



**EDXRS'DE PEAK'İN TEMEL SAYMAYA
ORANINI ETKİLEYEN FAKTÖRLER VE
MİNİMUM ALGILANABİLİR MİKTAR**

Mevşen PİRİMOĞLU DAL

**Doktora Tezi
Fizik Anabilim Dalı
Prof. Dr. Yusuf ŞAHİN
2017
Her Hakkı Saklıdır**

**ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

DOKTORA TEZİ

**EDXRS'DE PEAK'IN TEMEL SAYMAYA ORANINI ETKİLEYEN
FAKTÖRLER VE MİNİMUM ALGILANABİLİR MİKTAR**

Mevşen PİRİMOĞLU DAL

**FİZİK ANABİLİM DALI
Atom ve Molekül Fiziği Bilim Dalı**

**ERZURUM
2017**

Her Hakkı Saklıdır



T.C.
ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ



TEZ ONAY FORMU

**EDXRS'DE PEAK'İN TEMEL SAYMAYA ORANINI ETKİLEYEN FAKTÖRLER
VE MİNİMUM ALGILANABİLİR MİKTAR**

Prof.Dr. Yusuf ŞAHİN'in danışmanlığında, Mevşen PİRİMOĞLU DAL tarafından hazırlanan bu çalışma 21/06/2017 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Fizik Anabilim Dalı Atom ve Molekül Fiziği Bilim Dalı'nda Doktora Tezi olarak **oybirliği/oy çokluğu (.../...)** ile kabul edilmiştir.

Başkan : Prof.Dr. Yusuf ŞAHİN

İmza :

Üye : Prof.Dr. Demet YILMAZ

İmza :

Üye : Prof.Dr. Sabriye SEVEN

İmza :

Üye : Prof.Dr. Paşa YALÇIN

İmza :

Üye : Doç.Dr. İbrahim HAN

İmza :

Yukarıdaki sonuç;

Enstitü Yönetim Kurulunun 13.../ 07.../ 2017... tarih ve 28.../...33... nolu kararı ile onaylanmıştır.

Prof. Dr. Cavit KAZAZ
Enstitü Müdürü

Not: Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaklardan yapılan bildirışlerin, çizelge, şekil ve fotoğrafların kaynak olarak kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

ÖZET

Doktora Tezi

EDXRS'DE PEAK'İN TEMEL SAYMAYA ORANINI ETKİLEYEN FAKTÖRLER VE MİNİMUM ALGILANABİLİR MİKTAR

Mevşen PİRİMOĞLU DAL

Atatürk Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı
Atom ve Molekül Fiziği Bilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Yusuf ŞAHİN

Spektrometrik sistemlerle çalışılırken bütün deneysel şartların en iyisine ulaşılamayabilir. Bu yüzden kullanıcı amacına uygun olarak üstün olmasını istediği özellikler arasından bir tercih veya tercihler yapmalıdır (Figure of Merit, FOM). Deneysel ölçümlerde hassasiyet ve doğruluk açısından en uygun sonuçların alınabilmesi için farklı kullanışlılık şekilleri dikkate alınmalıdır.

Bu amaçla yapılan tez çalışmasında EDXRF spektrometri yöntemi ile hazırlanan düzeneğin deneysel şartların en iyisine sahip olabilmesi için öncelikli olarak elde edilen spektrumlara "istenmeyen katkı" olarak nitelendirebileceğimiz etkiler ve bunların kaynakları araştırılmıştır. Deney sisteminin üst üste alınan ölçmelerdeki kararlılığını belirlemek amacıyla istatistiksel ölçmeler yapılmıştır. Yükseltici üzerinde bulunan farklı şekillendirme sürelerinin, farklı çıkışların ve dış kaynaklı mekanik gürültünün peak'in net alanının temel saymaya oranı (P/B) üzerine etkileri belirlenmiştir.

Çalışmanın son kısmında ise aynı ortalama atom numarasına sahip fakat analiti içermeyen yeni numuneler hazırlanarak bu numunelerden aynı şartlarda elde edilen spektrum esas spektrumdan çıkarılarak P/B oranının iyileştirilmesi yoluna gidilmiştir. Ayrıca dedeksiyon limitinin farklı sayma sürelerine göre değişimi de incelenmiştir.

2017, 130 sayfa

Anahtar Kelimeler: EDXRF, Peak/Temel sayma, Ölçme kararlılığı, Kullanışlılık şekli, Mekanik ve elektronik gürültü, Prekonsantrasyon, Minimum algılanabilir miktar.

ABSTRACT

Ph. D. Thesis

THE FACTORS AFFECTING PEAK TO BACKGROUND RATIO IN EDXRS AND MINIMUM DETECTABLE AMOUNT

Mevşen PİRİMOĞLU DAL

Atatürk University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Physics
Discipline of Atomic and Molecular Physics

Supervisor: Prof. Dr. Yusuf Şahin

When working with spectrometric systems, the best of all experimental conditions may not be achieved. Therefore, the user should make preferences (FOM) among the features that he/she wants to be appropriate for the job. In order to obtain the most appropriate results in terms of precision and accuracy in the experimental measurements, different forms of usability should be considered.

In this work, we have primarily investigated the effects and the sources of these factors, that we can characterize as the "unwanted contribution" to the spectra at hand in order to obtain the best experimental conditions for the EDXRF spectrometry method. Moreover, statistical measurements have been made to determine the stability of the test system on the overtopped measurements. The effects of different shaping times on the amplifier, different outputs and external mechanical noise on the net peak area to background (P/B) ratio have been determined.

At the end of the study, new samples that have the same average atomic number but consisting no analytes have been prepared and the spectrum obtained from these samples under the same conditions have been subtracted from the original spectrum to improve the P/B ratio. In addition to that, the change of the detection limit based on different counting times has been analyzed.

2017, 130 pages

Keywords: EDXRF, Peak/Background, Measurement stability, Figure of merit, Mechanical and electronic noise, Preconcentration, Minimum detectable amount.

TEŞEKKÜR

Doktora tezi olarak sunduğum bu çalışma Atatürk Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümü Wolf Weyrich Yüksek Enerji Spektroskopisi Laboratuvarında hazırlanmıştır. Bu çalışmanın planlanmasında ve yürütülmesinde tecrübe ve bilgileri ile her zaman yanımda olan çok değerli hocam Sayın Prof. Dr. Yusuf ŞAHİN'e sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarım süresince görüş, öneri ve bilgilerini benden esirgemeyen Sayın Prof. Dr. Demet YILMAZ ile Prof. Dr. Ali GÜROL'a teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarım sırasında her zaman yanımda olan benden bilgi ve desteğini esirgemeyen Sayın Yrd. Doç. Dr. Tuba AKKUŞ'a teşekkür ederim. Laboratuvar çalışmalarım sırasında yardımlarını esirgemeyen Sayın Dr. Zeynep UZUNOĞLU'na teşekkür ederim.

Teşvik ve destekleri ile her zaman yanımda olan çok değerli eşim ve aileme de ayrıca teşekkür ederim.

Mevşen PİRİMOĞLU DAL

Haziran, 2017

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ	vii
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	x
ÇİZELGELER DİZİNİ	xiv
1. GİRİŞ.....	1
2. KURAMSAL TEMELLER.....	8
2.1. X-Işını Flöresans Spektrometreleri	8
2.2. EDXRS'de Alınan Bir Spektrumunun Bileşenleri.....	11
2.2.1. Spektrumun temel sayması (Background)	12
2.2.2. Sayaçtan Compton geri tepmesi	17
2.2.3. Kaçak tepeler	18
2.2.4. Karakteristik tepeler	18
2.2.5. Uydu (Satellite) çizgiler	18
2.2.6. Üst üste binme (Pile up) tepeleri	19
2.2.7. Compton tepeleri	19
2.2.8. Koherent tepeler	19
2.3. Rezolüsyon	20
2.4. Peak Oluşum İstatistiği.....	22
2.4.1. Standart sapma	23
2.4.2. Hassasiyet (Precision)	26
2.4.3. Tamlık (Accuracy)	27
2.5. Hata	28
2.5.1. Hata kaynakları.....	29
2.6. Peak/Temel Sayma Değeri (Peak to Background Ratio)	30
2.7. Dedekte Edilebilir En Küçük Miktar.....	33
2.8. Kullanışlılık Şekli (Figure of Merit)	37
2.9. Dış Kaynaklı Mekanik Gürültü ve Etkileri	39

3. MATERYAL ve YÖNTEM.....	41
3.1. Yarıiletken Dedektörlerin Yapısı	41
3.2. Yüksek Saflığa Sahip Germanyum (HPGe) Dedektörler.....	44
3.3. HPGe Yarıiletken Dedektörün Elektronik, Karakteristikleri ve Sayma Sistemi.....	47
3.3.1. HPGe yarıiletken dedektörün elektronigi.....	47
3.3.1.a. Güç kaynağı (Power supply)	51
3.3.1.b. Ön yükselteç (Preamplifier)	51
3.3.1.c. Yükselteç (Amplifier).....	52
3.3.1.d. Analog sayısal dönüştürücü (Analog digital converter-ADC).....	52
3.3.1.e. Çok kanallı analizör (Multi channel analyzer-MCA).....	53
3.3.2. HPGe yarıiletken dedektörün karakteristikleri.....	53
3.3.2.a. Sızıntı (kaçak) akım (Leakage current)	53
3.3.2.b. Dedektör gürültüsü	54
3.3.2.c. Yükselme zamanı (Rise time).....	57
3.3.2.d. Ölü zaman (Dead time)	58
3.3.2.e. Çözme zamanı (Resolving time)	58
3.3.2.f. Kavrama zamanı (Recovery time)	58
3.3.2.g. Dedektör hassasiyeti (Duyarlılığı).....	59
3.3.3. HPGe dedektörle meydana getirilen deneysel sayma sistemi	60
3.3.4. Numunelerin hazırlanması	64
4. ARAŞTIRMA BULGULARI	66
4.1. Sistemin Elektronik Gürültü Etkisi	66
4.2. EDXRS'nin Ölçme Kararlılığı.....	71
4.3. Farklı Şekillendirme Zamanları (Shaping Time) İçin Alınan Ölçüler	89
4.4. Unipolar ve Bipolar Çıkışlara Göre Alınan Ölçüler.....	98
4.5. Ölçme Sistemi Üzerine Mekanik Gürültü Etkisi.....	103
4.6. Aynı Ortalama Atom Numarasına Esasen Hazırlanan Numuneler İçin Alınan Ölçüler.....	111
4.7. Sayma Zamanının Dedeksiyon Limitine Etkisini Belirlemek İçin Alınan Ölçüler.....	114
5. TARTIŞMA ve SONUÇ.....	121

KAYNAKLAR	128
ÖZGEÇMİŞ.....	131



SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

B	Mevcut Temel Sayma
B_u	Peak'in Yukarı Bölgesindeki Temel Sayma
B_L	Peak'in Alt Bölgesindeki Temel Sayma
C	Numune Konsantrasyonu
c	Işık Hızı
C_A	Analitin Kütle Konsantrasyonu
C_{DL}	Dedekte Edilebilen Konsantrasyon
C_i	i Analitinin Konsantrasyonu
E	Radyasyon Enerjisi
F_M	Kullanışlılık Şekli
g_m	FET'in Transkondüktansı
I_A	Net Peak Alan Şiddeti
I_B	Peak'in Temel Sayması
I_D	Dedektör Akımı
I_{dc}	Ortalama Doğru Akım
I_P	Peak'in Net Sayımı
I_{rms}	Akımdaki Dalgalanmanın Kare Ortalama Değeri
I_L	Net Sayım
$I_{\%1}$	Analit Başına Düşen Net Şiddet
k	Boltzman Sabiti
k	Güvenilirlik Seviyesi
k	Seri Sabiti
m	Parçacık Sayma Olasılığı
m_i	Ölçme Değeri
m_i	Eğim
$\bar{N}$	Ortalama Ölçme
N_B	Temel Sayma Şiddeti
N_t	Toplam Sayım

P	Net Peak Sayımı
P_i	Hassasiyet
P_n	Poisson Dağılımı
R	Direnç
R	Rezolüsyon
S	Kütle Başına Saniyedeki Net Peak Sayımı
T	Sıcaklık
T	Zaman Aralığı
t	Gerçek Değer
t	Sayma Zamanı
T_s	Şekillendirme Zaman Sabiti
V	Puls Genliği
V_{rms}	Gerilimdeki Dalgalanmanın Kare Ortalama Değeri
W	Yarı Maksimumdaki Tam Genişlik
ε	Ortalama İyonlaşma Enerjisi
ε_I	Bağıl Standart Sapma
σ	Perdeleme Sabiti
σ_B	Peak'in Temel Sayma Standart Sayma Hatası
σ_I	Standart Sapma
σ_P	Peak'in Standart Sayma Hatası
η_B	Temel Sayma Alanı
η_P	Peak Alanı
q	Elektron Yüğü
τ	Zaman Sabiti
ν	Frekans
λ	Dalgaboyu
Δf	Frekans Aralığı
ω_E	Toplam Elektronik Gürültü
$\omega_{flicker}$	Flicker Gürültü
$\omega_{paralel}$	Paralel Gürültü
ω_{seri}	Seri Gürültü

Z Atom Numarası

Kısaltmalar

AAS	Atomik Absorbsiyon Spektrometre
ADC	Analog Dijital Dönüştürücü
dBA	Frekansa Bağlı Ses Duyarlılığı
DL	Dedeksiyon Limiti
DSG	Dedektör Sistem GmbH
EDXRF	Enerji Ayrımlı X-Işını Flöresans Spektrometresi
EDXRS	Enerji Ayrımlı X-ışını Spektrometre
FET	Alan Etkili Transistör
FOM	Figure of Merit
FWHM	Yarı Maksimumdaki Tam Genişlik
HPGe	Yüksek Saflıkta Germanyum
HVPS	Yüksek Gerilim Güç Kaynağı
ICP-MS	İndüktif Olarak Eşleştirilmiş Plazma- Kütle Spektrometre
MCA	Çok Kanallı Analizör
NAA	Nötron Aktivasyon Analiz Spektrometre
NIM	Nükleer Enstrüman Modül
P/B	Peak/Background
ROI	İgilenilen Bölge
RSD	Rölatif Standart Sapma
SPL	Ses Seviye Ölçme Cihazı
TRXRF	Toplam Yansımali X-ışını Spektrometre
WDXRS	Dalgaboyu Ayrımlı X-Işını Spektrometre
XRF	X-Işını Flöresans Spektrometresi

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. Moseley kanununa göre bazı spektral çizgiler için atom numarası ile frekans arasındaki ilişki.....	10
Şekil 2.2. EDXRS'de alınan bir spektrum ve muhtemel tepelerin gösterimi.....	12
Şekil 2.3. Farklı rezolüsyona sahip dedekte edilebilen sinyal üzerine temel seviye gürültüsünün etkisi.	15
Şekil 2.4. Termal, shot ve titreşim gürültüsünün frekans ve gürültü gerilimine göre değişimi.	17
Şekil 2.5. Puls, peak ve yarı maksimumdaki tam genişlik (W) gösterimi.	20
Şekil 2.6. Rezolüsyonun sayım-enerji ve şiddet-voltaj değişimleri ile yarı maksimumdaki tam genişlik değerinin gösterimi.....	21
Şekil 2.7. Gauss (normal) dağılımında güvenilirlik sınırlarına göre bir sayımın dağılımın herhangi bir bölgesinde yer alma olasılığı.	25
Şekil 2.8. Hassasiyet ve tamlık olarak adlandırılan istatistiksel terimlerin birbirlerine göre farklı değerlerinin gösterilmesi.....	27
Şekil 2.9. Rastgele ve sistematik hata tanımlamalarının gösterimi.	29
Şekil 2.10. Temel saymanın çıkarımı	31
Şekil 2.11. Matrisdeki iz element için lineer kalibrasyon eğrisi.....	34
Şekil 3.1. İletken, yarıiletken ve yalıtkan özellikteki maddelerin bant yapıları.	42
Şekil 3.3. Yarıiletken bir dedektör için pn birleşimi ve uzay yükü bölge.	43
Şekil 3.4. HPGe dedektörü oluşturan bileşenlerden bazıları ve dedektör soğutma sistemi.....	46
Şekil 3.5. Koaksiyel n-tipi germanyum dedektörün farklı bölgelerindeki etkileşmeler. (a) merkeze yakın, (b) orta bölgede, (c) dış kısma yakın etkileşmeler sonucu sinyal oluşma kesrinin zamana göre değişimi.....	49
Şekil 3.6. Deney sisteminde kullanılan NIM ünitesinin bir bölümü.	50
Şekil 3.7. Bir spektrometreyi oluşturan her bir elemanın gösterimi.	50
Şekil 3.8. Dedektör ve ön yükseltici üzerine paralel gürültü etkisi	55
Şekil 3.9. Eşdeğer gürültü yükü ile şekillendirme zamanının değişimi.....	57
Şekil 3.10. Yükselme, ölü, çözme ve kavrama zamanı gösterimi.	59

Şekil 3.11. Sayma sistemi için gerekli olan sistem bileşenleri ve ATARI MCA ile olan bağlantıların gösterildiği devre şeması.....	62
Şekil 3.12. HPGe dedektör ile tasarlanmış deney sistemi.	63
Şekil 3.13. Numune odası ve dedektörün şematik çizimi.....	64
Şekil 4.1. Sadece numune tutucu varken elde edilen spektrum.....	67
Şekil 4.2. Numune tutucu yokken elde edilen spektrum.	67
Şekil 4.3. Dedektör içerde ve dedektör ile numune haznesi arasında kurşun blok varken elde edilen spektrum.	69
Şekil 4.4. Dedektör dışarıda ve dedektör ile numune haznesi arasında kurşun blok varken elde edilen spektrum.	69
Şekil 4.5. Nd numunesinden elde edilen spektrum.....	72
Şekil 4.6. Nd numunesiyle elde edilen koherent peak'in temel sayma (B) ile net alan (P) değerinin ölçme sırası ile değişimi.	73
Şekil 4.7. Nd numunesiyle elde edilen inkohherent peak'in temel sayma (B) ile net alan (P) değerinin ölçme sırası ile değişimi.	75
Şekil 4.8. Nd numunesinin karakteristik K_{α} ve K_{β} peak'leri.	76
Şekil 4.9. Nd numunesiyle elde edilen $K_{\beta 2}$ peak'inin temel sayma (B) ile net alan (P) değerinin ölçme sırası ile değişimi.	77
Şekil 4.10. Nd numunesiyle elde edilen $K_{\beta 1}$ peak'inin temel sayma (B) ile net alan (P) değerinin ölçme sırası ile değişimi.....	78
Şekil 4.11. Nd numunesiyle elde edilen $K_{\alpha 1}$ peak'inin temel sayma (B) ile net alan (P) değerinin ölçme sırası ile değişimi.....	80
Şekil 4.12. Nd numunesiyle elde edilen $K_{\alpha 2}$ peak'inin temel sayma (B) ile net alan (P) değerinin ölçme sırası ile değişimi.....	81
Şekil 4.13. Nd numunesinin L_{α} ve L_{β} peak'leri.	82
Şekil 4.14. Nd numunesiyle elde edilen $L_{\beta 1}$ peak'inin temel sayma (B) ile net alan (P) değerinin ölçme sırası ile değişimi.....	83
Şekil 4.15. Nd numunesiyle elde edilen $L_{\beta 2}$ peak'inin temel sayma (B) ile net alan (P) değerinin ölçme sırası ile değişimi.....	85
Şekil 4.16. Nd numunesiyle elde edilen $L_{\alpha 1,2}$ peak'inin temel sayma (B) ile net alan (P) değerinin ölçme sırası ile değişimi.	86
Şekil 4.17. Şekillendirme zamanı 0,25 μ s için elde edilen spektrum.	89

Şekil 4.18. Şekillendirme zamanı 1,00 μ s için elde edilen spektrum.	90
Şekil 4.19. Şekillendirme zamanı 1,50 μ s için elde edilen spektrum.	91
Şekil 4.20. Şekillendirme zamanı 4,00 μ s için elde edilen spektrum.	91
Şekil 4.21. Şekillendirme zamanı 5,00 μ s için elde edilen spektrum.	92
Şekil 4.22. Şekillendirme zamanı 6,00 μ s için elde edilen spektrum.	92
Şekil 4.23. Şekillendirme zamanı 0,25 μ s ile 6 μ s için Nd numunesinin karakteristik peak'leri.	94
Şekil 4.24. Unipolar ve bipolar çıkışlar.	98
Şekil 4.25. En küçük ve en büyük şekillendirme zamanları için bipolar çıkış kullanılarak Nd numunesinden elde edilen spektrumlar.	99
Şekil 4.26. Sisteme gürültü uygulanmadan Nd numunesi ile alınan tam spektrum.	103
Şekil 4.27. Herhangi bir mekanik gürültü uygulanmadan önce Nd numunesinin sadece karakteristik K_{α} ve K_{β} peak'leri.	104
Şekil 4.28. Nd numunesine 50 dB'lik mekanik gürültü uygulanarak elde edilen karakteristik K_{α} ve K_{β} peak'leri.	105
Şekil 4.29. Nd numunesine 60 dB'lik mekanik gürültü uygulanarak elde edilen karakteristik K_{α} ve K_{β} peak'leri.	105
Şekil 4.30. Nd numunesine 70 dB'lik mekanik gürültü uygulanarak elde edilen karakteristik K_{α} ve K_{β} peak'leri.	106
Şekil 4.31. Nd numunesine 80 dB'lik mekanik gürültü uygulanarak elde edilen karakteristik K_{α} ve K_{β} peak'leri.	106
Şekil 4.32. Nd numunesine 90 dB'lik mekanik gürültü uygulanarak elde edilen karakteristik K_{α} ve K_{β} peak'leri.	107
Şekil 4.33. Nd numunesine 100 dB'lik mekanik gürültü uygulanarak elde edilen karakteristik K_{α} ve K_{β} peak'leri.	107
Şekil 4.34. Nd'nin K_{α} peak'inde farklı gürültü seviyelerine karşı temel saymanın (B) değişimi.	109
Şekil 4.35. Nd'nin K_{β} peak'inde farklı gürültü seviyelerine karşı temel saymanın (B) değişimi.	109
Şekil 4.36. Nd'nin K_{α} peak'inde farklı gürültü seviyelerine karşı P/B değişimi.	110
Şekil 4.37. Nd'nin K_{β} peak'inde farklı gürültü seviyelerine karşı P/B değişimi.	110
Şekil 4.38. Nd-PbO numunesinden elde edilen Nd'nin K_{α} ve K_{β} peak'leri.	113

Şekil 4.39. 14400 ve 10800 s'lik sayma zamanları için Nd'nin K_{α} ve K_{β} peak'leri.	115
Şekil 4.40. 7200 ve 3600 s'lik sayma zamanları için Nd'nin K_{α} ve K_{β} peak'leri.	116
Şekil 4.41. 1800 ve 900 s'lik sayma zamanları için Nd'nin K_{α} ve K_{β} peak'leri.	117
Şekil 4.42. 450 s'lik sayma zamanı için Nd'nin K_{α} ve K_{β} peak'leri.	118
Şekil 4.43. Nd'nin $K_{\alpha 1}$ ve $K_{\alpha 2}$ peak'lerinde dedeksiyon limitinin sayma süresine göre değişimi.	120
Şekil 4.44. Nd'nin $K_{\beta 1}$ ve $K_{\beta 2}$ peak'lerinde dedeksiyon limitinin sayma süresine göre değişimi.	120



ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1. Yaygın olarak kullanılan bazı spektrometrelerin dedeksiyon limitleri.....	9
Çizelge 2.2. Bazı istatistiki terimler ve değerleri	24
Çizelge 2.3. Gürültü derecesi, etkilenme aralığı ve sağlık üzerine etkileri.	40
Çizelge 3.1. HPGe dedektörün karakteristik özellikleri.	63
Çizelge 4.1. Numune tutucunun konumuna göre verilen toplam sayım değerleri.....	68
Çizelge 4.2. Dedektörün konumuna göre elde edilen toplam sayım değerleri.	70
Çizelge 4.3. Koherent peak için P/B ile FWHM değerleri.	74
Çizelge 4.4. İnkoherent peak için P/B ile FWHM değerleri.....	75
Çizelge 4.5. Karakteristik $K_{\beta 2}$ peak'i için P/B ile FWHM değerleri.....	77
Çizelge 4.6. Karakteristik $K_{\beta 1}$ peak'i için P/B ile FWHM değerleri.....	79
Çizelge 4.7. Karakteristik $K_{\alpha 1}$ peak'i için P/B ile FWHM değerleri.....	80
Çizelge 4.8. Karakteristik $K_{\alpha 2}$ peak'i için P/B ile FWHM değerleri.....	82
Çizelge 4.9. Karakteristik $L_{\beta 1}$ peak'i için P/B ile FWHM değerleri.	84
Çizelge 4.10. Karakteristik $L_{\beta 2}$ peak'i için P/B ile FWHM değerleri.	85
Çizelge 4.11. Karakteristik $L_{\alpha 1,2}$ peak'i için P/B ile FWHM değerleri.	87
Çizelge 4.12. Karakteristik, koherent ve inkoherent peak'lerin şiddetlerindeki rölatif standart sapmalar (RSD).	88
Çizelge 4.13. Karakteristik, koherent ve inkoherent peak'lerin temel sayma şiddetlerindeki rölatif standart sapmalar (RSD).	88
Çizelge 4.14. Farklı şekillendirme zamanlarında $K_{\beta 2}$ peak'i için P, B, P/B ve FWHM değerleri.	95
Çizelge 4.15. Farklı şekillendirme zamanlarında $K_{\beta 1}$ peak'i için P, B, P/B ve FWHM değerleri.....	95
Çizelge 4.16. Karakteristik K_{α} peak'leri için 0,25 μ s şekillendirme zamanında P, B, P/B ve FWHM değerleri.....	96
Çizelge 4.17. Farklı şekillendirme zamanlarında $K_{\alpha 1}$ peak'i için P, B, P/B ve FWHM değerleri.....	96

Çizelge 4.18. Farklı şekillendirme zamanlarında $K_{\alpha 2}$ peak'i için P, B, P/B ve FWHM değerleri.....	97
Çizelge 4.19. Nd numunesinin K_{α} peak'inin 0,25 μ s'lik şekillendirme zamanı için P, B, P/B ve FWHM değerleri.....	100
Çizelge 4.20. Nd numunesinin $K_{\beta 2}$ peak'inin 0,25 μ s'lik şekillendirme zamanı için P, B, P/B ve FWHM değerleri.....	100
Çizelge 4.21. Nd numunesinin $K_{\beta 1}$ peak'inin 0,25 μ s'lik şekillendirme zamanı için P, B, P/B ve FWHM değerleri.....	101
Çizelge 4.22. Nd numunesinin $K_{\alpha 1}$ peak'inin 6 μ s'lik şekillendirme zamanı için P, B, P/B ve FWHM değerleri.....	101
Çizelge 4.23. Nd numunesinin $K_{\alpha 2}$ peak'inin 6 μ s'lik şekillendirme zamanı için P, B, P/B ve FWHM değerleri.....	101
Çizelge 4.24. Nd numunesinin $K_{\beta 2}$ peak'inin için 6 μ s'lik şekillendirme zamanı için P, B, P/B ve FWHM değerleri.....	102
Çizelge 4.25. Nd numunesinin $K_{\beta 1}$ peak'inin 6 μ s'lik şekillendirme zamanı için P, B, P/B ve FWHM değerleri.....	102
Çizelge 4.26. Farklı gürültü seviyelerinde Nd'nin K_{α} peak'lerinin P, B, P/B ve FWHM değerleri.	108
Çizelge 4.27. Farklı gürültü seviyelerinde Nd'nin K_{β} peak'lerinin P, B, P/B ve FWHM değerleri.	108
Çizelge 4.28. Nd ve PbO'li numunelerin Compton, koherent peak şiddetleri ile Compton/koherent şiddet oranları.	112
Çizelge 4.29. Nd'nin K_{α} ile K_{β} peak'leri için temel sayma şiddetleri.	112
Çizelge 4.30. Nd'nin K_{α} ile K_{β} peak'leri için Peak/Temel sayma oranları.....	113
Çizelge 4.31. Nd'nin $K_{\alpha 1}$ ve $K_{\alpha 2}$ peak'leri için hesaplanan peak/temel sayma ve FWHM değerleri.	118
Çizelge 4.32. Nd'nin $K_{\beta 1}$ ile $K_{\beta 2}$ peak'leri için hesaplanan peak/temel sayma ve FWHM değerleri.	119
Çizelge 4.33. Nd'nin $K_{\alpha 1}$, $K_{\alpha 2}$, $K_{\beta 1}$ ve $K_{\beta 2}$ peak'lerinde farklı sayma süreleri için dedeksiyon limiti (DL).	119

1. GİRİŞ

X-ışını flöresans (XRF) spektrometri yöntemi elementel yapıyı belirlemede kullanılan önemli yöntemlerden biridir. Her bir elementin yayınladığı x-ışınları, enerji itibarı ile bir diğerinkinden farklıdır. Bu farklılıktan yola çıkılarak kalitatif (nitel) ve kantitatif (nicel) analizler yapılabilir (Şahin ve Demir 2013). Bir atom herhangi bir yöntemle uyarıldığında atomun bir iç tabaka elektronu koparılabilir veya daha üst enerji seviyelerinden birine geçebilir. Atomun temel hale veya daha düşük enerjili bir hale geçişi (de excitation) sırasında daha dış tabakadaki bir elektron bu iç tabakadaki boşluğu doldurur. İki tabaka arasındaki enerji farkı bir x-ışını fotonu olarak atomdan yayımlanır. Karakteristik tepelerin (peak) sayılması karakteristik bir x-ışını spektrumu verir. Tepelerin enerjileri, numunedeki elementlerin enerjilerini (kalitatif analiz), tepelerin şiddeti ise elementlerin konsantrasyonlarını verir (semi-kantitatif ya da kantitatif analiz). XRF spektrometreler kullanılarak fizik, kimya, alaşım, radyoaktif cevher, petrol ürünleri, çeşitli malzemelerin safsızlık analizleri, çevre, arkeoloji ve astronomi alanlarında araştırmalar yapılmaktadır. XRF spektrometri yönteminin bu kadar geniş bir yelpazede kullanılma nedenleri arasında; incelenen numuneye zarar vermeden çoklu element analizi yapılabilmesi, geniş bir konsantrasyon aralığında uygulanabilmesi, incelenen numunenin kimyasal formundan bağımsız olması, analiz süresinin kısa olması, ppm mertebesinde yüksek hassasiyetle kesin ve doğru sonuçlar vermesi ve otomasyon işlemlerinin kolay olması sayılabilir.

Günümüzde artık bilim ve teknolojiye hızlı bir gelişim söz konusudur. Bu bağlamda da XRF uygulamaları için birçok spektrometre geliştirilmiştir. Enerji Ayrımlı X-ışını Flöresans Spektrometre (EDXRFS) de bunlardan biri olup uyarıcı kaynak, dedektör ve sayma sistemlerinden meydana gelmektedir. Radyasyon dedeksiyonunda yüksek ayırma gücüne sahip yarıiletken temelli dedektörlerin ve sayma sistemini oluşturan elektroniksel elemanların gelişimine bağlı olarak EDXRF spektrometreler, yapılan deneysel araştırmalarda sıklıkla tercih edilmektedir. Böyle bir sistem belirli enerji aralığındaki tüm elementleri aynı anda ölçebilmektedir. EDXRF spektrometrede peak ve temel sayma (background) sayımlarının her ikisi birden eş zamanlı olarak bir

spektrum üzerinde elde edilmektedir. Bir spektrumda, gerçekleşen birçok olayın puls genliklerine karşılık gelen farklı peak'ler görülebilir. Puls genliği enerjiyle orantılı olduğundan, böyle peak'ler sıklıkla dedektör tarafından kaydedilen birbirinden farklı enerjili radyasyonlara karşılık gelirler. Spektrumun temel sayma (background) şeklini primer uyarma spektrumu (excitation spectrum), numuneden primer x-ışınlarının saçılması ve soğurulması, dedektörde etkileşmeler ve tabii radyasyon gibi bazı etkiler belirler. Temel saymaya en önemli katkı numuneden saçılmış primer spektrumdan gelmektedir (Gürol 2000). Bir spektrumda bazen gelişigüzel bozulmalar ve düzensizlikler oluşabilir; bu durumda tek bir peak ile üst üste binen çoklu peak'leri ayırmak zorlaşır (Statham 1995). Bir peak bölgesindeki verilerin "temel sayma veya tabii fon" ve "peak" şeklinde ifade edilen iki analitik fonksiyon ile tanımlanması peak analizlerinde avantaj sağlar (Karabıdak 2010).

Farklı elementlerin birbirinden bağımsız karakteristik çizgilerinin anlaşılmasını kolaylaştırmak, spektrumun birçok kanalı boyunca yayılan dalgalanmaları anlayabilmek için iyi bir peak/temel sayma (peak/background) oranının elde edilmesi önem arz etmektedir. EDXRF spektrometresi üzerinden elde edilen bir spektrumda temel saymayı oluşturan bileşenler arasında çoklu saçılmalar, tuzaklanmalar, yüklerin yeniden birleşmesi, çevresel radyasyon ve elektroniksel gürültü gibi etkiler sayılabilmektedir (Şahin ve Demir 2013). Bir spektrometre için ölçme ve sayma birbirinden bağımsız olaylardır. Sayma istatistiği ile ölçülen her bir durumun hassasiyeti kontrol edilmektedir. Yüksek bir temel sayma ile elde edilen spektrumda temel sayma üzerindeki dalgalanmalar net peak alanının belirlenmesindeki hassasiyeti önemli ölçüde azaltmaktadır. Temel sayma üzerindeki bu belirsizlik bir peak için dedeksiyon limitini ortaya çıkarmaktadır. Böylece yüksek değerlerde peak/temel (P/B) sayma oranı elde etmek oldukça önem arz etmektedir (Gedcke 2002). Statham (1999) yüksek P/B oranı istendiği için temel sayma seviyesinin Poisson istatistiksel dalgalanmaların tam bir temel sayma çıkarımının uygulanabilme kabiliyetiyle sınırlı olduğunu ve EDXRF sistemlerinin performans ölçümleri için hassasiyet, rezolüsyon, farklı dedektör özelliklerini incelemek koşuluyla P/B oranını Fe-55 kaynağı için ifade etmiştir. Sareen (1995) x-ışını spektrometrelerinin gelecekteki dizaynlarının P/B oranlarını

geliştireceğini ve düşük enerjilerdeki küçük peak'lerin pozisyonlarındaki kaymaları elimine ederek mikroanalizler için rezolüsyonun önemli olduğundan söz etmektedir. Statham (1995) yaptığı çalışmada iyi rezolüsyon ile tamlığın (accuracy) artacağını, P/B oranında gözlemlenen artma temel sayma noktalarını bir fonksiyon eğrisine uydurmak (interpolasyon) koşuluyla birbirine yaklaşabileceğini ve 10 eV'un altındaki rezolüsyonlar için bu basit yaklaşımın birçok analiz için kullanılırken, rezolüsyonun 100 eV'a kadar büyüdüğü EDXRF spektrometreler için peak'lerde üst üste binmelerin görülebileceğini bunun için gelişmiş temel sayma çıkarım tekniklerine başvurulması gerektiğini bildirmiştir. Newbury (1995) silisyumun $K\alpha$ tepesi için yaklaşık olarak P/B oranını kaydederek düşük konsantrasyonlarda temel sayma katkısının ölçülecek olan peak şiddetinden çıkarılması gerektiğini belirtti. Gedcke (2002) tarafından yapılan çalışmada P/B oranının sayma zamanı ile ilişkili olduğundan ve dedeksiyon limitinin P/B oranına bağlı olduğundan söz etmiştir. Dragovic *et al.* (2005) P/B oranını tahmin etmek için ANN (yapay sinir ağı) modelini kullanarak, deneysel olarak P/B oranı tahmin edilen sekiz ayrı radyoaktif çekirdek için GEM 25 HPGe gama ışın spektrometresi ile incelemeler yaptı. Karydas *et al.* (2003) MC simülasyonu ve Geant Programı ile iki ayrı x-ışını dedektörü için Mn'nın $K\alpha$ peak'lerini farklı şekillendirme zamanları (shaping time) için inceleyerek P/B oranındaki farklılıkları gözlemledi. Konopka *et al.* (2005) farklı analiz metodlarıyla P/B oranını parçacık veya büyük yüzeylerin analizi için önererek bu oranın geometriden bağımsız olduğunu yani numune oryantasyonuyla ilgili olmadığını gözlemlemiştir. Akbaba (2009) mikro seviyede elementel analizler yaparken yapılan çalışmanın hassasiyetini, doğruluğunu ve geçerliliğini belirleyen en önemli etmenlerden birinin dedeksiyon limiti olduğunu belirterek, bir elementin veya bileşiğin arandığı numunede, kullanılan tekniğe göre mevcut olup olmadığını ifade etmiştir. Jenkins (1995) ise iz ya da eser (trace) analiz olarak adlandırılan çalışmalarda P/B oranları düşük olduğunu bu yüzden temel sayma katkılarının doğru bir şekilde çıkarımının ölçüm için önemli hale geleceğini belirtmiştir. Dedeksiyon limitinin disiplinler arası bir konu olmakla birlikte, birçok araştırmacı tarafından çeşitli numuneler üzerine yapılan çalışmalarda, farklı matematiksel ifadelerle gösterilebileceği anlaşılmıştır (Jenkins 1995; Statham 1995; Thompson 1998; Currie 2000; Rousseau 2001; Tiwari *et al.* 2004; Karjou 2007; Kadachi *et al.* 2012).

EDXRF spektrometrelerde en elverişli ölçme şartlarının belirlenebilmesi için farklı şekillerde tanımlanan, kullanışlılık şekli (Figure of Merit, FOM) olarak adlandırılan bir ölçeklendirme kuralı kullanılmaktadır. Araştırmacılar (Redus *et al.* 2012) bu ölçeklendirme kuralının enerji rezolüsyonu (ayırma gücü), peak oluşum zamanı, maksimum sayma oranı, dedektör alanı ve dedektör verimi gibi alışlagelmiş özelliklere bağlı olup aynı zamanda elde edilen spektrumdaki üst üste binen peak sayısı ile P/B oranını da içeren, özel uygulamalar için benzer sistemlerle elde edilen sonuçların uygun dedektör seçimi ve farklı spektrometre konfigürasyonları için karşılaştırma imkanı sunduğunu göstermişlerdir. Benzer bir şekilde CdTe, Si ve her ikisinin birleşiminden oluşan bir dedektör sistemi kullanan araştırmacılar yüksek verime sahip CdTe dedektör ve yüksek rezolüsyona sahip Si dedektörü ölçümlerdeki hassasiyet ve doğruluk açısından en uygun analitik sonuçların alınması için farklı kullanışlılık şekillerini (FOM) dikkate alarak, EDXRF için spektrometre konfigürasyonlarının performansını optimize etmeyi kullanışlılık şekli ölçeği olmasını önermişlerdir. Aynı zamanda kullanışlılık şeklini farklı sinyal ve temel sayma şartları için deneysel şartların iyileştirilmesinde kullanmışlardır (Redus *et al.* 2012).

Spektrometrik sistemlerle çalışılırken kullanıcı, bütün deneysel şartların en iyisine ulaşamayabilir. Ancak amacına uygun olarak üstün olmasını istediği özellikler arasında tercih yapmak durumunda kalabilir. Örneğin enerji rezolüsyonu, fotopik sayımı, sayma zamanı vs. arasında bir tercih yapmak gerekebilir. İyi bir enerji rezolüsyonu ile üst üste binen fotopiklerin ayrılması ve P/B oranı geliştirilebilir. Ancak bir fotopikte artan sayım oranı da istenen bir durumdur. Bir elementin konsantrasyonu fotopikteki sayım sayısı ile ortaya çıkarılır. Aynı zamanda bir spektrometre kısa ve uzun şekillendirme zamanları (shaping time) için konfigüre edilebilir. Kısa şekillendirme zamanı yüksek sayım oranı sağlarken artan gürültüden dolayı zayıf bir enerji çözünürlüğü vermektedir. Uzun bir şekillendirme zamanı ise iyi bir enerji rezolüsyonu ancak az miktarda sayıma karşılık gelmektedir. Bunun yanı sıra sayma süresi de birçok yönden değerlendirilebilmektedir. Kullanıcının yapacağı tercihte dedektör tipi önemli etmenlerden biridir. Bu durumda kullanışlılık şekli spektrometrenin sayım oranı ve enerji rezolüsyonu ile doğrudan ilişkiliyken dedektör alanı, dedektör kalınlığı, sinyal işleme zamanı, kaynağın şiddeti ve

diğer konvensiyonel spektrometre şartları ile dolaylı olarak ilişkilidir. Kullanışlılık şekli sadece çalışma şartlarını oluşturmada değil, aynı şartlar altındaki farklı ölçme aletlerinin şiddet ölçümlerinin ve aynı ölçme aletinin farklı şartlardaki ölçümlerinin değerlendirilmesinde de kullanılır (Şahin ve Demir 2013).

Bu tez çalışmasında, EDXRF spektrometri yöntemi ile öncelikli olarak P/B oranını etkileyen faktörler incelenmiş olup, uygun bir deney düzeneği kurularak elde edilen spektrumlarda temel saymaya katkıda bulunabileceği düşünülen etkenler araştırılmıştır. Biliyoruz ki; deneysel olarak yapılan çalışmalar daha detaylı, kesin ve doğru bilgi vermesi bakımından araştırmacılar tarafından her zaman tercih edilmektedir. Aynı zamanda sayısal veya analitik yöntemlerle bulunan araştırma sonuçlarının deneysel olarak da desteklenebilmesi bu çalışmalara ayrı bir önem kazandırmaktadır. Bu bağlamda deneysel çalışmaların kolaylıkla yapılmasını sağlayan bütün ölçme düzenekleri ve bunları oluşturan elektronik elemanlar belirli özelliklere sahiptirler. Bu temel özelliklerin tam anlamıyla öğrenilebilmesi doğru bir ölçme yapabilmenin ilk basamağını oluşturmaktadır. Hatalar ve belirsizlikler bir ölçme sisteminin doğasında vardır ve kaçınılmazdır. En ideal şartlara göre kurulan bir deney düzeneğinde bile deneyi uygulayan kişiden, kurulan deney düzeneği ile bunu oluşturan her bir elemandan veya farklı dış faktörlerden kaynaklanan hatalarla karşılaşmak mümkündür. Önemli olan hataların veya belirsizliklerin büyüklüklerinin kabul edilebilir doğruluğa indirgenebilmesidir.

Bu tez çalışmasında ölçme sisteminde, elektriksel sinyallerin işlenmesi (processing) sırasında oluşturduğu gürültü etkisini minimize etmek amacıyla, elektriksel sinyalleri optik sinyallere dönüştüren ve optobox olarak adlandırılan dönüştürücünün de (transdüser) kullanıldığı bir ATARI programı ile spektrumlar elde edilmiştir. Tüm bu değerlendirmeler ışığında elektronik elemanlarda dahil olmak üzere deney düzeneğini oluşturan her bir elemandan gelecek olan ve spektruma "istenmeyen katkı" olarak nitelendirebileceğimiz bu etki deney düzeneğini oluşturan elemanların her biri (mümkünse) devre dışı bırakılarak ve buna ek olarak dedektör zırhı ile kolimatörden gelen etkiler de incelenmiştir. Ölçme sonuçlarındaki belirsizlikler aynı büyüklüğe

ilişkin olan sonuçların farklı çıkmasına yol açabilmektedir. Bunun için deney sisteminin üst üste alınan ölçmelerdeki kararlılığını belirleyebilmek amacıyla istatistiksel ölçmeler gerçekleştirilmiştir. Sayma sisteminde bulunan yükseltici (amplifier) üzerindeki farklı şekillendirme süreleri dikkate alınarak spektrumlardaki peak'ler için rezolüsyonun değişimi incelenmiştir. Yine yükseltici (amplifier) üzerindeki unipolar ve bipolar olarak adlandırılan farklı iki çıkış kullanılarak farklı spektrumlar elde edilmiştir.

İdeal laboratuvar şartlarında ve ortamında konumlandırılmış olan deney düzeneği ile elde edilen spektrumlar üzerine dış kaynaklı mekanik gürültünün (sesin) etkisinin incelenmesi için 50 dB ile 100 dB aralığında değişen mekanik gürültü üretilmiştir. Gürültü seviyesi ölçüm cihazı dedektör kristalinin bulunduğu nokta üzerine yerleştirilerek elde edilen spektrumlar detaylı bir şekilde incelenmiş olup özellikle değişen gürültü seviyelerine göre P/B oranındaki değişimler ile çeşitli peak oluşum parametreleri üzerine hassas değerlendirilmeler yapılmıştır.

Analitik olarak yapılan ölçümlerde birçok girişim ve gürültü etkileri sisteme dahil olmaktadır. Eser elementler örneklerde çok düşük derişimde olup karmaşık matris içeriklerinden dolayı analizleri oldukça zordur. Bu yüzden farklı önderiştirme uygulamalarına başvurulmaktadır (Kaptan 2016). Tez çalışmasının bir sonraki adımında ise çoğunlukla kimya, metalürji, biyokimya, çevre bilimleri, tıp, farmakoloji, vb. gibi farklı bilimsel alanlarda kullanılan analiz çalışmalarında sıklıkla tercih edilen ön deriştirme, prekonsantrasyon (preconcentration) veya zenginleştirme olarak adlandırılan özellikle ppm veya ppb seviyesindeki eser element analizlerinde kullanılan yöntemle bir alternatif düşünülmüştür. Yani elde edilen spektrumu hiç bir sıkıntıya uğratmadan aynı ortalama atom numarasına sahip fakat analiti içermeyen yeni numuneler hazırlanarak bu numunelerden aynı şartlarda elde edilen spektrum esas spektrumdan çıkarılarak (P/B) oranlarının iyileştirilmesi yoluna gidilmiştir.

Dedeksiyon limit (DL) kavramı tüm spektroskopik teknikler için önemlidir. DL, mikro seviyede elementel analizler yaparken yapılan çalışmanın hassasiyetini, doğruluğunu ve geçerliliğini belirleyen en önemli etmenlerden biridir. DL, bir elementin veya bileşiğin

numunede, kullanılan tekniğe göre mevcut olup olmadığını ifade eder. Bu gibi analizler iz ya da eser (trace) analiz olarak adlandırılır. P/B sayma oranları düşük olduğu için temel sayma katkılarının doğru bir şekilde çıkarımı ölçüm için önemli hale gelmektedir (Jenkins 1995). Bu bağlamda tez çalışmasının son aşamasında farklı sayma zamanlarının dedeksiyon limitine olan etkisinin belirlenebilmesi için yedi farklı sayma süresinde incelenen numunenin ayrı ayrı spektrumları elde edilerek, dedeksiyon limitinin sayma zamanına göre değişimi incelenmiştir.



2. KURAMSAL TEMELLER

2.1. X-Işını Flöresans Spektrometreleri

Spektrumu, en genel manada parçacık ve fotonların enerjilerine, frekanslarına, dalgaboylarına veya saçılma açılarına göre şiddet dağılımlarının oluşturduğu desenler olarak tanımlayabiliriz. Mikroskopik dünyanın en önemli bilgi kaynağı spektrumlardır. Spektrumu ölçmeye yarayan aletlere spektrometre denir. Spektroskopi veya spektrometri ise kısaca spektrum inceleyen ve spektrumlarla çalışan bilim dalı olarak tanımlanabilir (Şahin ve Demir 2013).

Spektroskopi hem şimdiye dek kullanılan yöntemlerin iyileştirilmesi ve geliştirilmesiyle hem de yeni inceleme tekniklerinin önerilmesiyle sürekli güncellenerek canlılığını muhafaza eden evrensel bir metottur. Numune karakterizasyonunu belirleme tekniklerinin başında x-ışını flöresans spektroskopisi gelmektedir. Bu yöntem ile atomik yapılara ait bilgilerin analizi hızlı, tahribatsız, yüksek doğruluk ve hassasiyetle yapılmaktadır. Periyodik cetvelde bulunan bütün elementler farklı numune türlerine göre (katı, sıvı, toz vb.) kalitatif veya kantitatif olarak ölçülebilmektedir.

