01218 = 0,00433 + C - 0,00275$$

$$C = 0,01055$$

Bulduğumuz bu değerle herhangi bir pik indisleyemedik. Yaptığımız kabullerin yanlış olduğunu görerek k=1 düzlemleri için C,A,B sabitlerini bulmaya çalışalım.

$$q_{11\bar{1}} - q_{111} = 2D_{hl} = 0,00551$$

$$q_{110} = A + B = 0,00433$$

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

$$0,01218=0,00433+C+0,0027$$

$$C=0,00518$$

Bu değerde herhangi bir pik indisleyemedik.

$$q_{002} = 4C = 0,02072$$

$$q_{003} = 9C = 0,04662$$

Değerleride herhangi bir pik'e karşılık gelmediğinden işlemlerimize son verdik.

Pentoxfylline için hazırlanan fark tablosunda 0,00349 fark değerinde 1,2,3,4,5 katı olduğuna rastlandı.

k=0 için

$$q_{11\bar{1}} - q_{111} = 2D_{hl} = 0,00349$$

$$D = 0,00174$$

$$q_{100} = A = 0,00433 \text{ kabulü yapılırsa}$$

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

$$0,01218=0,00433+C-0,00174$$

$$C=0,0095 \text{ değeri bulunur.}$$

Bulunan değerle herhangi bir pik indislenemediğinden k=1 düzlemleri için yeni kabuller yaparız.

$$q_{110} = A + B = 0,00433$$

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

$$0,01313=0,0043+C+0,00174$$

$$C=0,0073$$

Bu değerlerde herhangi bir pik indislenemedi. Bu sonuçlar doğrultusunda numunenin monoklinik yapıda olmadığı sonucuna varıldı.

4.6.7 Triklinik Test

Triklinik sistem simetrisi en düşük olan kristal yapıdır. Burada birim hücre eksen uzunlukları farklı olduğu gibi eksenler arasındaki açılarda birbirinden ve doksan derece farklıdır. Bu durumda altı bilinmeyen parametreyi belirlemek için toz kırınım deseni verileri yetersiz kalır.

Pentoxifyline'in diğer kristal sistemlere uymadığı anlaşıldığından Triklinik yapıda olduğuna karar verdik. Bilgisayar verileriyle de bu sonucumuz doğrulanmıştır. TREOR90 programı

sonucunda elde ettiğimiz birim hücre parametreleri ve diğer sonuçlar Tablo 3.16’de gösterilmiştir. Tablo 3.17’de de pentoxifylline için TREOR90 programı giriş kütüğü görülmektedir.

