



**BİLİM VE TEKNOLOJİ UYGULAMA VE ARAŞTIRMA MERKEZİ
(BİLTEM)
ÇOK AMAÇLI X-IŞINI DİFRAKTOMETRESİ (MP-XRD)
KULLANIM TALİMATI**

1. AMAÇ

X-Işını Kırınım yöntemi (XRD), her bir kristal fazın kendine özgü atomik dizilimlerine bağlı olarak X-ışınlarını karakteristik bir düzen içerisinde kırması esasına dayanır. Her bir kristal faz için bu kırınım profilleri bir nevi parmak izi gibi o kristali tanımlar. X-Işını Kırınım analiz metodu, analiz sırasında numuneyi tahrip etmez ve çok az miktardaki numunelerin dahi analizlerinin yapılmasını sağlar.

2. KAPSAM

Laboratuvarımızda Panalytical EMPYREAN marka XRD cihazı bulunmaktadır. Bu cihazla kayaçların, kristal malzemelerin, ince filmlerin ve polimerlerin nitel ve nicel incelemeleri yapılabilir. Cihazımızda 1200 °C'ye kadar atmosfer, vakum ve inert gaz ortamında kristal yapıdaki faz değişimlerini görmek mümkündür.

3. SORUMLULAR

Yozgat Bozok Üniversitesi BİLTEM yönetimi tarafından ilgili cihazı analize hazırlamak, cihaza gelen numuneleri analiz etmek ve cihazı bir sonraki analize hazır halde bırakmak için görevlendirilmiş personel/personeller.

4. UYGULAMA

4.1 Numune hazırlama:

- Analizi istenen numune ölçüm şartlarına uygun hale getirilir. Örneğin kayaç numuneler uygun aletler yardımıyla toz hale getirilir.
- Ölçüm için uygun hale getirilen numune, uygun numune tutucuya yerleştirilir.
- Numune tutucu (üzerinde numune ile birlikte) cihaz içindeki uygun platforma (*stage*) yerleştirilir.

Hazırlayan Ad-Soyad-İmza	Kontrol Eden Ad-Soyad-İmza	Onaylayan Ad-Soyad-İmza



**BİLİM VE TEKNOLOJİ UYGULAMA VE ARAŞTIRMA MERKEZİ
(BİLTEM)
ÇOK AMAÇLI X-IŞINI DİFRAKTOMETRESİ (MP-XRD)
KULLANIM TALİMATI**

4.2 Cihazın ölçüm için hazırlanması:

- Numune cihaza yerleştirildikten sonra, cihazın kapaklarının iyice kapandığından emin olunmalıdır.
- Cihaz çalıştırılmadan önce, X-ray tüpünü soğutan mekanizmanın düzgün çalışıp çalışmadığı kontrol edilmelidir.
- Cihaz üzerindeki anahtar çevrilerek cihaza güç verilir.
- X-ray tüpü, uygun çalışma koşullarına getirilir. Örneğin anahtar çevrildikten sonra X-ray tüpüne ait 30 kV ile 10 mA değerleri, bilgisayar yardımıyla uygun değerlere getirilir (örneğin 45 kV ile 40 mA).

4.3 XRD ölçümünün gerçekleştirilmesi

- XRD ölçümü, bilgisayarda kayıtlı olan Data Collector isimli programla gerçekleştirilmektedir.
- Ölçüm başlatılmadan önce numuneye uygun numune platformu, filtreler vb. kullanıldığından emin olunmalıdır.
- Ölçüm için gerekli konfigürasyon (örneğin başlangıç ve bitiş 2θ değerleri, iki ölçüm noktası arasındaki 2θ değeri, her bir ölçüm değeri üzerinde beklenmesi istenen süre vb.) program üzerinden ayarlanır.
- Uygun konfigürasyon ayarları yapıldıktan sonra ölçüm Data Collector üzerinden yapılır ve sonuç .xrdml uzantısıyla kaydedilir.

4.4 Analiz sonucunun değerlendirilmesi

- Analiz sonucunun değerlendirilmesi, bilgisayarda kayıtlı olan High Score Plus (HSP) isimli programla gerçekleştirilmektedir.
- Ölçüm sonunda kaydedilen .xrdml uzantılı dosya sağ tıklanarak HSP ile açılır.
- HSP'de açılan spektrumdan öncelikle arka plan (back ground) çıkarılır.
- Grafik üzerine sağ tıklanarak, *search peak* fonksiyonu yardımıyla kırınım desenindeki pikler belirlenir.
- Grafik üzerine sağ tıklanarak, *fit profile* fonksiyonu yardımıyla programın, kırınım desenine en uygun fiti yapması sağlanır.
- Son olarak, fit yapma işlemi bittikten sonra yine grafik üzerine sağ tıklayarak, *search match* fonksiyonu yardımıyla kırınım desenindeki her bir pikin neye karşılık geldiği data base ile karşılaştırılarak belirlenir.

Hazırlayan Ad-Soyad-İmza	Kontrol Eden Ad-Soyad-İmza	Onaylayan Ad-Soyad-İmza



**BİLİM VE TEKNOLOJİ UYGULAMA VE ARAŞTIRMA MERKEZİ
(BİLTEM)
ÇOK AMAÇLI X-IŞINI DİFRAKTOMETRESİ (MP-XRD)
KULLANIM TALİMATI**

Hazırlayan Ad-Soyad-İmza	Kontrol Eden Ad-Soyad-İmza	Onaylayan Ad-Soyad-İmza