X-ışını flöresans tekniğinde yaygın olarak kullanılan spektrometreler arasında, numuneden yayınlanan x-ışını spektrumunu dalgaboyuna göre ayıran kristallerin kullanıldığı dalgaboyu ayırmalı x-ışını spektrometre (WDXRS) ve aynı amaç için farklı enerjili x-ışınlarına karşılık farklı büyüklükte puls üreten enerji ayırmalı spektrometre (EDXRS) sayılmaktadır. Ayrıca bunların dışında kullanılan spektrometrelerin isimleri ve prekonsantrasyonsuz yaklaşık olarak belirlenmiş dedeksiyon limitleri Çizelge 2.1'de verilmiştir. Bu tabloya göre, plazma emisyon spektrometre, atomik absorpsiyon spektrometre ve nötron aktivasyon analizi spektrometresi daha düşük dedeksiyon sınırlarına sahiptirler. Prekonsantrasyonsuz dedeksiyon limiti, maksimum hassasiyet (precision), doğruluk (accuracy), numune homojenliği ve sayma istatistikleri ile birlikte her bir spektrometrik tekniğin uygulama sınırlarını belirlemektedir.

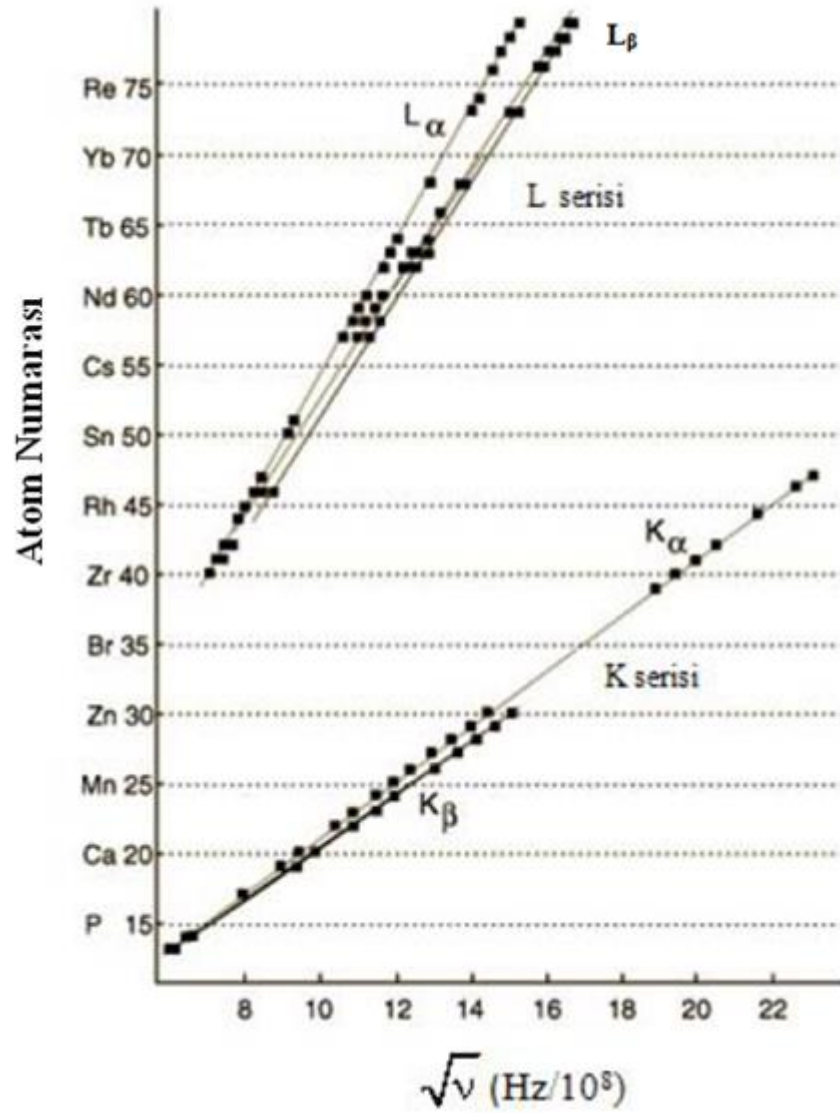
Çizelge 2.1. Yaygın olarak kullanılan bazı spektrometrelerin dedeksiyon limitleri (Şahin ve Demir 2013).

Spektrometre	Yaklaşık Dedeksiyon Limiti (Prekonsantrasyonsuz)
WDXRS (Dalgaboyu Ayrımlı X-ışını Spektrometre)	0,1 ppm
EDXRS (Enerji Ayrımlı X-ışını Spektrometre)	1 ppm
TRXRF (Toplam Yansımali X-ışını Spektrometre)	1 ppb
AAS (Atomik Absorbsiyon Spektrometre)	0,1 ppm
NAA (Nötron Aktivasyon Analiz Spektrometre)	0,5 ppb
ICP- MS (İndüktif Olarak Eşleştirilmiş Plazma- Kütle Spektrometre)	0,1 ppb

X-ışını flöresansın kalitatif uygulamasının temeli Moseley Kanunu olup bu kanun

$$\sqrt{\nu} = \sqrt{\frac{c}{\lambda}} = k(z - \sigma) \quad (2.1)$$

ifadesi ile verilir. Burada ν Hertz cinsinden frekans, c m/s olarak ışık hızı, λ ise m cinsinden dalgaboyu, k verilen bir seri için bir sabit ve σ ise perdeleme sabitidir. Moseley, Bohr teorisinden hareketle tüm elementler için ışıma frekansının karekökünün merkezi etkin yükün bir başka deyişle atom numarasının lineer fonksiyonu olduğunu göstermiş oldu. Buna göre doğrusal değişim eğrisinden yararlanarak çizgi spektrumunun frekansını ölçmek suretiyle ilgili elementin atom numarasını belirlemek mümkündür. Moseley Kanunu'na göre, bazı spektral çizgiler için atom numarası ile frekans arasındaki ilişki Şekil 2.1'de gösterilmiştir.

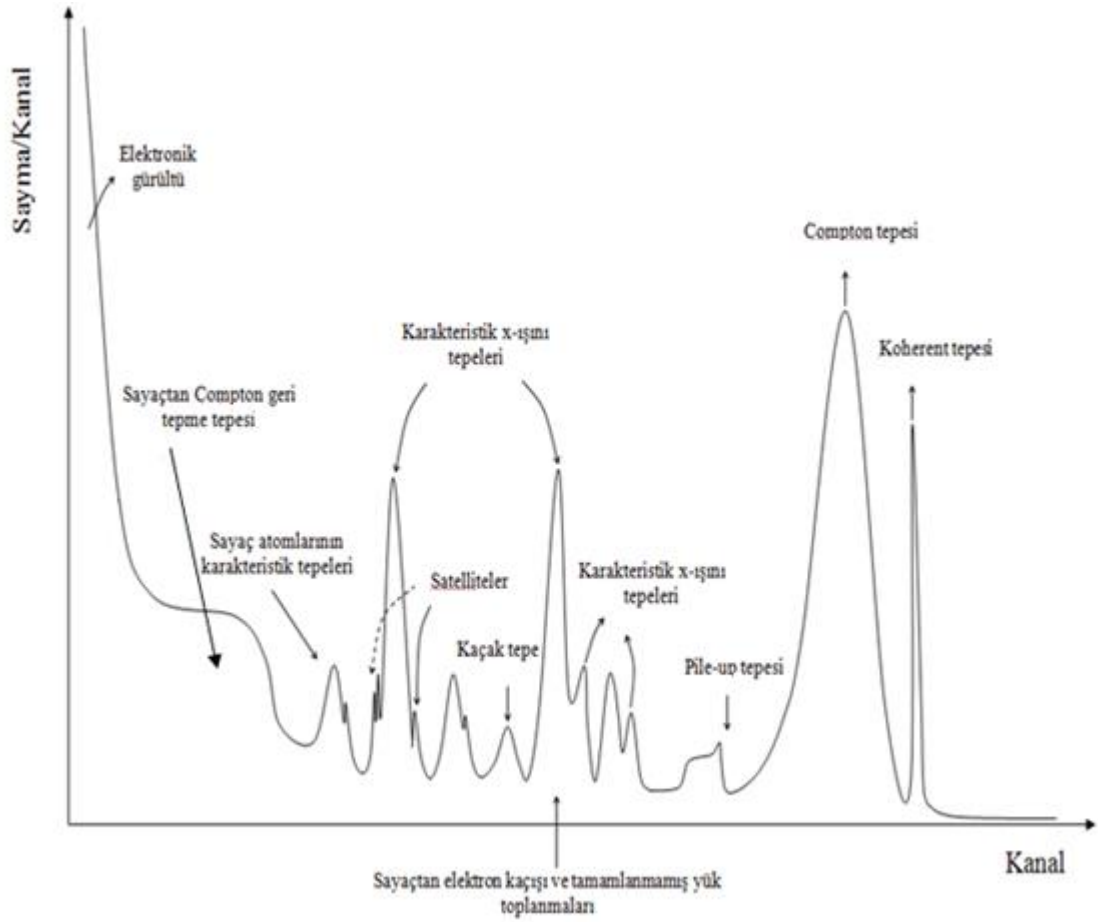


Şekil 2.1. Moseley kanununa göre bazı spektral çizgiler için atom numarası ile frekans arasındaki ilişki.

Moseley kanunu elementlerin türlerini tayin etmede kullanılan nitel (kalitatif) analizlerin temelini oluşturur. X-ışını spektrometrelerinin temel fonksiyonu, gelen şüayı enerji ve dalgaboylarına göre ayırarak ölçmektir.

2.2. EDXRS'de Alınan Bir Spektrumunun Bileşenleri

X-ışını spektrometrik analizlerinde bir spektrumun elde edilmesi, örnek hazırlanması ve miktar ölçümü kadar önemli bir adımdır (Van Espen *et. al.* 1993). Spektrometrik analizlerde esas olan, belirlenmiş bir radyoaktif kaynak tarafından yayınlanan radyasyonun numune ile etkileşmesi sonucu elde edilen spektrumun karakteristikleri hakkında bilgi elde edebilmek ve kompleks spektrumları doğru olarak yorumlayabilmektir. EDXRS spektrumları genel olarak, spektrumun temel sayması, sayaçtan Compton geri tepme tepesi, kaçak tepeler, karakteristik tepeler, üst üste binme (pile-up) tepeleri, Compton tepeleri ve koherent tepelerden oluşurlar. X-ışını spektrometresiyle elde edilen bir spektrumda, incelenen numunenin karakteristik x-ışını tepeleri dışında başka tepeler de gözlemlenebilir. Şekil 2.2'de EDXRS yöntemi ile elde edilebilecek bir spektrum ve muhtemel tepelerin şematik gösterimi verilmiştir.



Şekil 2.2. EDXRS'de alınan bir spektrum ve muhtemel tepelerin gösterimi.

2.2.1. Spektrumun temel sayması (Background)

Bir spektrumda analizi yapılacak olan bir peak bölgesi, temel sayma (doğal fon, spektral background) ile net peak olarak adlandırılan iki ayrı bölgeden meydana gelmektedir. Genel bir EDXRS x-ışını spektrumunda temel sayma (background) esas olarak şu temel bileşenlerden oluşmaktadır.

- Yük tuzaklanması (Trapping),
- Yüklerin yeterince çabuk süpürülememesi,
- Yüklerin yeniden birleşmesi (Recombination),
- Çoklu saçılmalar,

- Çevre radyasyonu,
- Üst üste binmeler,
- Kaçak sayımlar,
- Elektronik gürültü.

Temel saymanın oluşumunu destekleyen bu faktörler aslında bir peak'in şekillendiği kısmının dışında bulunan her şeyi oluşturmaktadır. Tuzaklanma, yüklerin yeterince süpürülememesi ve yeniden birleşme olarak ifade edilen nedenler dedektör kristalinin fotonla etkileşimi sırasında meydana gelmekte olup HPGe dedektörün çalışmasının anlatıldığı 3.2 bölümünde detayları ile verilmiştir.

Numune üzerine gelen fotonun numuneden sadece bir kere saçılmasına fotonun tekli saçılması fotonların numune ve dedektör içerisinde birden fazla sayıda saçılmaya uğramasına ise fotonun çoklu saçılması adı verilir. Numune veya sayaç maddesi içindeki serbest ve hızlı elektronlar o ortamda yavaşlarken enerji kaybetmelerinin yanı sıra, yolları boyunca çeşitli açılarda saçılmaya da uğrarlar. Bu saçılmalar madde içerisindeki atomların Coulomb alanından kaynaklanır ve elastik olarak ele alınır. Yani çoklu saçılmalarda ortaya çıkan hızlı elektron çok sayıdaki komşu atomla etkileşmeye girebilmektedir. Kaynak, numune ve dedektör içerisindeki fotonlar için de benzer şekilde çoklu saçılmalar söz konusudur.

Temel saymanın (background'un) oluşum sebepleri arasında gösterilen çevresel radyasyon doğal ve kaçınılmaz bir süreç olup, esas olarak uzay ve güneşten gelen kozmik ışınlar ile yerkabuğundaki doğal radyoaktif maddelerden kaynaklanmaktadır. Çevresel radyasyon, en genel tanımlama ile, ortamda o deney için kullanılan radyoaktif kaynak olmadığı zaman çevre radyasyonundan elde edilen spektrum olarak adlandırılmaktadır.

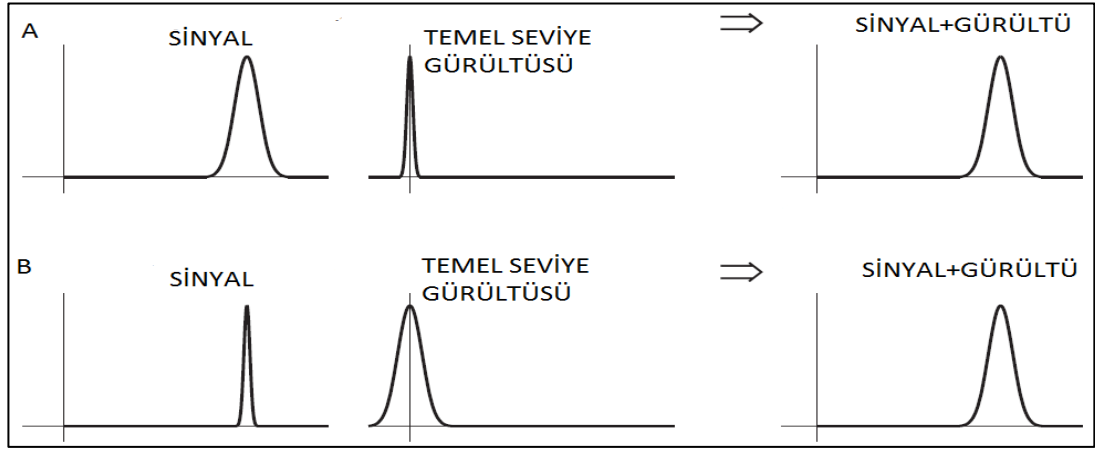
Spektrumlarda bazen toplam sayımın çok küçük bir kısmını oluşturan ve çok bariz olmayan üst üste binmelere ve kaçak sayımlara rastlanılabilir. Bu durumlara sebep

olarak incelenen numunenin özellikleri, seçilen kolimatör, dedektör ve deney düzeneğini ve sayma sistemini oluşturan diğer elemanlar gösterilmektedir.

Temel sayma (background) üzerine etkili olduğu düşünülen bir diğer katkı ise elektronik gürültüdür. Herhangi bir analitik yöntemin hassasiyetini, doğruluğunu vb. temel özelliklerini sınırlayan en önemli etkenlerden biri de elektronik gürültü olarak adlandırılan istenmeyen ve yabancı olarak algılanan sinyallerin varlığıdır. Bu istenmeyen bileşen bazen sinyallerin üzerinde ölçülemeyecek kadar küçük olurken bazen de istenmeyecek kadar büyük olmaktadır.

Elektronik gürültü, dedekte edilebilen sinyal seviyesinin en düşük sınırını oluşturur ve aynı zamanda sinyal seviyelerini ayırt etme veya bunları tam olarak ölçebilme yeteneğini belirler. Örneğin ayırma gücü (rezolüsyonu) yüksek olan bir dedektör ile alınan bir spektrumda çok sayıda farklı enerji tepeleri küçük çizgi genişlikleri ve daralan temel sayma (background) alanı ile sinyal sayımına katkıda bulunur. Böylece sinyal spektrumunda daha belirgin bir hal almış olur. Ancak birçok dedektörde elektronik gürültü ayırma gücünü belirleyemez. Şekil 2.3 A'da büyük sinyal değişimlerinin gözlemlendiği düşük rezolüsyona sahip dedektörlerde temel seviye gürültüsü genellikle ihmal edilir. Oysa Şekil 2.3 B'de, yüksek rezolüsyonlu daha dar sinyal değişimlerinin gözlemlendiği yarıiletken dedektörlerde temel seviye gürültüsü önem kazanmaktadır (Spieler 2005).

Deney sistemini meydana getiren bütün elektronik bileşenler elde edilen analitik sinyal üzerine bir katkıda bulunur ve bu türden olan gürültülerin kaynağını belirlemek olabildiğince güçtür. Enstrümental gürültü olarak da adlandırılan elektronik gürültü kaynakları; termal (Johnson-Nyquist) gürültüsü, vurma (shot) gürültüsü, titreşme (flicker) gürültüsü ve diğer çevresel gürültüler olarak sıralanabilir.



Şekil 2.3. Farklı rezolüsyona sahip dedekte edilebilen sinyal üzerine temel seviye gürültüsünün etkisi.

Termal gürültü veya Johnson-Nyquist gürültüsü, direnç gürültüsü veya beyaz spektrum olarak da isimlendirilir. Elektronik devrelerde teknolojik olarak ulaşılabilecek en düşük gürültü seviyesine karşılık gelmektedir. Bir direnç içinde elektronların, termal enerjiye bağlı olarak, rastgele hareketinden kaynaklanan voltaj dalgalanması termal gürültü olarak ölçülmektedir. Termal gürültüyü ilk kez 1928 yılında J.B. Johnson, Bell laboratuvarındaki çalışmaları sırasında ölçmüştür. Johnson, iletken malzemelerde, büyüklüğü sıcaklıkla değişen rastgele bir gerilimin oluştuğunu bulmuştur. Aynı tarihlerde Nyquist ise Johnson'ın yaptığı deneysel ölçme sonuçlarıyla uyum gösteren termodinamik ve istatistiksel mekaniğin yardımıyla matematiksel bir ifade türetmiştir. Elde edilen ifade bir iletkenin uçları arasında oluşan rastgele hareketin (termal çalkalanma) devre potansiyel eşdeğeri (2.2) ifadesi ile verilmektedir (Spiller 2005).

$$V_{rms} = \sqrt{4kTR\Delta f} \quad (2.2)$$

Termal gürültünün ortalama değeri hesaplanabilir olmasına karşın, anlık değerinin büyüklüğü Gauss dağılımına göre verilen bir ihtimaliyetle belirlenmektedir. (2.2) ifadesi potansiyeldeki değişimin gürültü olarak nitelendirilmesini göstermekte olup V_{rms} gerilimdeki dalgalanmanın kare ortalamasının karekökü, k Boltzman sabiti ($1,38 \times 10^{-23} J/K$), T sıcaklık (K), R direnç (Ω) ve Δf ise frekans aralığını (Hz)

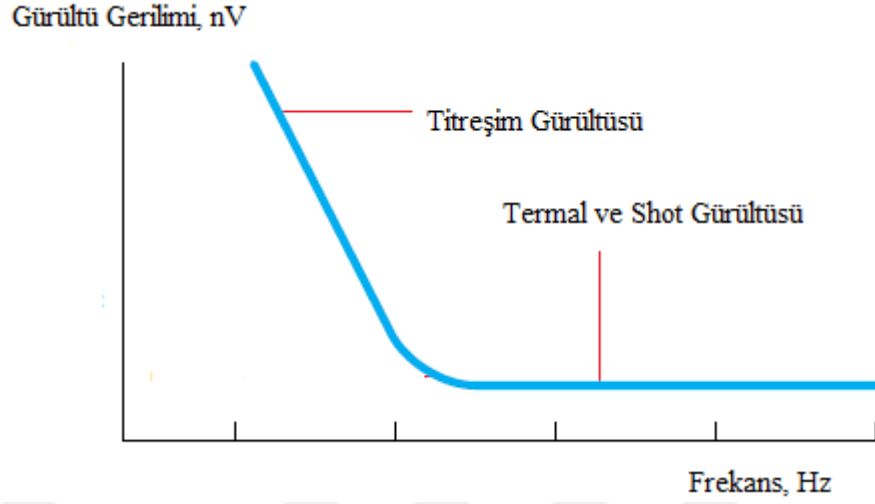
göstermektedir. Termal gürültü, devrede herhangi bir akımın olmadığı durumda bile var olup sadece mutlak sıfırda mevcut değildir. Bir sistemdeki termal gürültü devre elemanlarının azaltılması, dar bir frekans aralığı ve elemanların çalışma sıcaklığının azaltılması ile küçültülebilir. Bu durumda çalışılan sistemin enerji harcama özelliği belirleyici bir kriterdir.

Shot gürültüsü ise elektronik devrelerde elektron salınımının zamana göre düzenli olmayıp ortalama bir değer civarında dalgalanmasından ibarettir. Akımdan kaynaklı kesikli gürültü yarıiletken devre elemanlarında yük taşıyıcılarının (elektron ve hol) yayılımı, elektron-hol çiftlerinin oluşması veya yeniden birleşme (rekombinasyon) olarak da adlandırılan olay sırasında gerçekleşmektedir. Akımdaki bu dalgalanmanın değeri (2.3) ifadesi ile verilmektedir.

$$I_{rms} = \sqrt{2qI_{dc}\Delta f} \quad (2.3)$$

Shot gürültüsü olarak verilen (2.3) ifadesinde I_{rms} akımdaki dalgalanmanın kare ortalamasının karekökü, q elektron yükü ($1,6 \times 10^{-19} C$), I_{dc} ortalama doğru akım, Δf ise frekans aralığı (Hz) olarak gösterilmektedir.

Titreşim (flicker) gürültüsü olarak yaygın bir şekilde bilinse de $1/f$, düşük frekans gürültüsü olarak da isimlendirilmektedir. Örneğin bir yarıiletkende yük taşıyıcılar (elektron ve hol) bir τ zaman sabiti ile belirlenen bir zamanda tuzaklanıp daha sonra serbest kaldığında, bir sisteme ait gürültü spektrumu düzensiz bir hale gelmektedir. Titreşim gürültüsünün genliği düşük frekanslarda $1/f$ özelliğinden dolayı daha büyük bir değişim göstermekte olup düşük frekans devrelerinin önemli bir gürültü kaynağıdır (Spieler 2005). Şekil 2.4'de termal, shot ve titreşim gürültülerinin büyüklüğünün frekans ve gürültü gerilimi ile değişimi gösterilmiştir.



Şekil 2.4. Termal, shot ve titreşim gürültüsünün frekans ve gürültü gerilimine göre değişimi.

Kaynağı çevresel faktörlere dayalı olan dış gürültü kaynakları da temel saymayı belirleyen gürültü faktörleri arasında sayılmaktadır. Bunların arasında ölçü alınan laboratuvarında bulunan diğer kaynaklar, elektronik düzenekler, mekanik gürültüler ve titreşim ve sallanma gibi etkiler de sayılabilir.

2.2.2. Sayaçtan Compton geri tepmesi

Spektrumun düşük enerjili bölgesinde yüksek temel saymaya sahip olan bir bölge (plato) vardır. Bu bölge sayaçta meydana gelen Compton saçılmasından kaynaklanır. Sayaçta dedekte edilen foton enerjisi, fotonun yolu boyunca meydana getirdiği fotoelektrik olay sonucunda oluşan elektron-boşluk çiftlerinin sayısına bağlıdır. Fotonun sayaçta Compton saçılmasına uğraması yük oluşum istatistiğini değiştirir. Böylece yüksek temel saymalı bir bölge oluşur. Bu bölge ayrıca Compton saçılmasında geri tepen elektron enerjilerine karşılık gelmektedir.