Tablo.3.16 TREOR90 Bilgisayar Programı Verileri

A = 7.181425		.008210 A		ALFA = 92.011734		.047716 DEG		
B = 7.588871		.002339 A		BETA = 60.024284		.081831 DEG		
C = 13.648069		.012520 A		GAMMA = 110.729874		.024103 DEG		
UNIT CELL VOLUME =				593.30 A ³				
H	K	L	SST-OBS	SST-CALC	DELTA	2TH-OBS	2TH-CALC	D-OBS
0	0	1	.004380	.004379	.000000	7.589	7.589	11.6398
0	1	0	.012189	.012151	.000038	12.677	12.657	6.9772
1	0	1	.013171	.013168	.000003	13.180	13.179	6.7119
0	1	1	.013992	.013977	.000014	13.587	13.579	6.5121
-1	1	0	.018683	.018697	-.000015	15.712	15.718	5.6356
1	0	3	.029530	.029660	-.000129	19.790	19.834	4.4825
-1	0	1	.031714	.031711	.000003	20.516	20.515	4.3255
1	1	2	.035666	.035594	.000072	21.772	21.750	4.0788
1	-1	3	.038027	.037955	.000072	22.490	22.468	3.9502
0	0	3	.039366	.039414	-.000047	22.888	22.902	3.8824
1	1	0	.041772	.041725	.000047	23.587	23.573	3.7689
-1	2	0	.043517	.043636	-.000119	24.082	24.115	3.6926
			.049100			25.604		3.4763
2	0	2	.052685	.052673	.000012	26.539	26.536	3.3560
2	-1	3		.052808			26.571	
1	-2	2		.052821			26.574	
-1	-1	1		.057928			27.854	
2	0	1		.058078			27.890	
0	-2	1	.058092	.058087	.000005	27.894	27.893	3.1960
-2	1	0	.061326	.061365	-.000039	28.676	28.685	3.1105
			.066580			29.907		2.9853
0	0	4	.070073	.070069	.000004	30.700	30.699	2.9100
-2	2	0	.074732	.074790	-.000058	31.730	31.743	2.8178
-1	1	3	.078091	.078268	-.000177	32.454	32.492	2.7565
1	2	2		.078455			32.532	
			.082192			33.320		2.6869
			.087740			34.460		2.6005
2	-2	4	.091327	.091108	.000219	35.180	35.136	2.5489
1	-1	5	.094552	.094586	-.000034	35.816	35.823	2.5051
2	1	5	.111436	.111425	.000010	39.002	39.000	2.3075
0	3	2		.111558			39.024	
3	-2	3		.113351			39.349	
-1	3	2	.113705	.113621	.000084	39.413	39.398	2.2844
-1	-1	3	.116697	.116610	.000087	39.950	39.934	2.2549
2	-2	5		.117084			40.019	
0	3	3	.125927	.125797	.000130	41.570	41.548	2.1707
1	1	6	.128421	.128436	-.000015	41.999	42.001	2.1495
2	-3	4	.139019	.139045	-.000026	43.783	43.788	2.0660
0	-2	4		.139092			43.795	
3	0	1		.139108			43.798	
1	3	3	.150524	.150584	-.000060	45.657	45.667	1.9854
3	0	6	.153281	.153313	-.000032	46.097	46.102	1.9675
1	-3	4	.156377	.156490	-.000114	46.587	46.605	1.9479
2	-1	7		.164019			47.781	
1	3	4	.164407	.164310	.000097	47.841	47.826	1.8998
0	4	1	.188482	.188581	-.000099	51.462	51.476	1.7743
			.199685			53.085		1.7238
			.219642			55.895		1.6436
4	0	6		.224107			56.510	
1	0	8	.224381	.224165	.000217	56.548	56.518	1.6262
			.263646			56.548		1.5002
			.445183			61.790		1.1545

Tablo.3.17 Pentoxifyline TREOR90 Programı Giriş Kütüğü

pentoxifyline
11,69984
697.717
672.220
652.037
583.247
564.090
448.254
432.548
407.878
395.017
388.237
376.894
369.256
347.632
335.596
319.596
311.055
298.529
290.995
281.778
275.651
268.686
260.052
254.894
250.509
230.753
228.439
225.491
217.070
214.952
206.596
198.544
196.750
194.793
189.976
177.429
172.380
164.362
162.617
150.020
115.449
CHOICE=4,
VOL=-600,
END*
0.00

4.SONUÇ VE TARTISMA

Çalışmalarımızın analitik ve bilgisayar programları sonuçlarının uyumluluğunu göstermek için Amlodipin Besilat ve Pentoxifylline'in kırınım deseni verileri kullanıldı. Bu verilerden yararlanarak numunelerimizin hangi kristal sistemine ait olduğu ve birim hücre parametreleri hem analitik hem de TREOR90 bilgisayar programı ile hesaplandı. Amlodipin Besilat için analitik metotla ortorombik kristal yapı ve birim hücre parametreleri $a=20,2288\text{\AA}$, $b=15,2540\text{\AA}$, $c=9,20001\text{\AA}$ olarak bulundu. Bu parametre değerleri TREOR90 programında $a=20,22185\text{\AA}$, $b=15,2660\text{\AA}$, $c=9,2017\text{\AA}$ olarak bulundu. Burada da numunenin ortorombik yapıda olduğu tespit edildi. Sonuçların birbiriyle uyumlu olduğu görülmektedir.

Pentoxifylline için analitik metotla çalışmamız esnasında bu numunenin kırınım deseni verilerinden faydalanarak sırasıyla kübik, tetragonal, hekzagonal, rombohedral, ortorombik ve monoklinik test aşamaları denendi. Bu basamaklardaki kristal yapıya uymayan Pentoxifylline'in triklinik yapıda olduğuna karar verdik. TREOR90 bilgisayar programı sonuçları da öngörümüzü doğruladı ve numunenin Triklinik yapıda olduğunu gösterdi. Buradan çıkan sonuçlarda Pentoxifylline için birim hücre parametreleri $a=7,181425\text{\AA}$, $b=7,588871\text{\AA}$, $c=13,648069\text{\AA}$ $\alpha=92,011734^\circ$, $\beta=60,02428^\circ$, $\gamma=110,729874^\circ$ olarak bulundu

Çalışmamızda kristal sistemini ve birim hücre parametrelerini tespit ettiğimiz Amlodipin Besilat ve Pentoxifylline ilaç sanayinde ticari olarak kullanılmakta olan iki ilaç etken maddesidir. Amlodipin Besilat hipertansiyon ilaçlarında, Pentoxifylline ise damar tıkanıklığı ile ilgili hastalıklarda etkin olarak kullanılmaktadır. Bu maddelerin kristal sisteminin ve birim hücre parametrelerinin tespit edilmesi kristalografi ve farmokoloji ile ilgili daha ileriki çalışmalarda alt bir basamak teşkil edecektir.

KAYNAKLAR

- [1] E. Aygün, M.Z engin Kuantum Fiziği Ank. Ün. Yayınları 2006 Ankara Sayfa(35)
- [2]Chandra X-Ray Observatory, Harvard Ün.
<http://chandra.harvard.edu/resources/illustrations/xrayVmed-1.htm>,May.2003
- [3] Cullity, B.Çev. Sümer, A, X-Işınları Difraksiyonu, İst. Teknik Ün. Yayını Sayfa (19–21), (1–18) İst. 1996
- [4] T. N. Durlu Katıhal Fiziğine Giriş Ank. Ün. Yayınları Sayfa(21–22) Ankara 1996
- [5] H. E. Hall, J.R. Hook Katıhal Fiziği Çeviri F. Köksal Sayfa(15) M. Altunbaş, M. Dinçer, E.Başaran Literatür yayınları Ekim 2006
- [6] E. Aygün, M. Zengin Atom ve Molekül Fiziği Ank. Ün. Bilim Yayınları Sayfa(128–129) 1998 Ankara
- [7] Wait E. Phil, D. X-Ray Powder photography in İnorganik Chemistry P.6.22 Londen 1960
- [8] R. Sears, W. Zemansky Optik ve Modern Fizik, Çev. F. Domaniç Çağlayan Kitapevi Sayfa;(209–210) İst. 1982
- [9] Richard Turton Çeviren Yahya Kemal Yoğurtçu Katıların Fiziği Aktif Yayınları Sayfa (52–53) Erzurum 2007
- [10] Kittel, C. Çeviren: Bekir Karaoğlu, Katıhal fiziğine giriş Sayfa (2-25) Güven Kitap Yayınevi, İstanbul 1996
- [11] J.R.Hook, H.E.Hall, Çeviren F.Köksal, M.Altunbaş, M.Dinçer, E.Başaran Katıhal Fiziği Sayfa(20) Literatür Yayıncılık Ekim 2006 İstanbul
- [12] T.N.Durlu Katıhal Fiziğine Giriş Sayfa(5–8) Ankara Ün. Yayını Ankara 1996
- [13] M.Dikici Katıhal Fiziğine Giriş Sayfa(1-8) Ondokuz Mayıs Ün. Yayını Samsun 1993
- [14] Whittaker, E. Crystallography An Introduction for Earth Science (and Other Solid State) Students, p.30. Pergamon Pres, Oxford 1981
- [15] Aygün, E. Zengin, M. Kuantum Fiziği Sayfa(43–44) Ankara Ün. Yayını Ankara 1994
- [16] Azaroff, V. Buerger, M. The Powder Method in x-ray Crystallography, p.92–99, Mc. Graw-Hill Book Company New York 1958
- [17] Cullity, B. Çeviren: Sümer, A. X- Işınları Difraksiyonu İstanbul Teknik Ün. Yayını Sayfa(111–124) İstanbul 1966
- [18] Hammoond, c. The Basicsof Crystallography and Diffraction, p. 51-53, Oxford Ün. Pres, New York 1998
- [19] Durlu,T.N.,Katıhal Fiziğine Giriş, Sayfa 30 Set Ofset Ltd. Ankara,1992