2.2.3. Kaçak tepeler

Numuneden yayımlanan fotonun sayılmak üzere sayaç üzerine düştüğü, burada sayaç atomları ile fotoelektrik etkileşimde bulunarak sayaç atomunun karakteristik x-ışınlarının yayınlandığını düşünelim. Sayaç atomunun karakteristik x-ışınlarının özellikle sayacın yüzeye yakın bir bölgesinde meydana gelmesi halinde yük taşıyıcılar elektron-hole çifti oluşturarak sayaçtan kaçabilir. Bu durumda dedekte edilen foton, gelen foton enerjisinden kaçan foton enerjisi kadar az enerjili olarak sayılır.

2.2.4. Karakteristik tepeler

Foton bir atomla etkileşme sonucu onu uyarabilir. İç tabakaları uyarılan atom daha üst tabakalardan elektron geçişi veya geçişleriyle temel hale geçer. Bu esnada elektron geçişlerinin olduğu seviyelerin enerji farkına eşit enerjili bir foton veya fotonlar yayımlanır. Bu fotonlar karakteristik tepelerin oluşmasını sağlar.

Spektrumdaki karakteristik tepeler,

- Ölü tabaka maddesinin K karakteristikleri,
 - Kolimatör karakteristikleri,
 - Referans olarak (isteğe bağlı) kullanılan malzemenin karakteristik tepeleri,
 - Numune muhtevasının karakteristik tepeleri
- olabilir.

2.2.5. Uydu (Satellite) çizgiler

Karakteristik tepelerin yüksek ve düşük enerjili yamaçlarında peak genişlemesine neden olan uydu (satellite) çizgileri gözlemlenebilir. Numune içerisinde meydana gelen bir karakteristik foton arkasında bir boşluk bırakır. Eğer bu foton, atomdan ayrılmadan önce, enerjisinin yettiği bir başka tabakadan bir elektron koparırsa bu durumda atomda iki boşluk oluşur. Atom iki defa iyonlaşmış olur. Atomun iki kere iyonlaşması elektronlarla da olur. Böylece atom iki defa uyarılmış durumda bırakılıyorsa, uydu çizgiler yayımlanır. Uydu çizgi enerjileri karakteristik çizgi enerjilerinden farklıdır.

Peak'in yüksek enerjili tarafında yüksek enerjili uydu çizgileri, düşük enerjili tarafında ise düşük enerjili uydu çizgileri oluşur.

2.2.6. Üst üste binme (Pile up) tepeleri

İki foton sayacın ayırt etme zamanından daha kısa bir zaman aralığında sayaç üzerine gelirse, sayaç bu iki fotonu tek bir fotonmuş gibi görür ve onu iki foton enerjisi toplamından daha küçük bir enerjili kanala yerleştirir. Bu olayın yüksek sayma şiddetinde oluşma ihtimali daha fazladır.

2.2.7. Compton tepeleri

Fotonların numuneden enerji kaybederek saçılmaları ile oluşur. Özellikle hafif matrisli numunelerde spektrumun en geniş alanlı tepesidir. Compton saçılmasında gelen ve saçılan fotonlar arasında enerji farkı vardır. Saçılma sırasında gelen fotonun enerjisinin bir bölümü serbest veya atoma zayıf bağlı olan elektronlara aktarılır. Buna göre saçılan fotonların enerjisi gelen fotonların enerjisinden daha az olmaktadır. Enerji kaybı yüzünden Compton tepeleri koherent tepelerinden daha düşük enerjili bölgede oluşmaktadır.

2.2.8. Koherent tepeler

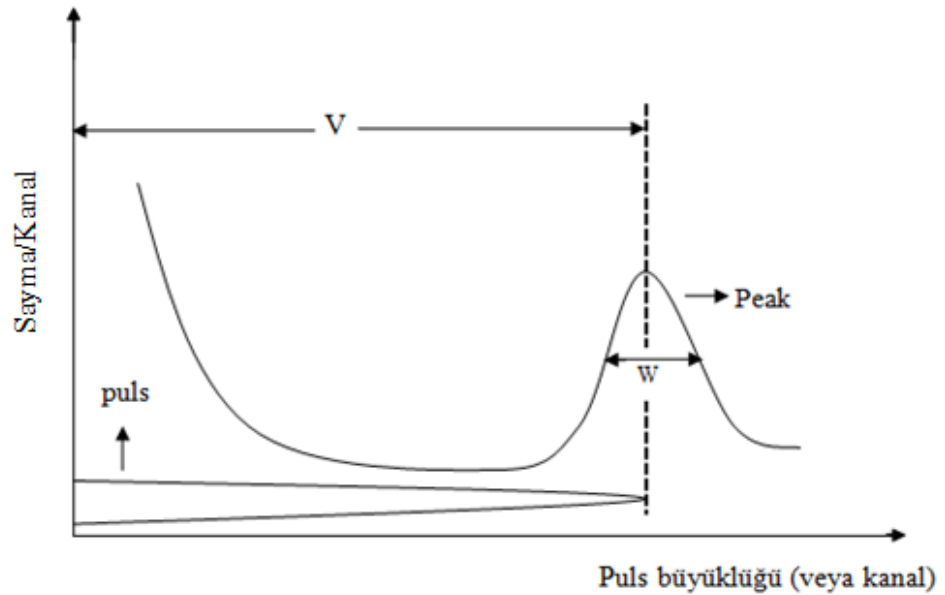
Uyarıcı kaynak enerjilerine karşılık gelen nispeten daha simetrik tepelerdir. Fotonların numuneden enerji kaybetmeksizin aynı fazlı olarak saçılmaları ile oluşurlar ve yarı maksimumdaki tam genişlikleri (FWHM) diğer tepelerinkilere kıyasla küçüktür. Tüm tepelerin düşük enerjili yamaçları yüksek enerjili yamaçlarına göre daha yavaş alçalır (kuyruklanma). Spektrumdaki tepelerin düşük enerjili yamaçlarında peak kuyruklanmasına sebep olan etkileri şu şekilde özetleyebiliriz: Tamamlanmamış yük toplanmaları, rekombinasyonlar, tuzaklanmalar, dedektör kristalinin yaşlanması, kirlilik etkileri, fotoelektronların kaçması, berilyum pencere kalınlığı, ölü tabaka kalınlığı, Auger olayı ve yüksek sayma hızları (Şahin ve Demir 2013).

2.3. Rezolüsyon

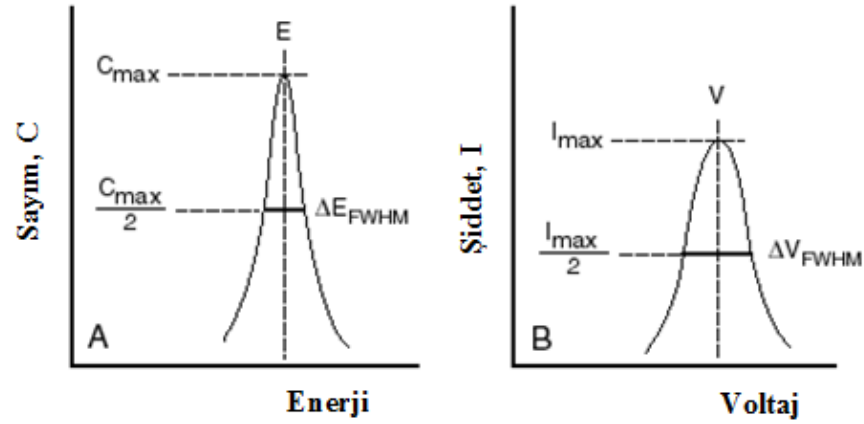
Bir spektrometrede çözme gücü veya çözme (rezolüsyon), o spektrometrenin birbirine çok yakın spektral tepeleri ayırt edebilme kabiliyetinin bir ölçüsüdür. Sistemin rezolüsyonu (dedeksiyon rezolüsyonu), genellikle dedektör rezolüsyonu olarak bilinir ve yüzde olarak ifade edilmektedir. Bir dedektörün teorik rezolüsyonu R , temel saymanın üstündeki puls-yükseklik dağılımında yarı genişlik $W_{1/2}$, $\Delta V_{1/2}$ veya yarı maksimumdaki tam genişlik (FWHM) olarak ifade edilebilir. Yani

$$R = W/V \quad (2.4)$$

ile gösterilir. Burada W yarı maksimumdaki tam genişlik, V ise ortalama büyüklük (puls genliği) olup bunların her ikisi de aynı birimli olduğundan R birimsizdir ve kesirseldir. Şekil 2.5'de puls ve peak oluşumu ile W yani yarı maksimumdaki tam genişlik gösterilmektedir. Aynı zamanda Şekil 2.6'da rezolüsyonun sayım-enerji ve şiddet-voltaj değişimleri ile yarı maksimumdaki tam genişlik değerleri gösterilmiştir.



Şekil 2.5. Puls, peak ve yarı maksimumdaki tam genişlik (W) gösterimi.



Şekil 2.6. Rezolüsyonun sayım-enerji ve şiddet-voltaj değişimleri ile yarı maksimumdaki tam genişlik değerinin gösterimi.

Yarıiletken dedektörlerde rezolüsyonu etkileyen en önemli faktör, gelen x-ışını serbest enerjisinin serbest yük taşıyıcılarına dönüştürülmeleri sırasında ortaya çıkan istatistiki belirsizliktir. Tek enerjili x-ışını tepesinin istatistik genişlemesi Poisson istatistiğinde $FWHM = 2,35\sqrt{\varepsilon E}$ olarak verilir. Burada E gelen radyasyonun enerjisi ve ε ise ortalama iyonlaşma enerjisidir. Gauss dağılımı için $W = 2,35\sigma$ olup rezolüsyon $R = W/V$ ve $R = 2,35\sigma/V$ olur. Ancak σ/V bağıl standart sapma veya varyasyon katsayısıdır. E gelen fotonun enerjisi, ε ise ortalama iyonlaşma enerjisi olmak üzere E için üretilen iyon çifti sayısı $n = E/\varepsilon$ olarak tanımlanır. $\sigma = 1/\sqrt{n}$ ise rezolüsyon

$$R = 2,35\sqrt{F\varepsilon/E} \quad (2.5)$$

şeklinde yazılabilir. R 'nin küçük değerleri iyi rezolüsyona karşılık gelmektedir. Dedektörde fotoelektrik olay, saçılma olayı ve diğer bazı olaylar birarada meydana geldiği için elektron-hole çifti sayısındaki istatistiki dağılım Poisson veya Gaussian dağılımından daha küçük olabilir. Her iki dağılımda da maksimumun onda birindeki tam genişlik 1,823 kere FWHM'dir ($FWTM = 1,85 \times FWHM$). Bir Gaussian

dağılımının yarı genişliği bu fonksiyonun bir özelliği olarak $2,35\sigma$ büyüklüğündedir (Şahin ve Demir 2013).

Bir spektrometre yeterli rezolüsyona sahip olmanın yanında özellikle eser element analizlerinde istatistik bakımdan önemli ölçümler yapabilmek için temel sayma üzerinde yeterince büyük bir cevap sağlamalıdır. Ayrıca spektrometre ilgilenilen enerji veya dalgaboyu bölgesinde ölçüm yapabilme imkânı sunmalıdır. Bu yüzden spektrometre seçiminde rezolüsyon, cevap fonksiyonu (karakteristik tepe), temel sayma seviyesi ve enerji veya dalgaboyu aralığı faktörleri önemlidir. Bu faktörler birbirinden bağımsız değildir. Mesela rezolüsyonu sabit tutmak mutlak peak şiddetinin düşmesine sebep olur (Han 2009).

2.4. Peak Oluşum İstatistiği

Işıma rastgele bir süreçtir. Bu nedenle yapılan herhangi bir ölçüm bazı istatistiksel dalgalanmaların derecesine bağlı olarak ışımının gözlemlenmesine dayanır. Bu yapısal (doğal) dalgalanmalar bütün ışımalarda kaçınılmaz belirsizlik kaynaklarını temsil eder ve sıklıkla hata veya tam doğru olmayan kaynakları baskın hale getirir. Sayma istatistiği, istatistiksel analizler çerçevesinde sayım deneylerinin sonuçlarının işlenmesi gerekliliğini içerir ve bu ölçümlerden elde edilen niceliklerin beklenen hassasiyetleri hakkında tahminler yapar.

Yayınlanan fotonların sayısı da zamana göre rastgele olduğu için bir kaynaktan çıkan radyasyon eşit koşullar altında birçok kez ayrı ayrı peş peşe sayıldığındaki gözlemlenen değerler ortalama değerin etrafında belli bir dağılım gösterirler (Knoll 2000). Gözlemlerin sayısı sonsuz büyük değere çıkarılırsa gözlemlenen ortalama, gerçek ortalamaya eşit olur. Belli bir olayın belirli bir aralıkta hangi sıklıkla meydana geldiği Poisson Dağılımı ile belirlenir. Poisson dağılımının ortalaması m ise tek bir ölçmede n tane parçacık sayma olasılığı yani çok sayıda yapılan gözlemlerin tek bir ölçmede n sayım verme kesri, (2.6) ifadesi ile verilir (Tsoulfanidis 1995).

$$P_n = \frac{m^n}{n!} e^{-m} \quad (2.6)$$

(2.6) ifadesine göre m 'nin küçük değerleri için bu fonksiyonu gösteren eğri simetrik değildir. m büyüdükçe, eğri daha simetrik bir hal alır ve dağılım normal Gauss dağılımı haline gelir. Şiddeti zamanla değişmeyecek kadar çok uzun ömürlü bir kaynakla yapılan n sayıda ölçmede elde edilen değerler $N_1, N_2, \dots, N_n$ ise gerçek değere en yakın değer olarak bunların ortalaması $\bar{N}$ alınır. Ortalama, dağılımı temsil eden ve dağılımın orta noktasını gösteren bir değerdir. Yani;

$$\sum_{n=0}^{\infty} P_n = e^{-m} \sum_{n=0}^{\infty} \frac{m^n}{n!} = e^{-m} e^m = 1 \quad (2.7)$$

$$m \cong \bar{N} = \frac{\sum_{i=1}^n N_i}{n} \quad (2.8)$$

olup n sayısı büyüdükçe N 'nin aritmetik ortalama değeri, gerçek ortalama değeri olan m 'ye daha yakın olur. Böylece Poisson dağılımı Gauss dağılımına yaklaşır (Bevington *et al.* 2003).

2.4.1. Standart sapma

N 'nin aritmetik ortalama değeri mevcut dağılımın yayvanlığı hakkında bilgi veremez. Aritmetik ortalamadan uzaklaştıkça dağılımın yayvanlığı artış gösterir. Ölçülen sayıların gerçek ortalama etrafında gösterdikleri istatistiksel değişimlerin büyüklüğü standart sapma ile ifade edilir. Dağılımdaki her bir değer ortalamaya göre ne yayvanlıkta olduğunu gösterir. Standart sapma büyüdükçe dağılım yayvanlaşır. Standart sapma;

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (m - N_i)^2}{n - 1}} \quad (2.9)$$

bağıntısı ile verilir. Standart sapmanın verilerin ortalamasına olan oranına ise bağıl veya rölatif (RSD) denir. Relatif standart sapma;

$$RSD = \sigma / \bar{N} \quad (2.10)$$

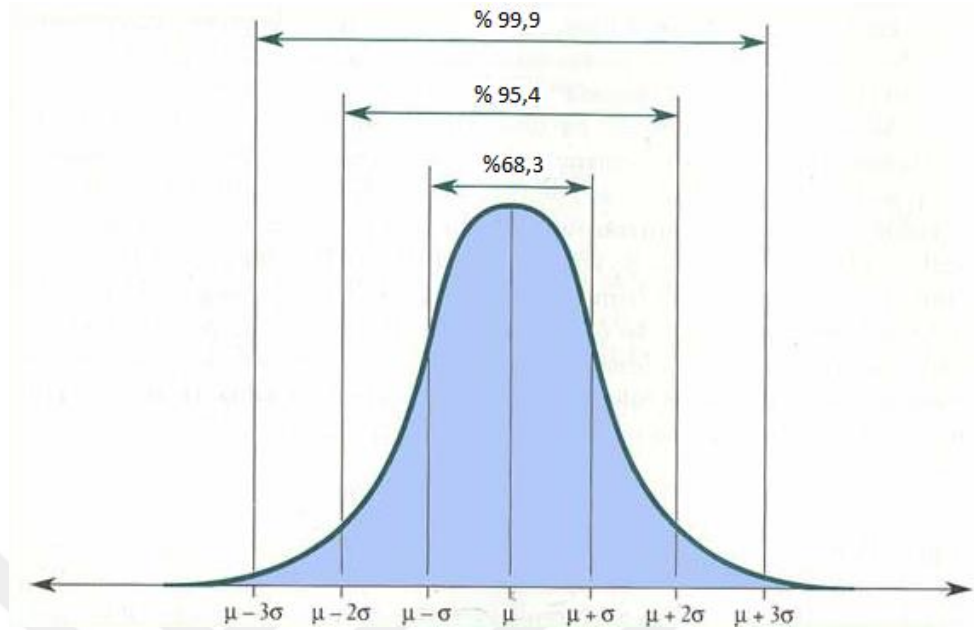
bağıntısı ile verilir. Poisson dağılımına uyan bir olayda, tek bir ölçmedeki sayma sayısı N ise, standart sapma,

$$\sigma = \sqrt{N} \quad (2.11)$$

ile verilir. Ya da $\sigma = \sqrt{m}$ ifadesi de kullanılabilir. Tek bir ölçüm yapıldığında gözlemlenen saymanın $m + \sigma$ ile $m - \sigma$ arasında bulunmasında güvenilirlik sınırı %68,3 değerindedir. Güvenilirlik sınırları (confidence limits) m'nin ölçülen gerçek değerinin, belli bir olasılık dahilinde bulunacağı aralığın alt ve üst sınırlarını gösterir. Çizelge 2.2'de bazı istatistik terimler ve değerleri, ayrıca Şekil 2.7'de güvenilirlik sınırları dahilinde Gauss (normal) dağılımında bir sayımın peak'in neresinde hangi olasılıkla yer alacağı verilmiştir.

Çizelge 2.2. Bazı istatistiki terimler ve değerleri (Şahin ve Demir 2013).

SEMBOL	TERİM	GÜVENİLİRLİK SINIRI	OLASILIK
0.67σ	Muhtemel Hata	%50,0	1/2
σ	Standart Sapma, Sigma	%68,3	7/10
2σ	İki Sigma	%95,4	19/20
3σ	Üç Sigma	%99,7	997/1000
4σ	Dört Sigma	%99,9	999/1000



Şekil 2.7. Gauss (normal) dağılımında güvenilirlik sınırlarına göre bir sayımın dağılımının herhangi bir bölgesinde yer alma olasılığı.

X- ışını spektrometrik analizlerde peak'in net sayımı I_P temel sayma I_B , standart sayma hatası σ_P (peak'in sayma hatası) ve temel saymadaki hata σ_B olmak üzere,

$$\sigma = (\sigma_P^2 + \sigma_B^2)^{1/2} \quad (2.12)$$

yazılabilir. İz (trace) konsantrasyonlarda I_P , I_B 'ye yaklaşır. Bu durumda $\sigma \approx \sigma_B$ olarak alınabilir. Buna göre,

$$\sigma = (2\sigma_B^2)^{1/2} = \sqrt{2}\sigma_B \quad (2.13)$$

olur. %95'lik güvenilirlik sınırı için,

$$2\sigma = 2\sqrt{2}\sigma_B \cong 3\sigma_B = 3\sqrt{I_B} \quad (2.14)$$

olmaktadır. Şekil 2.7'ye göre 3σ ve 2σ güvenilirlikle, sırasıyla %99,7 ve %95,4 olasılıkla, o kısım için bir tepenin varlığından söz edilebilir. Ancak, spektral çalışmalardaki iyi istatistik için genelde $3\sigma_B$ tercih edilmekte ancak bunu ifade etmek yerine $\sigma_B = 3\sqrt{I_B}$ ifadesi standartlaştırılmıştır (Şahin ve Demir 2013).

2.4.2. Hassasiyet (Precision)

Hassasiyet, aynı örnek üzerinden alınan bir ölçümün aynı şartlar altında tekrarlanan bağımsız ölçümlerle uyumunun bir ölçüsüdür (Jenkins 1995). Nicel olarak P_i hassasiyeti m_i özel ölçüm değeri ile büyük sayıda ölçümlerinin sonucu olarak bulunan $\bar{m}$ ölçüm sonucu veya bağımsız tekrar ölçüm sonuçları arasındaki fark olarak

$$P_i = \frac{m_i - \bar{m}}{\bar{m}} \times 100 \quad (2.15)$$

gösterilebilir. P_i 'nin değeri ne kadar küçük ise hassasiyet o kadar iyi olacaktır. Buradaki $\bar{m}$ en iyi bilinen değer, yani en doğru değer, olarak kabul edilir. m_i 'nin en büyük ve en küçük değerleri arasındaki farka yayılma (spread) veya aralık denir. Hassasiyet deneysel olarak ya da her bir hata katkısı toplanarak bulunabilir.

X-ışını spektrometrik analizlerde hassasiyet şu iki nicelik yoluyla tanımlanabilir.

- i) Analitin minimum dedekte edilebilir miktarı,
- ii) Analit miktarındaki değişme ile analit çizgi şiddetindeki değişme hızı.

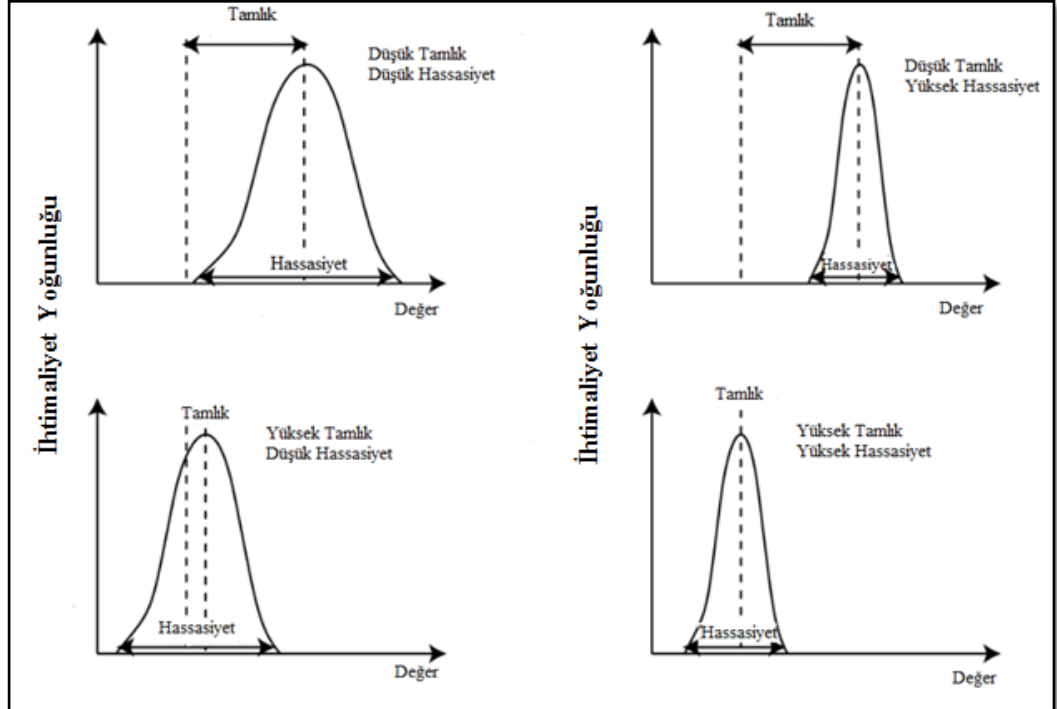
Ayrıca hassasiyet diğer sistemlerde kalibrasyon fonksiyonunun eğiminde etkili olan parametreler yardımıyla da ifade edilebilmektedir (mesela, x-ışını tüplerinde birim akım başına düşen sayma/s ile de ifade edilmektedir (Şahin ve Demir 2013)).