- [20] Hokk,J.R.,Hall,H.E.,Çeviri Köksal,F.,Altunbaş,M.,Dinçer,M., Başaran,E., Katıhal Fiziği Syf 24. Literatür Yayıncılık 2006, İstanbul
- [21] D'Eye, R.W.M.,Wait,E.,X-Ray Powder Photography in Inorganic Chemisty, syf:60-73, Butterworths Scientific Publication PP:83-97,1960 London
- [22] Cullity, B.D.,Elements of X-Ray Diffraction syf:104-105, Adison-Wesley Publishing Company, Inc, 1967
- [23] Azaroff L.V., Buerger,M.J., The Povder Method in X-Ray Crystaograph Mc Graw-Hill bokk Campany, New York 1958
- [24] Shirley, R., Computing in Crystallography, ed. Schenk,H., Kolthof Hazekomp, Van Koning Veld, H., Bassı, G.C. Delft Üniv. Pres pp.221–234. 1978
- [25] Runge, C.Z. Phys. 18. 509. 1917
- [26] ITO, T., A. General Powder X-Ray Photography. Nature(London) 164, 755, 756. 1949
- [27] De Wollf. P.M., On The Determination of Unit-Cell Dimensions from Powder Diffraction Patterns. Acta Cryst. 10. 590–595. 1957
- [28] Visser, J,W., A, Fully Automatic Program for Finding The Unit Cell from Powder Data. J.Appl. Cryst. 2, 89–95. 1969
- [29] Visser, J., ITO, Instruction Manual, v. 13, p.p. 1-12 Netherlands 1969
- [30] Louer, D., Vargas, R., Indexation Automati que Des Diagrammes De Poudre Par Dichotomies Successive. J. Appl. Cryst. 15. 522–545, 1982
- [31] Boultif, A., Louer, D., Indexing of Powder Diffraction Patterns for Low Symmetry Lattices By. The Successive Dichotomy Method J. Appl. Cryst. 24. 987–993. 1991
- [32] Louer, D., DİCVOL 91, Instruction Manual, Laboratoire do Cristalochimie Unv. France 1992
- [33] Werner, P.E., Erikson, L., Westdahl, M., TREOR A Semi-Exhaustive Trial and Error Powder Indexing Pogram for All Symmetries. J. Appl. Cryst. 18 (108–113)(367–370), 1985
- [34] Werner, P.E., Trial-And-Error Computer Methods for The Indexing of Unknown Powder Patterns . Z. Kristallogr. 120, 375-387, 1964
- [35] Werner, P., Documantation for TREOR 90. pp. 1-15, Structural Chemistry Arrhenius Laboratory Üniversity of Stocholm, 1990
- [36] De Wolff, M., The Definition of The Indexing Figure of Merit M 20 J. Appl. Cryst., 5. 243. 1972

TÜRK FİZİK DERNEĞİ 27. ULUSLARARASI FİZİK KONGRESİ 14-17 EYLÜL 2010, İSTANBUL / TÜRKİYE
 TURKISH PHYSICAL SOCIETY 27TH INTERNATIONAL CONGRESS, 14-17 SEPTEMBER 2010, ISTANBUL / TURKEY

X-IŞINLARI TOZ KIRINIM YÖNTEMİYLE AMLODOPİN BESİLAT'IN KRİSTAL PARAMETRELERİNİN İNCELENMESİ

İ. AKSU, B. ÇAKMAK* ve S. TÜRKTEKİN**

*Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kayseri,
 Türkiye, ozan52cagri@hotmail.com*

** Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kayseri, Türkiye, burcu_-
 cakmak@windowslive.com*

***Erciyes Üniversitesi, Fen Fakültesi, Fizik Bölümü, Kayseri, Türkiye,
 sevimt@erciyes.edu.tr*

Bu çalışmada X-Işınları toz kırınım yöntemi kullanılarak Amlodipin Besilat'ın kristal sistemi ve birim hücre parametreleri bulunmaya çalışılmıştır. Amlodipin Besilat hipertansiyonlu hastalarda kan basıncını düzenlemek amacıyla kullanılan bir ilaç etken maddesidir. Amlodipin Besilat'ın toz kırınım deseni Bruker AxsD8 Advance marka X-Işınları toz difraktometresinde çekildi. Kırınım deseni verilerinden elde edilen $\sin^2\theta$ ve dalga boyu λ (1.5406 Å) değerleri kullanılarak önce analitik yöntemle daha sonra da TREOR90 bilgisayar programı kullanılarak Amlodipin Besilat'ın kristal sistemi ve birim hücre parametreleri bulundu. Analitik yöntemle bulunan sonuçlar: Kristal sistemi: Ortorombik. Birim hücre parametreleri: $a=20.2288\text{Å}$, $b=15.2540\text{Å}$, $c=9.2000\text{Å}$, $\alpha=90^\circ$, $\beta=90^\circ$, $\gamma=90^\circ$. TREOR90 bilgisayar programı kullanılarak bulunan sonuçlar: Kristal sistemi: Ortorombik. Birim hücre parametreleri: $a=20.2218\pm0.0185\text{ Å}$, $b=15.2660\pm0.0075\text{ Å}$, $c=9.2018\pm0.0050\text{ Å}$, $\alpha=90^\circ$, $\beta=90^\circ$, $\gamma=90^\circ$.