2.4.3. Tamlık (Accuracy)

Tamlık kabul edilen referans bir standarttan sağlanan doğru sonuç ile, analiz edilen bir numuneden alınan ölçüm sonuçlarının uyumunun bir ölçüsüdür (Jenkins 1993). Nicel olarak,

$$a_i = \frac{m_i - t}{t} \times 100 \quad (2.16)$$

ifadesi ile verilir. Burada m_i herhangi bir ölçüm sonucu, t ise doğru değerdir. Buna göre en küçük a_i değeri en iyi tamlığı verecektir. $m_i - t$ değeri sapma olarak da adlandırılır (Şahin ve Demir 2013). Hassasiyet ve tamlık olarak adlandırılan istatistiksel terimlerin birbirlerine göre farklı değerleri Şekil 2.8'de gösterilmiştir.



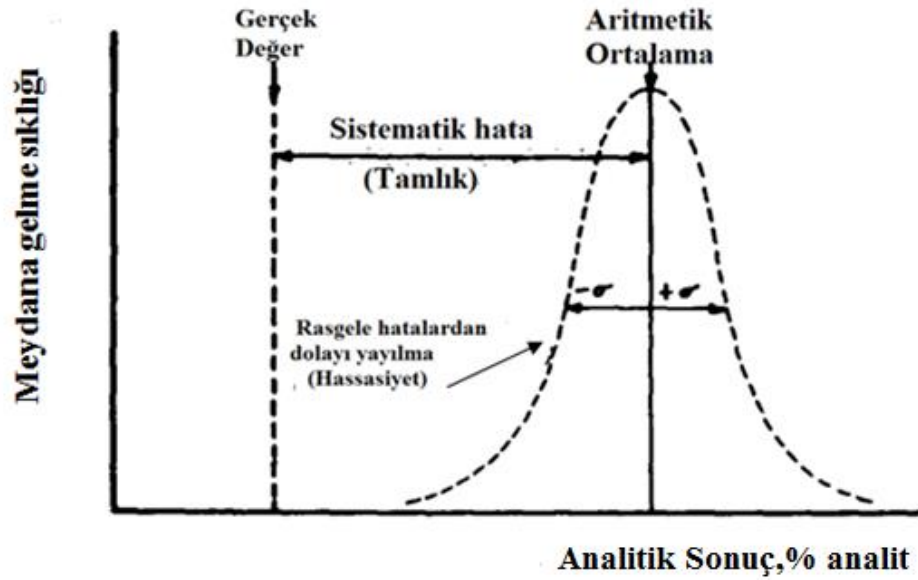
Şekil 2.8. Hassasiyet ve tamlık olarak adlandırılan istatistiksel terimlerin birbirlerine göre farklı değerlerinin gösterilmesi.

Hassasiyet bir ölçümün tekrarlanabilirliğinin yani aynı sistemle yapılan aynı ölçümler arasındaki tutarlılığın bir ölçüsü, tamlık ise bir ölçümün veya analizin sonucu ile doğru olarak kabul edilen veya en güvenilir olarak bilinen değer arasındaki uyumun bir derecesidir. Bir ölçmenin güvenilirliği, ölçümdeki hassasiyet ve tamlığın derecesiyle ilgilidir (Şahin ve Demir 2013).

2.5. Hata

Fiziksel bir niceliğin doğru değerinin (true value) belirlenmesi prensipte imkansızdır. Doğru değer ile ölçülen değer arasındaki fark hata olarak adlandırılır ve deneysel belirsizliklerle ifade edilir (Mantler 2005).

X-ışını spektrometrik analizlerde hatalar rastgele (random) ve sistematik olarak gruplandırılabilir. Rastgele hatalar değişmeyen şartlarda peşpeşe alınan ölçümlerin değerleri arasındaki küçük farklardan oluşur. Yani ölçülen niceliğin tabiatından kaynaklanan dalgalanmalardır. Bu hatalar düzeltilebilir ancak ölçülen nesnenin tabiatıyla ilgili olduğu için tamamen yok edilemez. Sistematik hatalar ise ölçme sistemini oluşturan ekip ve ekipmanlardan kaynaklanmaktadır. Tamamen düzeltilebilir. Sistematik hatalar, deneysel sonuçların sürekli kabul edilmiş referans seviyeden ve aynı yönlü sapmaları olarak ifade edilir. Rastgele hata hassasiyeti, sistematik hata ise tamlığı sınırlar (Jenkins 1995; Şahin ve Demir 2013). Şekil 2.9'da rastgele ve sistematik hata tanımlamalarının bir gösterimi sunulmuştur.



Şekil 2.9. Rastgele ve sistematik hata tanımlamalarının gösterimi.

2.5.1. Hata kaynakları

X-ışını spektrometrik analizlerde gözlemlenen hata kaynakları şu şekilde sıralanabilir:

a) İstatistiksel Sayma Hatası: Elde edilebilir en iyi hassasiyeti belirler ve toplam sayma sayısına bağlıdır. Hesaplama yöntemleriyle bulunabilir.

b) Enstrümental (Aletsel) Hatalar: Bu hatalar kendi içinde gruplandırılabilir:

- 1) X-ışını şiddeti ve dağılımı,
- 2) Radyasyon yolundaki havanın yoğunluğu,
- 3) Dedektör ve elektronik devrede ölü zaman kayıpları,
- 4) Puls yükseklik dağılımındaki kaymalar.

Bu hatalara enstrümental kararsızlıkları da ekleyebiliriz. Kısa süreli dalgalanmalar (*short-term fluctuations*) ve uzun süreli dalgalanmalar (*long-term fluctuations*) olarak incelenebilir. Bunlardan ilki bir analitik ölçümler serisi sırasında zaman zaman rastlanılan sapmalardır. Sonuca olan etkileri artırıcı veya azaltıcı olabilir. Diğeri ise, yaşlanmadan ileri gelen sapmaları gösterir. Sonuca olan etkisi azaltıcı yöndedir.

- c) **Operasyonel Hatalar:** Enstrümental şartların, her bir ölçüde aynı değere ayarlanamaması veya yeniden yapılabilirlikten hafifçe sapmalar olarak adlandırılabilir. Rastgele (random) hatalardır.
- d) **Numune Hataları:** Numune ile ilgili hatalar olup bunlar şu şekilde sıralanabilir.
- 1) Soğurma- şiddetlendirme hataları,
 - 2) Pozisyon etkisi,
 - 3) Kimyasal etki,
 - 4) Fiziksel etki.
- e) **Spektral Çizgi Girişimi:** Birbirine yakın çizgiler analit (incelenecek olan element) çizgisinin şiddet ölçümüne katkıda bulunduğundan iç içe girmiş spektral çizgiler bir hata oluştururlar.

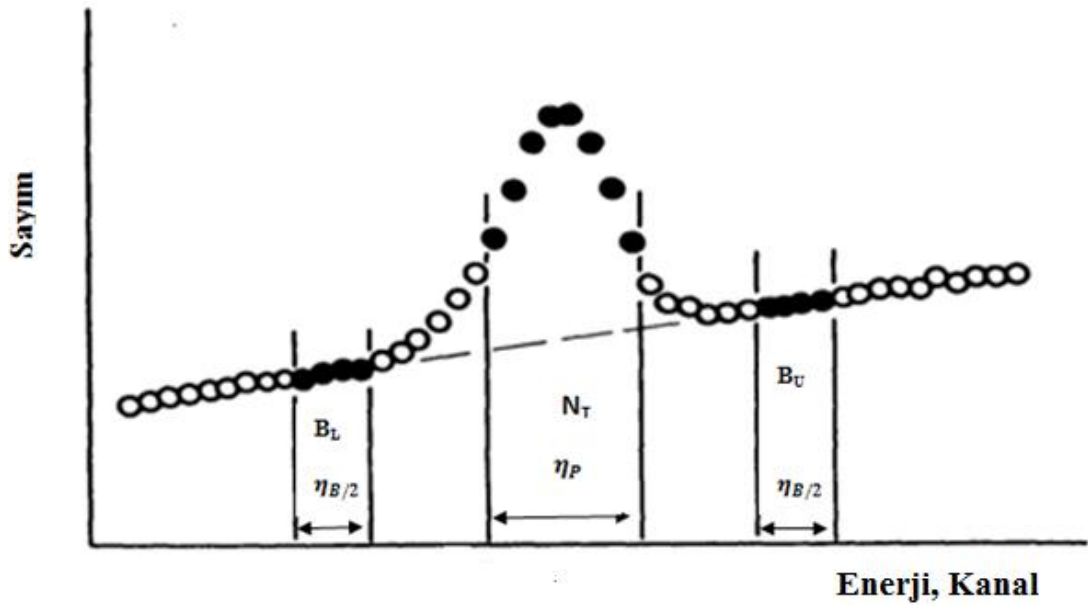
2.6. Peak/Temel Sayma Değeri (Peak to Background Ratio)

Temel sayma seviyesi dedekte edilebilen minimum radyasyon seviyesini belirlemesi bakımından büyük öneme sahiptir. Temel saymanın, en genel tanımıyla çalışılmak istenen spektral tepelerin altında yer alan ve istenmeyen spektral bileşenler olarak ifade edilebilir. Temel saymanın önemli bir bileşeni, doğada sürekli olarak bulunan birçok doğal ya da yapay kaynaklar tarafından meydana getirilir. Bu yüzden dedektörler, her zaman, bir miktar temel sayım sinyali kaydederler. Bu kaynaklar şu şekilde sıralanabilir:

- 1) Dedektörün kendisini oluşturan madde ya da maddelerin doğal radyoaktivitesi.
- 2) Yardımcı ekipmanların ve dedektör civarındaki koruma malzemesinin doğal radyoaktivitesi.
- 3) Dünya yüzeyinden, laboratuvarın inşa malzemesinden ve diğer yapılardan gelen radyasyonlar.
- 4) Dedektörü çevreleyen havadaki radyasyon

5) Kozmik radyasyonun birincil ve ikincil bileşenleri (Knoll 2000).

Temel saymanın, belki de en önemli diğer bileşeni numuneden, sayaçtan, zırhlardan, kolimatörlerden ve havadan olan çeşitli saçılmalardan kaynaklanır. X-ışını spektrometrik analizlerde temel saymanın belirlenmesi önemlidir. Temel sayma ölçülen analitin ve dahili standartın (internal-standart) peak şiddetlerinden çıkarılmalıdır. Temel sayma oranı (background ratio) metodu ile absorpsiyon hataları, numune ve enstrümental hatalar giderilebilir. Temel sayma minimum dedekte edilebilir miktarı sınırlar. Bu miktar, 2.3.1 alt bölümünde teferruatlıca anlatıldığı üzere $3\sqrt{I_B}$ ile verilir.



Şekil 2.10. Temel saymanın çıkarımı (Jenkins 1995).

Basit bir temel sayma çıkarımı Şekil 2.10'da gösterilmiştir. Net peak alanının integrasyonu için seçilen kanal sayısı peak'in merkezinden yaklaşık olarak simetrik bir şekilde $\eta_B/2$ kanal sağda ve $\eta_B/2$ kanal solda seçilir. η_P ise ilgilenilen bölgedir (ROI). Her biri $\eta_B/2$ kadar kanal içeren iki temel sayma bölgesi peak'in her iki tarafında peak merkezine eşit uzaklıkta seçilmiştir. Peak kanallarında mevcut temel sayma,

$$B = \frac{\eta_P}{\eta_B} (B_u + B_L) \quad (2.17)$$

olarak ifade edilir. B_u peak'in yukarısındaki $\eta_B/2$ kanaldaki temel sayma sayımlarıdır. B_L ise peak'in alt bölgesine karşılık gelen uygun temel sayma sayımlarıdır. Net peak sayımı,

$$P = N_t - B = N_t - \frac{\eta_P}{\eta_B} (B_u + B_L) \quad (2.18)$$

ifadesi ile verilir. N_t ise peak merkezi etrafındaki η_P kanaldaki toplam sayımdır. Temel saymadaki (yani B 'deki) istatistiksel hata ise,

$$\sigma_B = \frac{\eta_P}{\eta_B} (B_u + B_L) \quad (2.19)$$

ifadesi ile verilir (Jenkins 1995).

Spektral temel saymanın tam olarak çıkarıldığı metotlarda sonuçlar üzerine istatistiksel bir dağılım olacaktır. Bu dağılım mevcut ölçümlerin standart sapmasının $N^{0.5}$ olacağı bir spektrum kanalı için beklenen N tane sayımın foton sayım istatistiğinden kaynaklanır. Spektrumun işlem sürecindeki her bir teknik (temel sayma çıkarımı ve üstüste gelme (overlap) düzeltilmesi) ham kanal sayımlarının farklı kombinasyonlarını kullanacaktır. Eğer benzer şartlar altında aynı noktadaki bir örnekten sağlanan bir spektrum serisini işlemek için iki farklı algoritma kullanılırsa, sonuçlardaki dalgalanmanın büyüklüğünün, ölçülen her bir eleman için ortalama sonuçlar aynı olsa bile, her bir algoritma için farklılıkların olması muhtemeldir.

Farklı spektrumlara teker teker bir algoritma uygulamak ve dağılmayı ölçmek yerine tek bir spektrumdaki her bir spektrum kanalından sağlanan standart sapma tahmin edilebilir. Böylece iki algoritma daha optimal bir yol ile standart sapma ile azaltılan ham spektral

verilerdeki kombinasyonlarını görmek için karşılaştırılabilir. Konsantrasyon değişimlerinden kaynaklanan sonuçlardaki farklılıkları belirlemek için, olası istatistiksel dağılımlar daha büyük olmalıdır. Eğer istatistiksel standart sapma daha küçük ise ölçüm daha hassas olduğu için küçük farklılıklar belirlenebilir.

Pratikte ışık hüzmesindeki dalgalanmalar ve diğer (enstrumental) değişkenler sonuçlardaki saçılmaları artırabilir. Ayrıca numune homojen değilse konsantrasyondaki farklılıklar istatistiksel dağılım veya enstrumental değişkenlerden dolayı yanlış yorumlanabilir. Böylece tahmin edilen istatistiksel standart sapma daima bir sonuç setinde gözlemlenen standart sapmaya eşit veya küçüktür. Böylece en iyi ihtimalle hassasiyet belirlenebilir (Statham 1995).

2.7. Dedekte Edilebilir En Küçük Miktar

Dedeksiyon sınırındaki konsantrasyon (C_{DL}) olarak da adlandırılır. Dedeksiyon limiti kavramı tüm spektroskopik teknikler için önemlidir. Belli bir sayma zamanı için temel sayma (background) şiddetinin karekökünün üç misline eşit net çizgi şiddeti veren analit miktarına veya istatistiksel olarak temel sayma şiddetinin standart sayma hatasının üç katına eşit net şiddeti veren analit miktarına dedekte edilebilir en küçük miktar denir. Buradaki miktar sonsuz kalın numuneler için konsantrasyon (% mg/ml, vs.), sonsuz kalından daha ince numuneler için yoğunluk (mg/cm^2) ve çok küçük (ince) numuneler için kütle (μg) anlamında kullanılır (Şahin ve Demir 2013).

Bu gibi analizler iz ya da eser (trace) analiz olarak adlandırılır. Bu analizler için net sayım alanları küçük olup genellikle peak/temel sayma (peak-to-background) oranları da küçüktür. Bunun anlamı iz analizlerinde baskın olan hata sayma istatistiğinden kaynaklanmaktadır. Peak/temel sayma oranları küçük olduğu için temel sayma katkılarının doğru bir şekilde çıkarımı ölçüm için önemli hale gelmektedir (Jenkins 1995). Ölçülen sayım ile konsantrasyon arasında lineer bir ilişki vardır (Şekil 2.11). Düz bir kalibrasyon çizgisi için eşitliğin genel gösterimi,

$$Y = mX + b \quad (2.20)$$

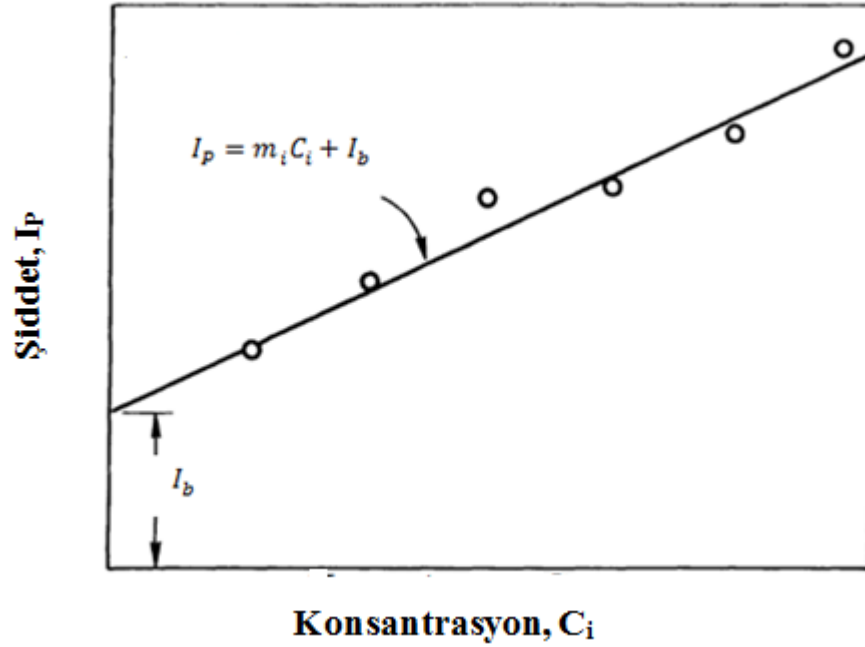
şeklinde olup, X 'i C_i konsantrasyonu ile Y 'yi I_p peak şiddeti ile ve b 'yi I_b ve Y ekseninde kalibrasyon kesişmesiyle değiştirirsek,

$$I_p = m_i C_i + I_b \quad (2.21)$$

ifadesi elde edilir. m_i eğimi ise,

$$m_i = \frac{I_p - I_b}{C_i} \quad (2.22)$$

olur. C_i , % veya ppm olarak i analitinin konsantrasyonudur (Rousseau 2001).



Şekil 2.11. Matrisdeki iz element için lineer kalibrasyon eğrisi (Jenkins 1995).

Matematiksel olarak IUPAC'ın kabul ettiği dedeksiyon limiti (C_{DL}) (Şahin ve Demir 2013),

$$C_{DL} = \frac{(I_L - \bar{I}_B)}{m} \quad (2.23)$$

ifadesi ile verilmektedir. Burada I_B konsantrasyonun sıfır olduğu durumdaki temel sayma, I_L ise net çizgi sayımıdır. T zaman aralığında I ortalama sayımı alınmışsa, yayımlanan fotonların sayımları için sırasıyla standart sapma (σ_I) ve bağıl standart sapma (ε_I), sırasıyla

$$\sigma_I = \sqrt{I} \quad (2.24)$$

ve

$$\varepsilon_I = \frac{\sqrt{I}}{I} = \frac{1}{\sqrt{I}} \quad (2.25)$$

ifadeleri ile verilir. Bu ifadelerle göre dedeksiyon limiti,

$$C_{DL} = \frac{k\varepsilon_I I_B}{m} \quad (2.26)$$

şeklinde de ifade edilebilir. Burada k güvenilirlik seviyesi (confidence limit) olup, $k = 3$ olarak alınırsa IUPAC'a göre C_{DL} 'nin güvenilirliği %99,86 olmaktadır. $T_B = 100$ s olarak alınarak C_{DL} standart bir şekilde verilir. Dedeksiyon limiti (C_{DL}) için kesin bir liste verilmesi söz konusu olamaz; çünkü C_{DL} matris kompozisyonuna bağlı olarak değişir. Sayma zamanı 100 s olarak belirlenerek $T_p = T_B = 50$ s alınırsa $\sigma_I = (I_B/T_B)^{1/2}$ olacağı için minimum dedekte edilebilir miktar $3(I_B/T_B)^{1/2}$ olur. Şiddetin konsantrasyona karşı çizildiği kalibrasyon eğrisinin eğimini (%1 analit başına düşen sayma/s) işe dahil edersek minimum dedekte edilebilir miktar,

$$C_{DL} = (3/m)(I_B/T_B)^{1/2} \quad (2.27)$$

şeklini alır. Bu ifadenin çok küçük olması m 'nin büyüklüğüne ve temel saymanın küçük olmasına bağlıdır (Şahin ve Demir 2013).

Tiwiari *et al.* (2005) dedeksiyon limiti için (2.28) ifadesini kullanmışlardır:

$$C_{DL} = \frac{3\sqrt{I_B}}{\left(I_A/C_A\right)} \quad (2.28)$$

Burada I_B temel sayma (background) şiddeti, I_A net peak alan şiddeti, C_A analitin kütle konsantrasyonu C_{DL} ise analitin dedekte edilebilir minimum konsantrasyonudur. Bu ifadeye göre dedeksiyon limiti temel sayma şiddeti ve birim kütle başına düşen net alan şiddetine bağlı olarak değişim gösterir. (Karjou 2007) dedeksiyon limitini,

$$DL = 3/S(N_B/t)^{\frac{1}{2}} \quad (2.29)$$

şeklinde tanımlanmıştır. Burada DL dedeksiyon limiti (kütle veya konsantrasyon biriminde), S hassasiyet (kütle başına saniyedeki net peak sayımı veya konsantrasyon birimi), N_B ise birim saniye başına (cps) ilgili peak'in altında kalan temel sayma şiddeti, t ise sayma zamanı olarak verilmiştir. N_B değerinin azalması dedeksiyon limitini iyileştirir.

Peak/temel sayma oranının anlatıldığı temel sayma çıkarımı bölümünde kullanılan ifadelerle göre (Jenkins 1995), Gedcke (2002) tarafından dedeksiyon limiti,

$$C_{DL} = \frac{3.29C \sqrt{\left(1 + \frac{\eta_P}{\eta_B}\right)}}{\sqrt{\left(\frac{P}{B}\right) \left(\frac{P}{t}\right) t}} \quad (2.30)$$

Şeklinde tanımlanır. Burada C numune konsantrasyonu, t ise sayma zamanıdır. Dedeksiyon limiti peak'in temel saymaya oranına $\left(\frac{P}{B}\right)$, birim saniye başına düşen net peak sayımına $\left(\frac{P}{t}\right)$ ve sayma zamanına (t) bağlıdır.

2.8. Kullanışlılık Şekli (Figure of Merit)

Kullanışlılık şekli, doğrulaştırma tekniği veya başarımlı ölçütü olarak da adlandırılır. Kullanışlılık şekli farklı araştırmacılar tarafından değişik şekillerde tanımlanmıştır. Peak'in temel saymaya oranı (I_P/I_B) veya peak'in temel saymaya oranının analit çizgi şiddetiyle çarpımı, cihazın ölçüm şartlarının belirlenmesini sağlar ki buna genellikle kullanışlılık şekli denir. Mesela şiddetin konsantrasyona karşı çizildiği kalibrasyon eğrisinden bulunan eğim (m) kullanılarak

$$\text{Kullanışlılık şekli} = \frac{m}{\sqrt{I_B}} \quad (2.31)$$

ifadesi ile verilebilir. Ya da,

$$P_B = I_B/I_{\%1} \quad (2.32)$$

olarak gösterilir. (2.32) ifadesine göre yüzde olarak temel sayma hesaplanarak buradan kullanışlılık şekli ifadesi elde edilir. I_B analit çizgisindeki temel sayma ve $I_{\%1}$ analit başına düşen net şiddettir.

Kullanışlılık şekli sadece çalışma şartlarını oluşturmada değil, aynı şartlar altındaki farklı ölçme aletlerinin şiddet ölçümlerinin ve aynı aletin farklı şartlardaki ölçümlerinin değerlendirilmesinde de kullanılır (Şahin ve Demir 2013). Kullanışlılık şekli analitik bir tekniğin veya deneysel bir enstrümandan elde edilen ölçümlerin değerlendirilmesi için kullanılan bir nicelik olup kullanılan enstrümental metodun analitik problemin çözümüne uygunluğunun da bir ölçüsüdür. Analitik bir problemin çözümünde veya uygun bir deneysel yöntemin seçilmesinde kullanışlılık şekli olarak birçok farklı fiziksel tanımlama kullanılabilir. Tamlık (accuracy), duyarlılık (precision), mutlak hata (ölçülen değer-gerçek değer), göz önüne alınan numune konsantrasyonu üzerindeki küçük değişikliklerin ölçme sistemi üzerinden algılanabilir olması gibi bir nevi farklı özellikler kullanışlılık şeklinin genel tanımlaması içine girmektedir.

Redus *et al.* (2012) EDXRF için spektrometre konfigürasyonlarının performansını optimize etmeyi kullanışlılık şekli ölçeği ile önermektedirler. Bunlara göre kullanışlılık şekli (FOM) farklı sinyal ve temel sayma şartları için deneysel şartların iyileştirilmesinde kullanılabilir. Fe-55 kaynağından çıkan Mn'nin $K\alpha$ çizgilerinin 5,9 keV enerjili peak için rezolüsyon ölçülerek (FOM) belirlenmiştir. Spektrometrik sistemlerle çalışırken kullanıcı, bütün şartların en iyisine ulaşamayabilir ve amacına uygun olarak iyi olmasını istediği özellikler arasında tercih yapmak durumunda kalabilir. Örneğin enerji rezolüsyonu, fotopik sayımı, sayma zamanı vs. arasında bir tercih yapmak gerekebilir. İyi bir enerji rezolüsyonu ile üst üste binen fotopiklerin ayrılması ve sinyal/temel sayma oranı geliştirilebilir. Ancak fotopikteki artan sayım oranı da istenen bir durumdur. Bir elementin konsantrasyonu fotopikteki sayım sayısı ile ortaya çıkarılır. Aynı zamanda bir spektrometre kısa ve uzun şekillendirme zamanları (shaping time) için konfigüre edilebilir.

Kısa şekillendirme zamanı yüksek sayım oranı sağlarken artan gürültüden dolayı zayıf bir enerji çözünürlüğü vermektedir. Uzun bir şekillendirme zamanı ise iyi bir enerji rezolüsyonuna ancak az miktarda sayıma karşılık gelir. Sayma süresi de birçok yönden değerlendirilebilir. Bunların arasında yapılacak tercihte dedektör tipi önemli etmenlerden biridir. Bu durumda (FOM), spektrometrenin sayım oranı ve enerji

rezolüsyonu ile doğrudan ilişkilirken dedektör alanı, dedektör kalınlığı, sinyal işleme zamanı, kaynağın şiddeti ve diğer konvansiyonel spektrometre şartları ile dolaylı olarak ilişkilidir.

2.9. Dış Kaynaklı Mekanik Gürültü ve Etkileri

Ses, titreşen bir cismin çevresindeki ortamı aynı frekansta titreştirerek ve ortama göre boyuna veya enine ilerleyerek işitme duyusu (20Hz-20kHz) ve aygıtlarını (20kHz $\approx$ 500 MHz) uyarabilen akustik dalgalar olarak tanımlanır (Avundukluoğlu ve Turhan 2007). Sesi oluşturan mekanik titreşimlerin atmosferde yaydığı basınç sesin şiddetini belirler. Ses şiddet birimi desibel (dB) olarak adlandırılır. Desibel değişik ses şiddetlerini karşılaştırmak için kullanılan, logaritmik esasa dayanan bir birimdir. İnsan kulağı, aynı şiddette fakat frekansları değişik olan sesleri aynı şiddetle algılayamaz. Yüksek frekanslı sesler daha şiddetli, düşük frekanslı sesler ise daha az şiddetli olarak algılanır. Bu yüzden gürültünün insan kulağına olan etkisi değerlendirilirken frekansa göre tanımlanmış olan dBA birimi kullanılmaktadır (Ergin 2007).

İstenmeyen, rahatsız edici, hoşla gitmeyen sesler gürültü olarak nitelendirilir. Gürültü öznel bir kavram olup bir sesin gürültü olarak kabul edilip edilmemesi kişiye göre değişmektedir. Ancak endüstriyel gürültü kişinin görüşüne bağlı olmadan her koşulda gürültü olarak değerlendirilir. Gürültü karakterine göre bazı kategorilere ayrılır:

- Sürekli: Belirli bir şiddette, fazla miktarda azalma ve çoğalma olmadan hiç kesilmeden sürekli olarak devam eden seslerdir.
- Dalgalı: Şiddeti zaman zaman azalan veya çoğalan seslerdir.
- Aralıklı: Zaman zaman kesilip daha sonra yeniden başlayan seslerdir.
- Basınçlı: Ses ile birlikte basınç etkisi de gösterebilen seslerdir.
- Kırılan: Genellikle metallerin birbirine çarpmasıyla meydana gelen sonrasında eko oluşturan seslerdir (İlmezli 2011).

Bu gürültü kategorilerinin yapmış olduğu etkiler, gürültüye maruz kalma süresi, gürültünün şiddeti veya frekansına göre değişiklik göstermektedir. Gürültünün insan sağlığı üzerine etkileri işitsel ve işitsel olmayan olarak sınıflandırılabilir. İşitsel olan etkilerin başında akustik travma, geçici veya kalıcı duyma kayıpları yer alırken, işitsel olmayan etkiler arasında psikolojik etkiler, kardiyovasküler etkiler, uyku düzeninin bozulmasına yönelik etkiler, günlük hayata dair mental ve performans etkileri sayılabilir. Çizelge 2.3'de gürültünün etkileme derecesine göre sağlık üzerine yaptığı etkiler verilmektedir.

Gürültü seviyesinin ölçülmesinde ses seviye ölçme cihazları (Sound Pressure Level, SPL) kullanılmaktadır. Bu cihazlarda ses seviyesinin ölçümü dB üzerinden yapılmaktadır. Bununla beraber gürültünün insan üzerine belirli zaman aralıklarındaki etkisini ölçmek için "dosimeter" olarak bilinen cihazlar kullanılmaktadır. Bu cihazlar etkili olabilecek gürültüyü baz alıp, ortamda var olan gürültüyü süre ve şiddet değerine göre yüzde olarak oranlar.

Çizelge 2.3. Gürültü derecesi, etkilenme aralığı ve sağlık üzerine etkileri.

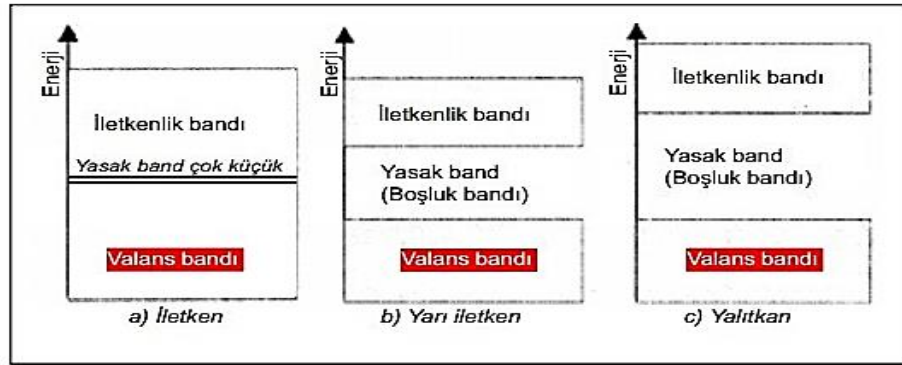
Gürültü Derecesi	Etkilenme Aralığı (dBA)	Sağlık Üzerine Etkileri
1. Derece Gürültüler	30-65	Öfke, uyku düzensizliği, konsantrasyon bozukluğu, tedirginlik, sıkılma duygusu.
2. Derece Gürültüler	65-90	Kan basıncı artışı, solunum hızlanması, beyin sıvısındaki basıncın azalması, ani refleksler.
3. Derece Gürültüler	90-120	Fizyolojik reaksiyonlar, dolaşım bozuklukları, , baş ağrıları, mide bulantısı.
4. Derece Gürültüler	120-140	İç kulakta devamlı hasar, dengenin bozulması.
5. Derece Gürültüler	>140	Ciddi beyin tahribatı, kulak zarının patlaması

3. MATERYAL ve YÖNTEM

3.1. Yarıiletken Dedektörlerin Yapısı

Teknolojinin gelişip hızla ilerlemesi ile birlikte elektromanyetik radyasyonun etkisini ve şiddetini sayısal olarak ölçülebilir niceliklere çevirerek değerlendiren dedektörler için dikkat çekici ilerlemeler kaydedilmiştir. Dedektörler bilimsel çalışmalarda ilk olarak kullanıldığında sadece elektromanyetik radyasyonun varlığını algılayabilirken, günümüzde artık tüm dalga boylarında gelen her fotonu algılayıp tek tek sayarak kaydedip işlenmesine olanak sağlayan, ayırma gücü yüksek ve oldukça kararlı ideale yakın parametrelere sahip dedektörler kullanılmaktadır. X-ışını ve gama ışınlarının tayininde tüm bu genel özellikleri bünyesinde bulunduran yarıiletken (katıhal) dedektörler (sayaçlar) sıklıkla tercih edilmektedir.

Bilindiği üzere elektriksel iletkenliklerine göre maddeler iletkenler, yalıtkanlar ve yarıiletkenler olmak üzere üç sınıfta incelenmektedir. Elektriksel açıdan meydana gelen bu farklılıklar Fermi-Dirac durum yoğunluğuna göre enerji bant teorisi ile açıklanmaktadır. Elektronların bulunduğu temel seviye bandı valans bandı, valans bandının hemen üzerindeki izinli enerji bantları ise iletkenlik bandı ve iletkenlik bandının taban seviyesi ile valans bandının tepesi arasındaki enerji aralığı yasak bant (boşluk bandı) olarak adlandırılmaktadır. Valans, iletkenlik ve yasak bant seviyelerinin durumu dikkate alınarak maddelerin elektriksel özelliklerine göre sıralanması Şekil (3.1)'de şematik olarak gösterilmiştir.



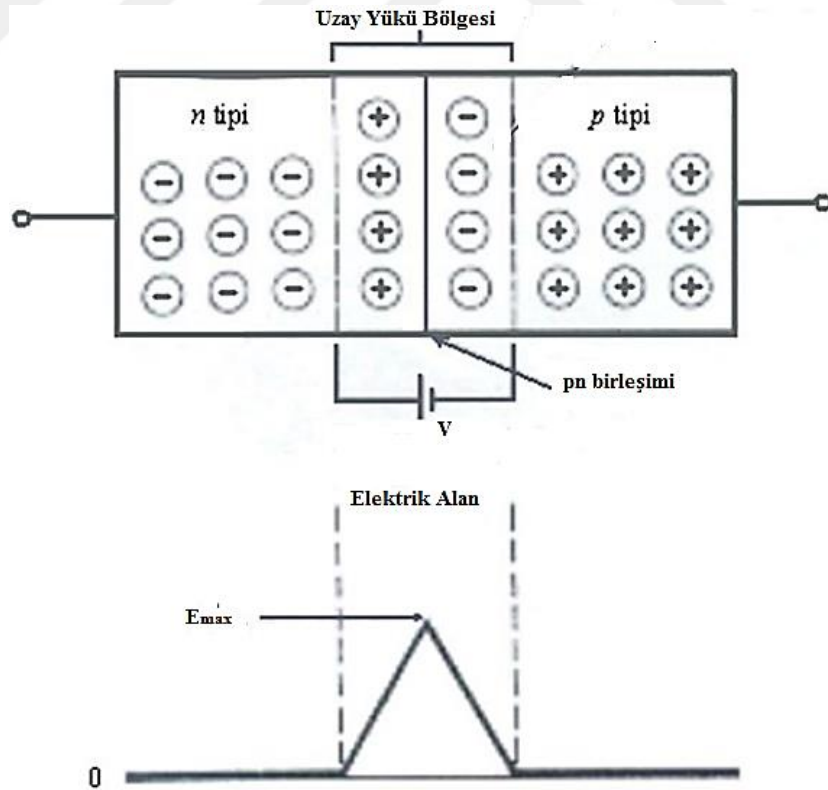
Şekil 3. 1. İletken, yarıiletken ve yalıtkan özellikteki maddelerin bant yapıları.

İletkenlerde valans ve iletkenlik bantları birbirine olabildiğince yakın yani iç içe geçmiş pozisyonudadır. Bu sayede elektronlar istedikleri gibi hareket ederek iletkenliği sağlayabilmektedir. Yalıtkanlarda ise genişliği enerji olarak ifade edilebilen yasak bant seviyesi oldukça yüksek olup elektronlar valans bandından iletkenlik bandına kolayca geçemezler. Yarıiletkenlerde ise yasak bant aralığı çok yüksek olmayıp elektronlar tarafından geçilebilir durumdadır. Saf bir yarıiletken adından da anlaşılacağı üzere ne tam bir iletken ne de tam bir yalıtkandır. Bu yüzden saf yarıiletken malzemeye belirli konsantrasyonlarda katkılama yapılarak iletkenlik özelliği yani yük taşıyıcıları olarak bilinen elektron ve hollerin sayıları değiştirilebilir. Örneğin katkılama işlemi ile valans bandında bulunan hollerin sayısı, iletkenlik bandında bulunan elektronların sayısından fazla olursa yarıiletken p-tipi olarak, yine katkılama işlemi ile iletkenlik bandında bulunan akım taşıyıcı elektronların sayısı artırılırsa yarıiletken n-tipi olarak adlandırılır. Yarıiletken bir dedektörde p-tipi ve n-tipi malzemeler birlikte kullanılmaktadır.

p-tipi ve n-tipi yarıiletken bir araya gelerek pn birleşimini (junction) oluşturmaktadır. Bu birleşime doğru gerilim uygulandığında n-tipi yarıiletkendeki çoğunluk akım taşıyıcıları olan elektronlar ile p-tipi yarıiletkendeki çoğunluk akım taşıyıcısı olan holler (boşluk) pn birleşimin olduğu bölgeye doğru hareket ederler. Bu bölge uzay yükü bölgesi, deplasyon katmanı gibi farklı isimler almaktadır. Uzay yükü bölgesinde elektronlar ve holler belirli bir denge durumuna kadar birbirlerini yok ederler. Denge durumunda n-tipi bölgeye yakın olan kısımda holler, p-tipi bölgeye yakın olan kısımda

ise elektronlar bulunur. Böylece uzay yükü bölgesinde bir elektrik alan oluşur. Şekil 3.2'de pn birleşimi ve uzay yükü bölgesi gösterilmiştir.

Herhangi bir gerilim uygulamadan da bir dedektör yapmak mümkün olsa da bu durumda gelen radyasyonun etkisiyle oluşan elektron-hol çiftleri, meydana gelen elektrik alanın küçük olmasından dolayı kolaylıkla tuzaklanabilirler. Böyle bir durumda ise verimi düşük bir dedektör elde edilmiş olur. Eğer dedektöre ters (kesim) yönde bir kutuplama uygulanarak geri besleme yapılırsa, dedektördeki elektrik alan ve uzay yükü bölgesi genişler. Gelen radyasyon uzay yükü bölgesi ile etkileşirse bir elektron-hol çifti meydana getirir. Böylece dedektör çıkışında bir puls oluşur. Yani uzay yükü bölgesi ne kadar geniş olursa gelen radyasyonu ölçme olasılığı o kadar artar. Bu yüzden günümüzde artık uzay yükü bölgesini geniş tutmak amacıyla yüksek saflıkta ve farklı geometrik yapılarda dedektörler üretilmektedir (Baykal 2007).



Şekil 3.2. Yarıiletken bir dedektör için pn birleşimi ve uzay yükü bölge.

Yarıiletken dedektörlerde sıklıkla germanyum (Ge) ve silisyum (Si) gibi yarıiletken malzemeler tercih edilmektedir. İdeal bir yarıiletken dedektörün yapımında kullanılan malzemeler genel olarak şu özellikleri bünyesinde bulundurmalıdır: i) Olabildiğince büyük bir soğurma katsayısına yani yüksek atom sayısına sahip olmalıdır. ii) İyi bir elektron-hol akışı sağlayarak birim enerji başına çok sayıda elektron-boşluk çifti üretebilmelidir. iii) Yüksek saflığa sahip tek kristal özelliğinde olmalıdır (Karabıdak 2010).

3.2. Yüksek Saflığa Sahip Germanyum (HPGe) Dedektörler

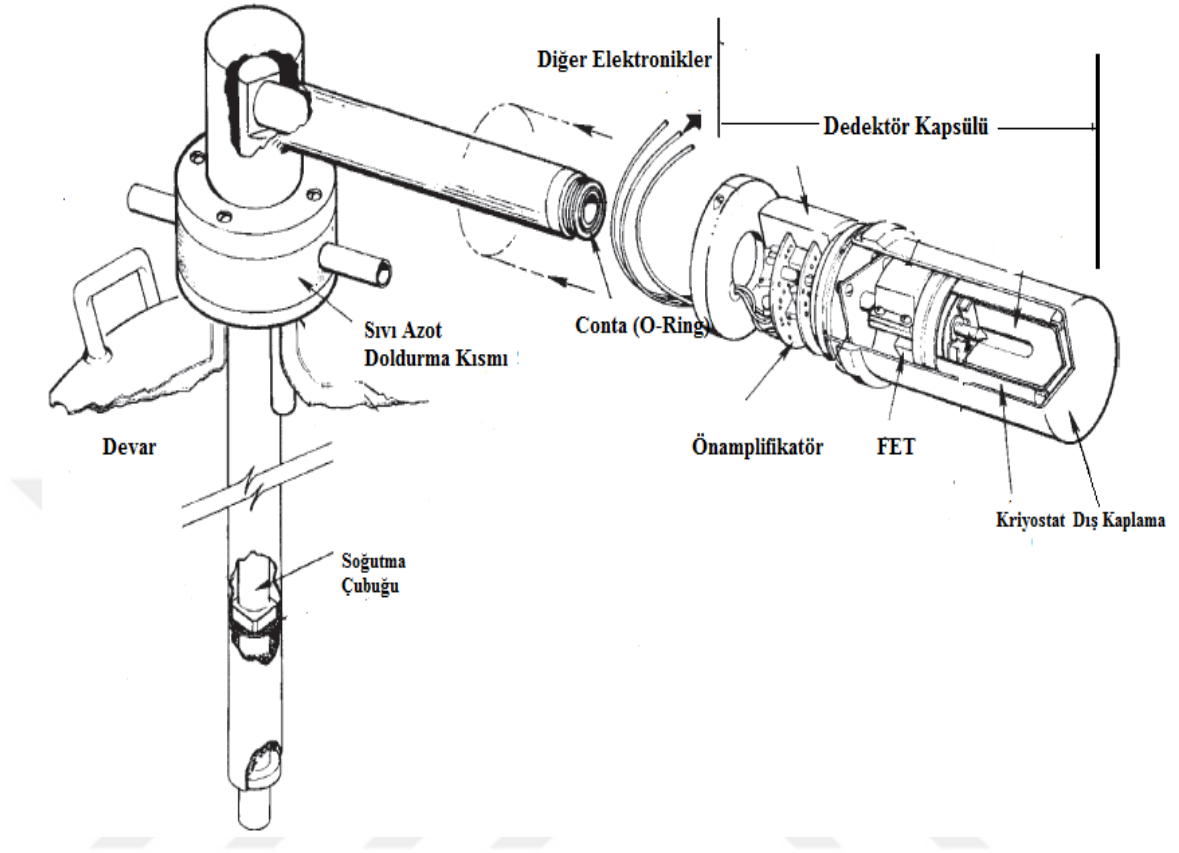
Gelen radyasyonun hassas bir şekilde ölçülebilmesi için kullanılan yarıiletken dedektörün uzay yükü bölgesinin olabildiğince geniş olması istenir. Yüksek saflığa sahip germanyum dedektörler bu ihtiyaca cevap verebilmek amacıyla tasarlanmıştır. Normal germanyum kristallerindeki safsızlık oranı $\approx 10^{13}$ atom/cm³ değerindeyken yüksek saflığa sahip germanyum dedektörlerinde bu oran $\approx 10^{10}$ atom/cm³ değerindedir (Baykal 2007). Böyle bir kristal için uzay yükü bölgesinin genişliği, besleme voltajının 1000 V değerinin altında olduğu durumlarda, 10 mm civarındadır. Gama ve x-ışını spektrometrelerinde büyük atom numarası ve yüksek ayırma gücü (rezolüsyon) gibi temel özellikleri nedeniyle HPGe dedektörleri sıklıkla tercih edilmektedir. HPGe dedektör sisteminin toplam ayırma gücü yük taşıyıcılarının sayısındaki doğal dalgalanmaya, yük toplama etkinliğinin değişimine ve elektronik gürültüye bağlıdır (Olçay 2007).

Yüksek saflığa sahip germanyum dedektörlerin çalışma prensibi şu şekilde özetlenebilir. Fotonlar yarıiletken dedektöre geldiğinde altın elektrot ve ölü tabakayı geçerek uzay yükü bölgesinde sayaç atomlarını uyararak + ve – iyon çiftleri oluştururlar. Bu işlem sırasında fotonlar enerjilerinin büyük bir kısmını fotoelektronlara aktarırlar. Bu fotoelektronlar enerjileri bitinceye kadar yolları üzerinde elektron-hol çiftleri oluştururlar. Sonuçta, dedektöre gelen foton enerjisi ile orantılı sayıda elektron-hol çifti oluşur. Uygulanan ters beslemin meydana getirdiği elektrik alan, elektron ve holleri elektrodalarda toplar. Ters beslem nedeniyle elektronlar n-tipi bölgedeki

elektroda, holler ise p-tipi bölgedeki elektroda doğru giderler. Sayaç maddesinin seçiminde elektron hol çifti veriminin büyük olması, yani elektron hol çifti başına düşen enerjinin küçük olması tercih edilir. Aynı fotonun meydana getirdiği + ve – yükler çeşitli etkileşmelerden sonra tekrar birleşebilirler ki bu olaya rekombinasyon denir. Yarıiletken dedektörlerde sayaç içi bir amplifikasyon olmadığından bu sayaçlarda alçak gürültü ve yüksek kazançlı ön amplifikatörlere ihtiyaç vardır. Bu iş için genellikle FET (Field-Effect-Transistör) kullanılmaktadır.

FET toplanan yükü akım pulslarına dönüştürmektedir. Dedektör elementi ve dedektör kapasitansındaki sızıntı akımı sistemin gürültüsüne ve rezolüsyonun düşmesine neden olur. Sızıntı akımından kaynaklanan gürültü sıvı azot sıcaklığında (-196 °C) çoğu işler için ihmal edilebilecek kadar küçük olmaktadır. Mikrofonik gürültü üretilmesi de rezolüsyon genişlemesinin (bozulmasının) önemli bir kaynağıdır. FET'in sıvı azot sıcaklığında ve dedektöre yakın tutulması mikrofonikleri azaltmaktadır. Dedektörün sıvı azot içerisinde tutulması, katı materyal içindeki termal olarak uyarılmış taşıyıcılardan kaynaklanan elektriksel gürültüyü de minimuma indirir.

HPGe dedektörlerde ortam ile dedektör kristali arasındaki termal alışverişin minimize edilmesi amacıyla Ge kristali kriyostat olarak adlandırılan vakumlu bir kapsül içinde tutulmaktadır. Kriyostat Ge kristalini sabitler ve dış etkilere karşı korur. Kriyostata doğru giden soğuk çubuk (cold finger) yardımıyla soğutma işlemi yapılmaktadır. Bununla birlikte HPGe dedektörlerinin en dikkat çekici avantajlarından biri, kullanılmadığı zaman oda sıcaklığında muhafaza edilebilir olmasıdır (Arıcı 2012). Şekil 3.3'de HPGe dedektörü meydana getiren ana bileşenlerden bazıları ve soğutma sistemi gösterilmiştir.



Şekil 3.3. HPGe dedektörü oluşturan bileşenlerden bazıları ve dedektör soğutma sistemi (Gilmore 2008).

HPGe dedektör, hassas hacminde soğurulan foton enerjisi ile orantılı olarak elektrik sinyali verir. Bu sinyal dedektöre yakın olan ön yükselticiye gelerek, ana yükselticiye gelip buralarda büyütüldükten sonra çok kanallı analizöre ulaşır. Sistemdeki elektronik gürültü, yük taşıyıcılardaki istatistiksel dalgalanma ve dedektördeki tamamlanmamış yük toplanmaları ve bazı diğer etkilerden dolayı spektrumda çizgi genişlemeleri olur. Temel sayma (background) spektrumun alt bölgesinde yer alır. Spektrumdaki temel saymanın çoğu, fotonların çoklu compton saçılmalarından, tamamlanmamış yük toplanmalarından, çevre radyasyonundan ve dedektörü çevreleyen materyallerden kaynaklanır. Bunlara ilaveten, temel saymaya az da olsa foton kaçaklarının ve pile-up'ların katkı sağladığı da bilinmektedir.

HPGe dedektörler genellikle ince berilyum pencerelidirler. Düşük enerjilerde dedektör verimi, dedektörün dik kesit alanı ve pencere kalınlığının bir fonksiyonudur. Yüksek enerjilerde ise verim, dedektörün aktif hacmi ile ilişkilidir (Turşucu 2012). HPGe dedektörlerle elde edilen bir spektrumun kalitesini etkileyen faktörler şunlardır (Eroğlu 2011):

- Fiziksel ayarlar,
- Deney geometrisi,
- Dedektör kristalinin özellikleri,
- Numunenin çeşitli özellikleri,
- Elektronik ayarlar,
- Sayma koşulları,
- Kaynağın ve numunenin istenmeyen radyasyonu.

Deneysel bir sistem tasarlanırken sıralanan bütün bu özellikler titizlikle incelenip, her birinin etkisi göz önüne alınmalıdır. Bütün yarıiletken dedektör sistemlerinde kabaca her zaman takip edilen sistematik düzen içerisinde algılama, sinyallere dönüştürülüp güçlendirme, biçimlendirme, dijitalize etme, depolama ve analiz etme gibi basamaklar bulunmaktadır. Bu işlem basamakları üzerinde sorunsuz bir şekilde ilerleyebilmek için kullanılan HPGe dedektörün elektroniği, karakteristikleri ve sayma sistemi üzerine olan etkileri iyi bilinmelidir.

3.3. HPGe Yarıiletken Dedektörün Elektroniği, Karakteristikleri ve Sayma Sistemi

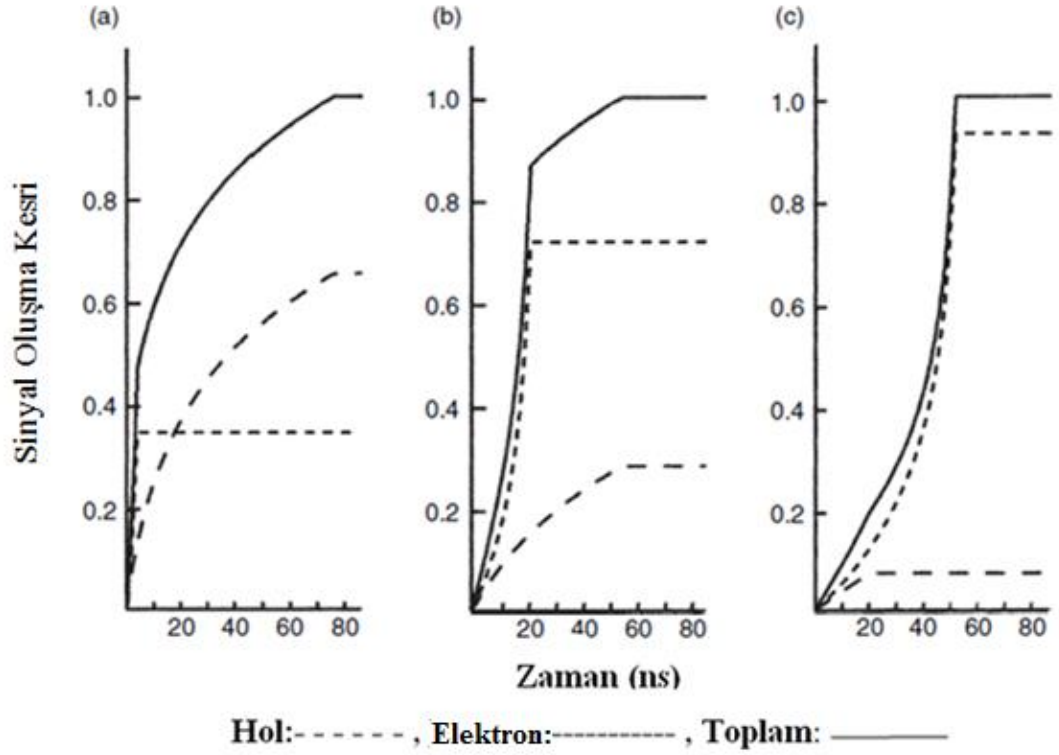
3.3.1. HPGe yarıiletken dedektörün elektroniği

X- ışını veya gama ışını spektrometreleri nükleer enstrümanlar ile birçok elektronik ekipmanın bir arada bulunduğu deneysel sistemlerdir. Bu sistemde bulunan her bir bileşenin, bünyesinde birçok detayı barındırdığı düşünülerek titizlikle incelenmesi gerekmektedir. Bu anlamda deneysel bir ölçme sisteminin en temel elemanı şüphesiz ki dedektörlerdir.

Radyasyon ile yarıiletken bir dedektörün etkileşimi, yaklaşık olarak pikosaniye ile (10^{-12}) tanımlanabilecek bir zaman aralığında vuku bulmaktadır. Ancak pratikte etkileşme sürecinin bir anda olduğu kabul edilmektedir. Etkileşme ile beraber dedektörün aktif hacmi üzerinde elektrik yükü oluşur. Bir elektrik sinyalinin oluşabilmesi için bu yüklerin uygulanan bir elektrik alan yardımıyla toplanması gerekmektedir. Yarıiletken bir dedektör için bu süre nanosaniye mertebesinde olup süre yük taşıyıcılarının hareketliliği (mobilitesi) ve alınan mesafe ile değişim göstermektedir (Olçay 2007).

Yük taşıyıcılarının toplanma zamanı ve dedektörün puls şekli deneysel düzeneğin puls işleme elektronığının tasarımında önemlidir. Bilhassa yarıiletken içinde vuku bulan tuzaklanmalar yüzünden artan yük toplama zamanı, sayma oranı (counting rate) üzerine önemli bir etkiye sahiptir. Şekil 3.4'de yarıiletken koaksiyel n-tipi germanyum bir dedektörde elektron ve hollerin ayrı ayrı elektriksel sinyal üzerine yaptıkları katkılar farklı noktalara (tam merkez, orta ve dış kısma yakın) olmak üzere değişen varış zamanları için gösterilmiştir (Gilmore 2008).

Dedektörler puls veya akım modunda çalışabilmektedir. Radyasyon enerjisinin ölçüldüğü dedektörlerde puls modu kullanılır. Puls modunda ölçme yapan deneysel bir sistemde dedektör ile etkileşen her radyasyon elemanı tek tek kaydedilir. Puls modu genellikle zamanlama ve genlik bilgilerini içeren uygulamalarda tercih edilmektedir. Radyasyon etkileşme hızlarının çok yüksek olduğu durumlarda akım modu kullanılmaktadır.



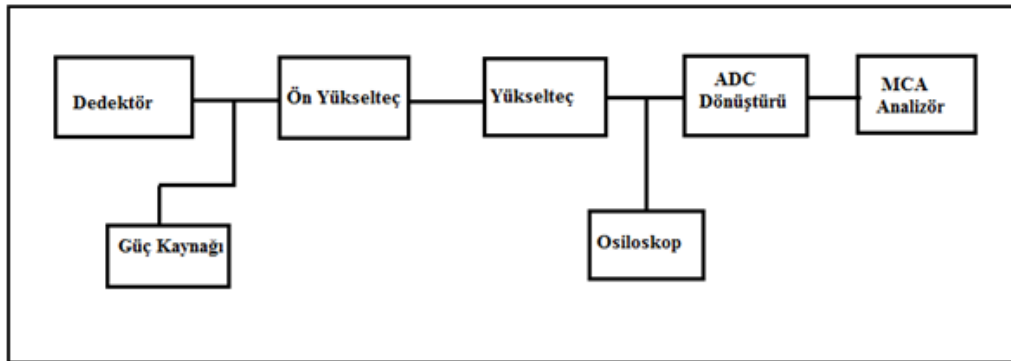
Şekil 3.4. Koaksiyel n-tipi germanyum dedektörün farklı bölgelerindeki etkileşmeler. (a) merkeze yakın, (b) orta bölgede, (c) dış kısma yakın etkileşmeler sonucu sinyal oluşma kesrinin zamana göre değişimi (Gilmore 2008).

Genel olarak bir dedektöre gelen bir ışın, dedektörün çıkış pulsu ile orantılı olarak değişen bir elektriksel yüke karşılık gelmektedir. Bu yüklerin işlenmesi, ölçülmesi ve depolanması deney düzeneğini meydana getiren elektronik sistemler tarafından gerçekleştirilmektedir. Radyasyon ölçümlerinde kullanılan elektronik sistemlerin çoğu, nükleer enstrüman modüllerinden (NIM) oluşmaktadır. Ticari olarak üretilen bu modüllerin elektriksel olarak değiştirilebilirliği güç kaynağı ile sınırlandırılır ve iç devre tasarımları korunur. Tek bir parça veya farklı kombinasyonlar halinde bir araya getirilerek üretilir (Tsoulfanidis 1995). Şekil 3.5'de bu tez çalışması için kullanılan NIM ünitesinin sırasıyla güç kaynağı, yükseltici ve analog dijital dönüştürücüden oluşan bir bölümü görülmektedir. Yarıiletken bir dedektörün kullanıldığı deneysel ölçme sistemi temel olarak; dedektör besleme güç kaynağı, ön yükseltici, yükseltici, dönüştürücü, analizör ve bilgisayardan meydana gelmektedir. Bu elektronik elemanların bir arada

kullanıldığı ve bu çalışmada faydalandığımız spektrometrenin bir kısmı Şekil 3.6'da verilmiştir.



Şekil 3.5. Deney sisteminde kullanılan NIM ünitesinin bir bölümü.



Şekil 3.6. Bir spektrometreyi oluşturan her bir elemanın gösterimi.

3.3.1.a. Güç kaynağı (Power supply)

Dedektöre güç sağlayan, besleme ve yüksek gerilim güç kaynağı (HVPS) olarak bilinmektedir. Dedektörde meydana gelen yükleri toplamak için dedektöre bir ön gerilim uygulanmalıdır. Bu ön gerilim miktarı deney sisteminde kullanılan dedektöre ait kullanım bilgilerine göre ve hiçbir sistem bileşenine zarar vermeyecek şekilde belirlenmelidir. Yarıiletken dedektörlerde yeniden yük birleşmesini önlemek için negatif bir potansiyel (ters beslem) uygulanmalıdır.

Dedektör besleme kaynağı genel olarak bünyesinde, maksimum-minimum gerilim seviyesi ile polaritesini, geçiş geriliminde ya da sıcaklık değişimlerine bağlı uzun süreli ani değer değişimlerine karşı düzeltme yeteneği gibi özellikleri barındırmalıdır. Kullanılan yarıiletken dedektör çalıştığı sürece sabit bir gerilim altında çalışmalıdır. Bu yüzden dedektörü ani gerilim değişimlerinden korumak için, dedektör üzerine yüksek gerilim uygulanırken veya sistem üzerindeki yüksek gerilim değeri sonlandırılırken voltaj miktarındaki değişiklikler ani bir şekilde değil kademe kademe yapılmalıdır.

3.3.1.b. Ön yükselteç (Preamplifier)

Yarıiletken dedektörlerle meydana getirilen deneysel sistemlerde yüke duyarlı bir ön yükselteç kullanılmaktadır. Dedektörde oluşan yükler ön yükselteç tarafından toplanır. Ön yükselteç dedektör ve yükselteç arasında görev yapan bir ara yüz elektronik devresinden ibaret olup puls yüksekliğinde bir değişiklik yapmaz (Gilmore 2008). Genellikle bir alan etkili transistör (FET) olan ön yükselticinin girişi dedektör ile birlikte elektronik gürültüyü azaltmak için sıvı azot sıcaklığında tutulur. Ön yükseltici, Dedektörden gelen yükü, voltaj pulsuna dönüştürür. Eğer fotonun bütün enerjisi dedektörde soğurulmuş ise, dedektörde toplanan yük miktarı ile ön yükselticiden çıkan pulsların yükseklikleri veya genlikleri fotonun enerjisiyle orantılı olmalıdır (Debertin Helmer 1988).

3.3.1.c. Yükselteç (Amplifier)

Bir yükseltici, ön yükselticinin çıkış puls genliklerini ayırt ederek, sayımları için uygun voltaj seviyelerine yükseltir. Yükseltici işlem yaparken, pulsların genliği ile fotonunun enerjisi arasındaki orantılı ilişkiyi korumaktadır. Kullanıcı, puls genişliğini belirleyen şekillendirme zamanı (shaping time) sabitinin seçimine dikkat etmelidir. Bir spektrumdaki peak'ler için en iyi rezolüsyon genellikle daha uzun zaman sabiti ile elde edilmektedir. Çünkü sistem daha uzun bir zaman üzerinden gürültünün ortalamasını alabilir. Bununla birlikte daha uzun zaman sabitleri yüklerin daha fazla rastgele toplanmasına sebep olabilmektedir (Debertin Helmer 1988).

En uygun şekilde tasarlanan bir deney düzeneği için kullanılan bir yükselticinin sahip olması gereken temel özellikler şu şekilde sıralanabilir: (I) Sinyali uygun şekilde büyütme, (II) Toplanan yükün en doğru şekilde ölçülebileceği yüksek sayım hızlarında puls şekillendirmesi yapma, (III) yüksek sayım hızlarındaki performansını koruyabilmek ve puls yığılması ile temel seviyenin korunabilmesi için aktif devreler içermelidir. Bir yükselticinin kazancı olabildiğince sabit olmalıdır. Ancak gerilim ve sıcaklık değişimleri ile cihaz bileşenlerinin zamanla eskimesi gibi etkenlerden dolayı kazanç değişebilmektedir (Olçay 2007).

3.3.1.d. Analog sayısal dönüştürücü (Analog digital converter-ADC)

Ön yükselticiden gelen pulslar yükselticide büyütülerek analog sayısal dönüştürücüye (ADC) gönderilir. ADC'nin görevi yükselticiden gelen analog pulsunu, onun genliği ile orantılı bir tam sayıya çevirmektir. Analog sayısal dönüştürücüde yapılan işlemlerden sonra bu pulslar çok kanallı analizöre gönderilerek enerjilerine karşılık gelen kanallarda sayılırlar. Bu sayımlar sonucu dedektörün rezolüsyonuna bağlı olarak aynı enerjili veya enerjileri birbirine yakın olan sayımlar bir araya gelerek bir peak meydana getirirler. Bu peak'ler bir araya geldiğinde ise enerjiye veya dalga boyuna karşı oluşan şiddet desenleri olarak adlandırılan spektrumlar elde edilir.

3.3.1.e. Çok kanallı analizör (Multi channel analyzer-MCA)

Çok kanallı analizör, pulsların dönüştürüldüğü sayıları ilgili kanallara yerleştirerek bilgisayara kaydedilmesini sağlar. Her bir kanal depolamak için kullanılan bir kutu gibi olup, spektrumda kalibrasyon işlemi, ile belirlenen bir enerji aralığına düşen pulsları saymaktadır. Kalibrasyon işlemi ölçü almaya başlamadan önce standart kaynaklar ve uygun enerjili elementlerin karakteristik peak'leri kullanılarak yapılmaktadır. Kısaca, çok kanallı analizör ile verilerin saklanması, analizi ve çıktı halinde verilebilmesi sağlanmaktadır.

3.3.2. HPGe yarıiletken dedektörün karakteristikleri

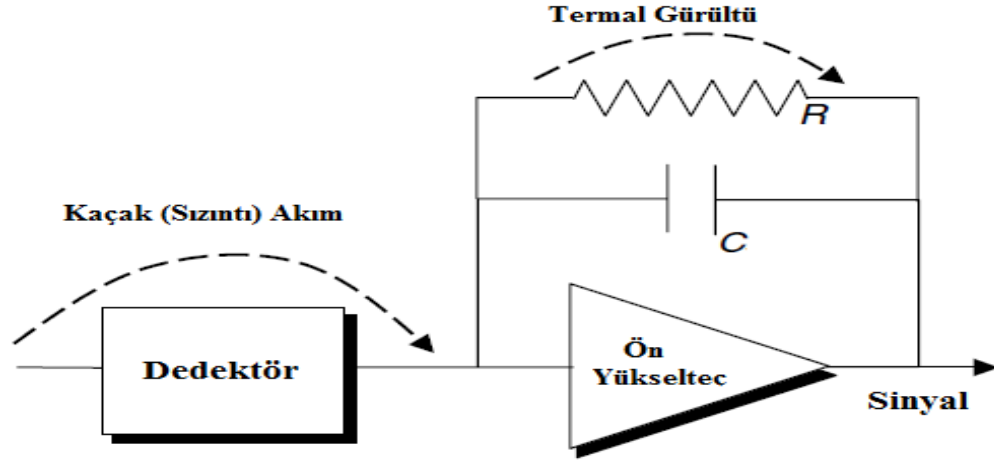
3.3.2.a. Sızıntı (kaçak) akım (Leakage current)

Ortamda herhangi bir radyasyon olmasa bile yarıiletken yapılı bir dedektöre çalışma gerilimi uygulandığında birkaç mikroamper şiddetinde olan bir sızıntı (kaçak) akım gözlemlenebilir. Bu sızıntı akımın kaynağı dedektör gövdesi veya yüzeyinden meydana gelebilir. Yarıiletken dedektörlerde deplasyon bölgesi boyunca uygulanan elektrik alanın yönü ile deplasyon bölgesinin kenarlarına doğru hareket eden p-tipi ve n-tipi yarıiletkenlerdeki çoğunluk akım taşıyıcıları pn birleşiminin olduğu bölgeden uzağa doğru itilmektedir. Bu durumda azınlık akım taşıyıcıları pn birleşimi boyunca iletkenliğe sebep olmaktadır. Böylece düşük seviyelerde kaçak akım oluşur. Ayrıca HPGe dedektörlerin dar bir bant aralığına sahip olmasından dolayı deplasyon bölgesinde termal olarak meydana gelen elektron-boşluk çiftlerinin sayısı yine sızıntı akımına sebep olmaktadır. Bu durum dedektörün sıvı azot sıcaklığında tutulması ile önlenebilmektedir. Dedektör yüzeyinden dolayı oluşan sızıntı akımının değeri dedektör kapsülüne, ortamın nemine, vakum yağına ve dedektör yüzeyindeki kirliliğe bağlıdır (Olçay 2007). Bu şekilde meydana gelen sızıntı akımı, dedektörün enerji rezolüsyonu, puls yükselme zamanı ve diğer özelliklerini olumsuz yönde etkilemektedir.

3.3.2.b. Dedektör gürültüsü

Gürültü kavramı sadece x-ışını veya gama spektrometrelerini meydana getiren her bir eleman için değil, bütün elektronik sistemler için söz konusu olup; en genel haliyle sistem üzerindeki istenmeyen dalgalanmalar olarak ifade edilebilir. Bütün elektronik sistemlerde çeşitli sebeplerden dolayı gürültü ile karşılaşılır. Bir bütün olarak spektrometrede gürültü kaynaklarının (dedektör, FET, sızıntı akımı, mikrofonikler) etkilerini birbirinden tam olarak ayırmak mümkün değildir. EDXRF spektrometrelerde temel saymayı (background) oluşturan sebepler arasında zaten elektroniksel gürültünün etkisinden daha önce bahsedilmişti. Ancak bu kısımda spektrometrede bulunan her bir elektroniksel elemanın detaylıca yapısal özellikleri detaylıca verildiği için bu etkinin varlığı daha da anlam kazanmaktadır.

Dedektörle beraber bir spektrometreyi oluşturan elektroniksel elemanlara bağlı olarak meydana gelen gürültüler en genel haliyle paralel, seri, flicker (titreşim) ve mekaniksel gürültüler olarak gruplanır. Paralel gürültü, dedektöre paralel bir şekilde bağlanan ön yükselticinin giriş devresine gelen akım ile ilgili olup kapasitör (C) üzerinden devreye entegre olmaktadır (Gilmore 2008). Ön yükselteçlerde bulunan fotodiyotlar yardımıyla yükler tarafından sinyaller oluşturulup kapasitör üzerinde toplanarak geri beslemeli direnç üzerinden deşarj olmaktadır. Dedektörde meydana gelen kaçak (sızıntı) akım da paralel gürültü kaynağı olarak bilinmektedir. Şekil 3.7'de dedektör üzerinde oluşan kaçak (sızıntı) akımı, kapasitör (C), geri besleme direnci (R) ile direnç üzerinde oluşan termal gürültü gösterilmiştir.



Şekil 3.7. Dedektör ve ön yükseltici üzerine paralel gürültü etkisi (Gilmore 2008).

Paralel gürültünün doğasındaki belirsizlikleri ve bunların önemi (3.1) eşitliği ile verilen ifadeyi oluşturan her bir terim ile ilişkilendirilebilir.

$$(\omega_{paralel})^2 \propto (I_D + \frac{2kT}{R}) \times T_s \quad (3.1)$$

Eşitlik 3.1'de I_D toplam dedektör akımı (sinyal+gürültü), T geri besleme direncinin sıcaklığı, T_s ise şekillendirme zamanı (shaping time) sabitidir. Bu ifadeye göre paralel gürültüyü minimize etmek için şunlara dikkat etmek gerekmektedir. Öncelikle i) Toplam dedektör akımı (I_D) küçük olmalıdır. ii) Özellikle uzun şekillendirme zamanının (T_s) kullanıldığı yüksek sayma oranlarında paralel gürültü artmaktadır. Yük toplama miktarı göz önüne alınarak yükseltici üzerinde kısa şekillendirme zaman (T_s) değerleri tercih edilmelidir. iii) R geri besleme direncinin olabildiğince sıcaktan korunması (ön yükseltici girişinin sıvı azot sıcaklığında muhafaza edilmesi) gerekmektedir. iv) Ayrıca, geri besleme direncinin değeri olabildiğince büyük olmalıdır.

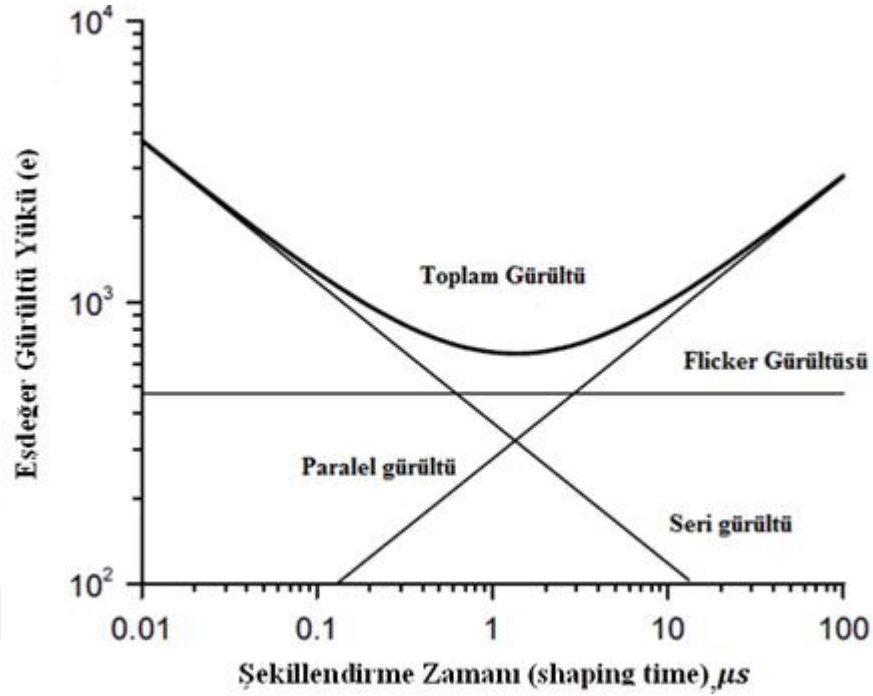
Seri gürültü dedektör sinyali ile seri olarak değerlendirilen bileşenlerin meydana getirdiği etkidir. Başlıca seri gürültü kaynağı olarak yükseltici üzerindeki alan etkili transistörde (FET) oluşan shot (vurma) gürültüsü gösterilebilir. Bu gürültünün büyüklüğü (3.2) ifadesiyle verilmektedir.

$$(\omega_{seri})^2 = C^2 \left(\frac{2kT}{g_m \times 2.1 \times T_s} \right) \quad (3.2)$$

Eşitlik 3.2'ye göre C toplam kapasite, T alan etkili transistörün (FET) sıcaklığı, g_m ise FET'in transkonduktansı yani değişken giriş voltajını kendine bağlı olan değişken çıkış akımı ile değiştirilebilmesi anlamına gelmektedir. Seri gürültünün azaltılması için yapılması gerekenler şunlardır: toplam kapasite minimize edilmelidir. Toplam kapasiteyi oluşturan özellikle de sistemin tamamını seri gürültü bazında etkileyen en dikkat çekici unsur dedektör kapasitesidir. Büyük dedektörler en çok kapasitans değerine yani en fazla seri gürültüye sahip olanlardır. Bu anlamda dedektörün kapasitans değerini azaltmada ön yükseltici dizaynı önem arz etmektedir. Bununla birlikte yüksek transkonduktans (geçiş iletimi) değeri seçilmeli ve FET sıcaklığına dikkat edilmelidir. Flicker (titreşim) gürültüsü ($\omega_{flicker}$) akımın doğrudan bütün elektronik elemanlar üzerine yaptığı etki ile alakalıdır. Seri ve paralel gürültüler ile karşılaştırıldığında etkisi daha az olup yükselticinin şekillendirme zamanından (T_s) bağımsızdır. Sadece yüksek sayım oranı ile artar. Tüm bunlar dikkate alındığında toplam elektronik gürültü (ω_E^2) (3.3) ifadesiyle verilmektedir.

$$\omega_E^2 = (\omega_{paralel})^2 + (\omega_{seri})^2 + (\omega_{flicker})^2 \quad (3.3)$$

(3.3) ifadesinde yer alan paralel ve seri gürültüler şekillendirme zamanına göre değişmektedir. Sadece flicker gürültüsü şekillendirme zamanından etkilenmemektedir. Buna göre en ideal şekillendirme zamanı toplam elektronik gürültüyü meydana getiren bileşenlerin en küçük olduğu noktada seçilmelidir. Şekil 3.8'de şekillendirme zamanının eşdeğer gürültü yüküne göre değişimi görülmektedir. Burada her bir elektronik gürültü kaynağının etkisi göz önüne alınmaktadır (Gilmore 2008).



Şekil 3.8. Eşdeğer gürültü yükü ile şekillendirme zamanının değişimi (Spieler 2005).

Spektrumun rezolüsyonunu olumsuz yönde etkileyen bir diğer gürültü kaynağı ise mekanik olarak oluşan mikrofoniklerdir. Dedektörü oluşturan her bir bileşende meydana gelebilecek küçük ölçekli hareketler olarak tanımlanan titreşimler kapasitans değerlerinin farklılaşmasına yani dedektörün karakteristiğinde değişime neden olmaktadır. Spektrometre uzun puls şekillendirme zamanlarında çalıştırıldığında mikrofonik etkiler spektrumu oluşturan peak'lerin rezolüsyonu dikkate alındığında etkisi daha belirgin olarak fark edilmektedir.

3.3.2.c. Yükselme zamanı (Rise time)

Yükselme zamanı bir pulsun başlangıcından tam genliğinin %90'ına ulaşması için gerekli zaman aralığıdır (Şahin ve Demir 2013). Bir spektrometrede ideal şartlarda yüklerin olabildiğince hızlı bir biçimde toplanması istenirse de eğer ön yükselteç bu süreçte kendini sınırlarsa bu durum istenilen hız değerinde ilerlemeyebilir. Ön yükselticilerin yapısal özellikleri dikkate alındığında giriş kapasitansı ile yükselme zamanının ilişkili olduğu anlaşılmaktadır.

3.3.2.d. Ölü zaman (Dead time)

Bir pulsun başlangıcından sonra tam büyüklüğüne ulaşması için gerekli süre olup bu esnada dedektör ikinci bir puls için tamamen duyarsızdır. Ancak ölü zaman daha genel olarak dedektör çıkışındaki sistemlerle de ilgili olarak kullanılmaktadır. Ölü zaman bir fotonu dedekte etmek ve bunun pulsu için gerekli işlemi yapmak için gerekli zaman olarak tanımlanır. Bu esnada sistem ikinci bir foton için aktif olmayıp ölüdür. Bu pulsun kaydından sonra ancak müteakip birinin başlangıcından hemen öncesine kadar geçen zaman sayma zamanı (live time) olarak adlandırılır. Açıkçası ölü zaman, gerçek ölçümde harcanan zaman; sayma zamanı ise fotonu beklemekte harcanan zamandır. Dedektöre tesadüfen iki veya daha fazla sayıda foton aynı anda ya da dedektörce aynı anda sayılabilecek yakınlıkta girerse bunlar bu fotonların toplam enerjisinde bir tek foton olarak işlem görürler (Şahin ve Demir 2013).

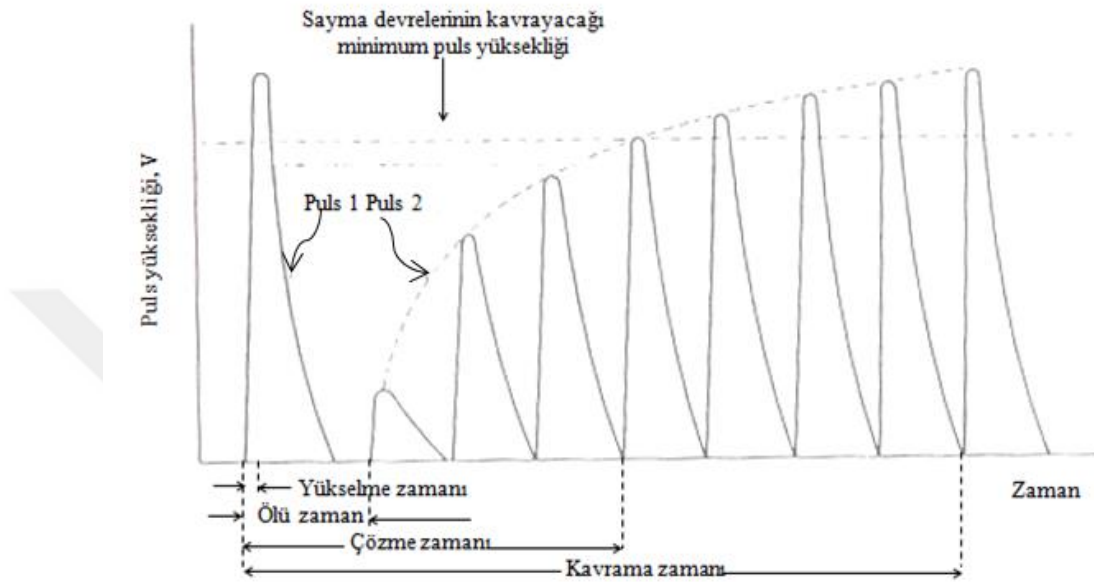
3.3.2.e. Çözme zamanı (Resolving time)

Bir pulsun başlangıcından sonra dedektörün sayma devresince dikkate alınabilecek büyüklükte ikinci bir pulsu üretebilmesine kadar süren minimum zaman aralığına çözme zamanı (resolving time) denir. Sayılabilir pulslar arasındaki minimum zaman olarak da tanımlanabilir. Çakışma (coincidence) kayıplarının hesap edilmesinde bu zaman genellikle yanlış bir şekilde ölü zaman olarak kullanılmaktadır. Çünkü resolving time esnasında dedektör foton sayamamaktadır (Şahin ve Demir 2013).

3.3.2.f. Kavrama zamanı (Recovery time)

Kavrama zamanı bir pulsun başlangıcından sonra dedektörün tam puls yüksekliğinde ikinci bir puls üretmesine kadar olan zaman aralığıdır. Kısacası, ölü zamandan sonra ancak ikinci bir puls meydana gelebilir, çözme zamanından sonra ikinci bir puls sayılabilir, kavrama zamanından sonra ikinci bir puls normal büyüklüğüne ulaşır. Dedektörlere birim zamanda gelen fotonlarla, çıkan pulsların birbiriyle orantılı olması gerekir. Bu lineerlik sağlanmazsa yanlış sonuçlar elde edilebilir. Şekil 3.9'da bir

spektrum üzerinde pulsların meydana gelmesi, yükselme zamanı, ölü zaman, çözme ve kavrama zamanı ile gösterilmektedir.



Şekil 3.9. Yükselme, ölü, çözme ve kavrama zamanı gösterimi.

3.3.2.g. Dedektör hassasiyeti (Duyarlılığı)

Dedektörler bütün enerji değerleri için aynı hassasiyeti gösteremez. Hali hazırda sadece verilen bir enerji aralığı için geçerli olan belirli radyasyon çeşitlerine hassasiyet gösterecek şekilde üretilebilmektedirler. Herhangi bir dedektör ile belirlenen enerji aralığının dışında bir ölçme yapılırsa, ya kullanılmaz bir sinyal üretir ya da dedektör verimi çok düşer. Bu durumda dedektör hassasiyeti, belirlenen bir radyasyon ve enerji için kullanılabilir sinyal üretme yeteneğinin bir ölçüsü olarak tanımlanabilir. Dedektör hassasiyeti belirli özelliklere göre değişiklik gösterir. Bu özellikler,

- Dedektörde meydana gelen iyonizasyon reaksiyonları için tesir kesiti,
- Dedektörün kütlesi,
- Dedektör gürütüsü,
- Dedektörün hassas algılayıcı bölümünü kaplayan koruyucu materyal

olarak sıralanabilir (Şenyiğit 2011). Tesir kesiti ve dedektör kütlesi gelen radyasyon enerjisinin dedektörde iyonlaştırıcı hale dönüşme ihtimaliyeti ile ilgilidir. Yüksüz parçacıkları dedektörde yüksek oranlarda ölçebilmek için dedektörün yapıldığı malzemenin yoğunluğu ile dedektör boyutlarının büyük olması gerekmektedir. Aynı zamanda dedektörle etkileşen radyasyondan bağımsız olarak dedektör elektroniğinden kaynaklanan ve dedektör çıkışında asgari miktarlarda gürültü olarak nitelendirebileceğimiz asgari bir sinyal gözlemlenmektedir. Ayrıca dedektörü çevreleyen koruyucu malzemenin kalınlığı da dedektörün istenilen hassasiyet değerlerini yakalayabilmesi için uygun seçilmelidir (Akkoyun 2011).

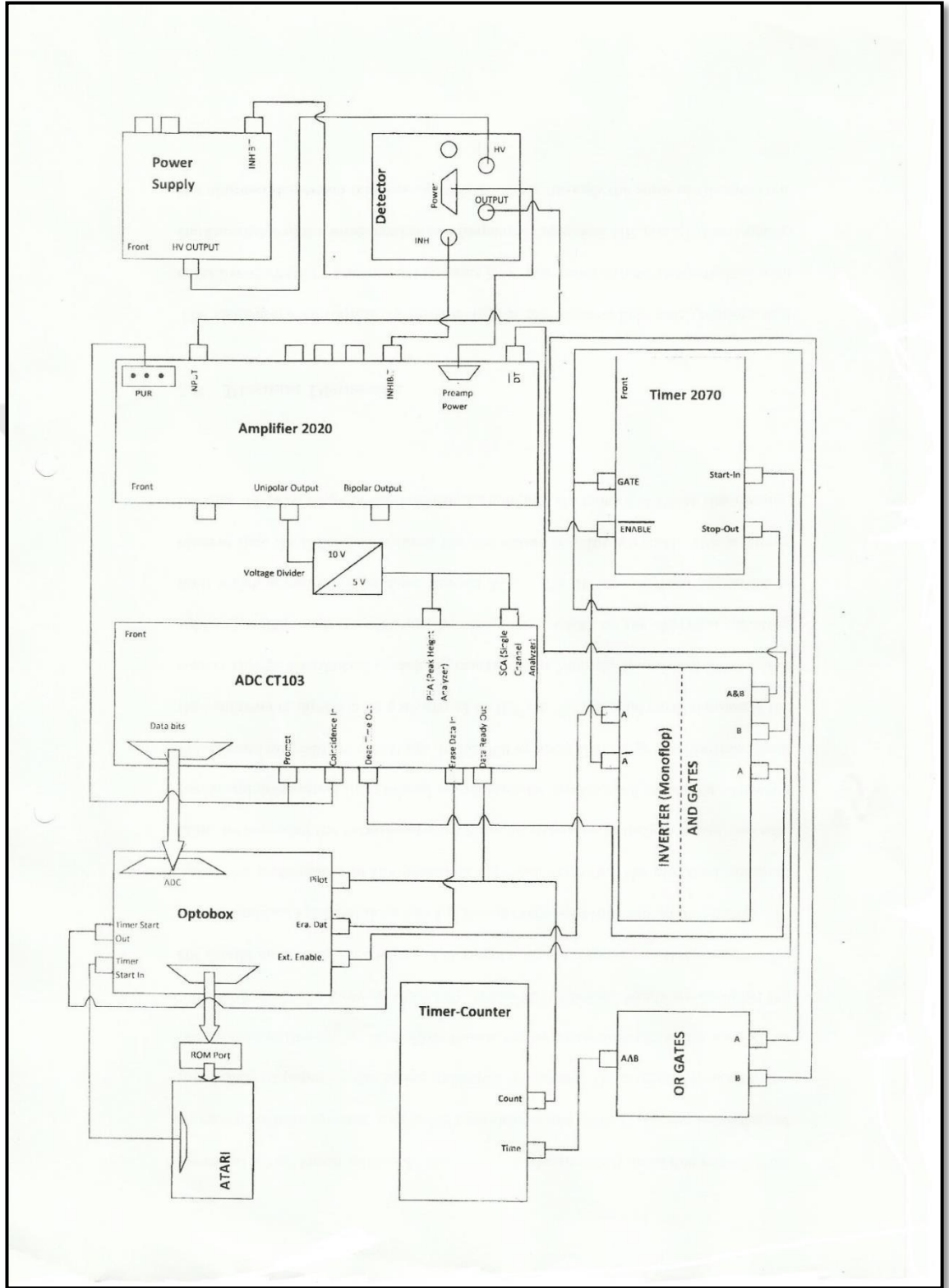
3.3.3. HPGe dedektörle meydana getirilen deneysel sayma sistemi

Sayma sistemi bir dedektör (ön yükseltici ile birlikte), yükseltici, analog sayısal dönüştürücü (ADC), yüksek voltaj kaynağı, çok kanallı analizör (MCA), sistemin tüm birimlerini yöneten spektrumları alan ve değerlendirmede kullanılan uygun programlarla donatılmış bir bilgisayar sisteminden meydana gelmektedir. Şekil 3.10'da sayma sistemi için gerekli olan sistem bileşenleri ve ATARI MCA ile olan bağlantılar bir devre şeması üzerinde gösterilmiştir. Kullandığımız sayma sisteminde sadece MCA programı bilgisayar üzerinden, güç kaynağı, analog sayısal dönüştürücü ve yükseltici ise manuel olarak kontrol edilmiştir. Çalışmanın ilerleyen aşamalarında bu birimleri oluşturan çeşitli ayarlarda farklı şekillerde değişiklikler yapılarak deney sistemi üzerine yaptığı etkiler titizlikle incelenmiştir.

EDXRF'de peak'in temel saymaya oranını etkileyen faktörlerin, kurulan deney sistemi üzerine uygulanan etkilerin ve bu ölçme sistemini oluşturan her bir elemanın spektrum üzerine yaptığı katkıların belirlenmesi için hazırlanan deney sistemi Şekil 3.11'de görülmektedir. Bu çalışma için kullanılan HPGe dedektörün (Detector System GmbH, DSG) karakteristik özellikleri Çizelge 3.1'de verilmiştir. Kullanılan numunelerin uyarılmasında şiddeti 1 Ci olan Am-241 halka kaynak kullanılmıştır. Kaynağın iç çapı 13,15 mm dış çapı ise 17,15 mm'dir. Ölçme sisteminde, elektriksel sinyallerin oluşturduğu gürültü etkisini minimize etmek amacıyla, elektriksel sinyalleri optik

sinyallere dönüştüren ve optobox olarak adlandırılan dönüştürücünün de kullanıldığı bir ATARI programı ile spektrumlar elde edilmiştir. ATARI programının formatına (.KON uzantılı) göre elde edilmiş ham veriler, MATLAB programında yazılan ve (.KON) uzantılı bir dosyayı (.txt) uzantılı bir dosyaya çeviren bir program vasıtasıyla gerekli dönüşüm yapıldıktan sonra Origin programında spektrumlar çizdirilerek oluşan peak'lerin enerjileri, alanları ve temel sayma bölgesi için hesaplamalar yapılmıştır.





Şekil 3.10. Sayma sistemi için gerekli olan sistem bileşenleri ve ATARI MCA ile olan bağlantıların gösterildiği devre şeması.



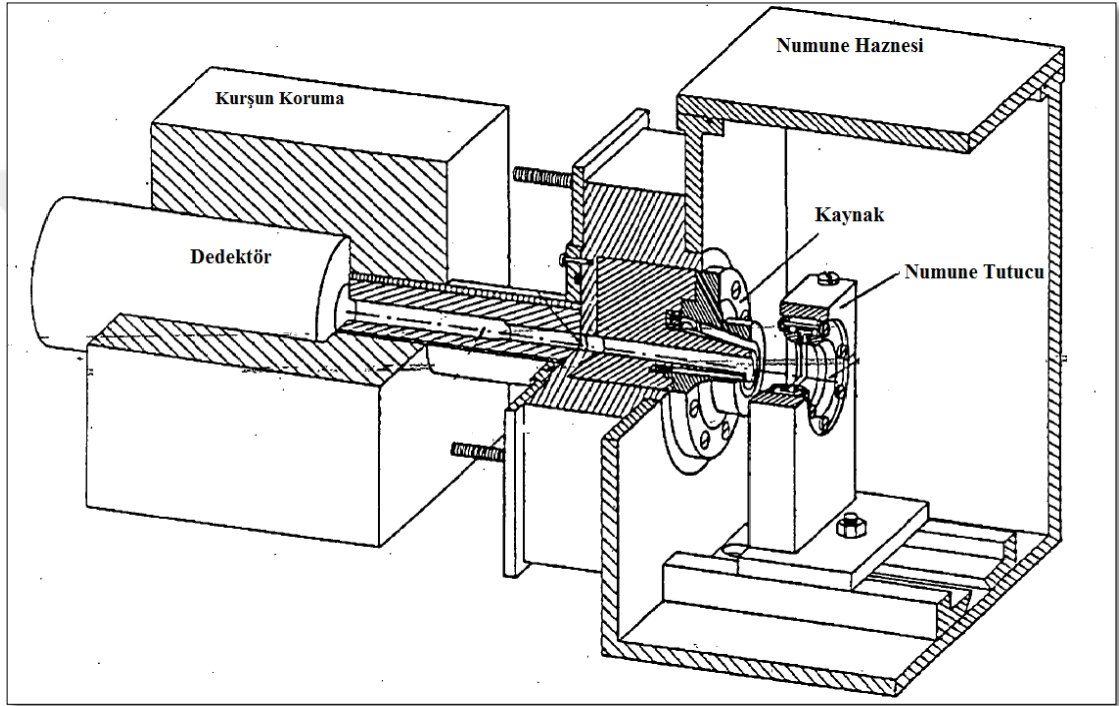
Şekil 3.11. HPGe dedektör ile tasarlanmış deney sistemi.

Çizelge 3.1. HPGe dedektörün karakteristik özellikleri.

Aktif çap	15,962 mm
Aktif alan	200 mm ²
Dedektörün hassas derinliği (aktif kalınlık)	7 mm
Pencereden uzaklık (Ge kristali ile Be pencere arasındaki uzaklık)	5 mm
Berilyum pencere kalınlığı	0,127 mm
Besleme gerilimi	-2000 V
Rezolüsyon 5,9 ve 122 keV'de	210 eV ve 514 eV

Bu çalışma için kullanılan HPGe dedektör için -2000 V çalışma gerilimi uygulanmıştır. Çalışma süresince bu gerilim değeri sabit tutulmuştur. İncelenecek olan numuneler, deney düzeneğinde numune odası olarak adlandırılan bir hazne içerisindeki numune tutucuya yerleştirilmiştir. Numune odası deneyin gerçekleştiği alanı küçülterek dış

ortamdan kaynaklanan çevre radyasyonunu (çevre backgroundunu) azaltmaktadır. Uyarıcı kaynak konik bir kurşun kolimatörle uygun şekilde zırhlanarak numune odasının içerisine yerleştirilmiştir. Numune odasının da bulunduğu deney düzeneği Şekil 3.12'de görülmektedir.



Şekil 3.12. Numune odası ve dedektörün şematik çizimi.

3.3.4. Numunelerin hazırlanması

Bu tez çalışması için kullanılacak olan numuneler belirlenirken Am-241 kaynağı için elde edilen spektrum göz önüne alınarak, karakteristik x-ışını tepelerini spektrumun boş olan bölgelerinde gözlemleyebileceğimiz numuneler seçilmiştir.

Bu tez çalışması için uygun element olarak atom numarası 60, kütle numarası 144,3 olan Neodimyum (Nd) elementi seçilmiştir. Nd periyodik cetvelin lantanidler kısmında yer almaktadır. Lantanidler geçiş metallerinin bir alt serisini oluştururlar ve toprakta eser miktarda bulunmaları nedeniyle "nadir toprak elementleri" olarak da

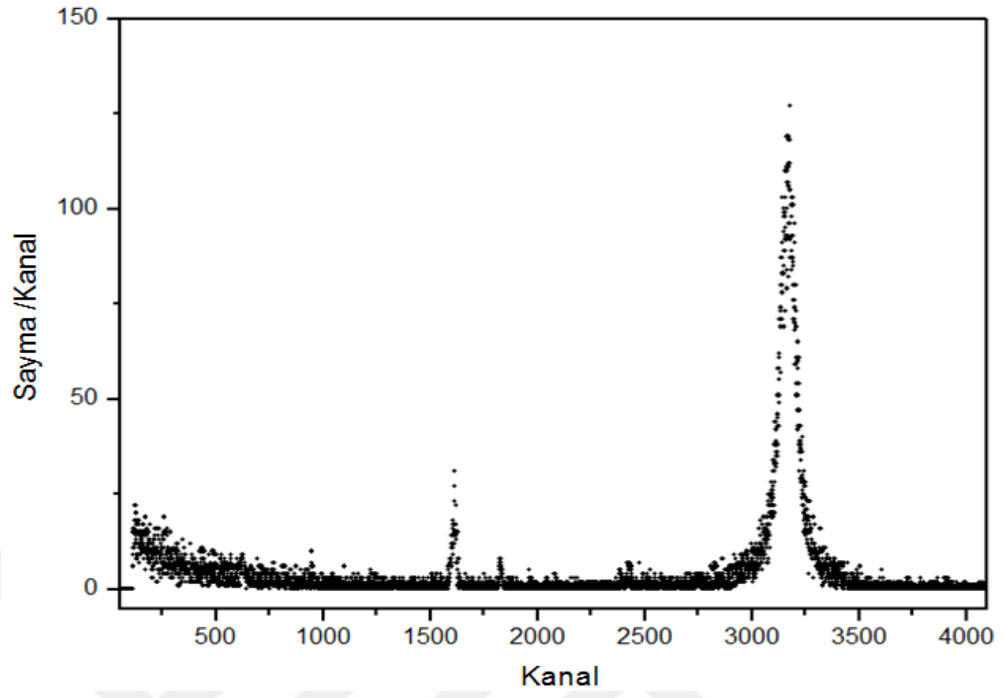
isimlendirilirler. En önemli ortak özellikleri, elektron değişiminin yalnızca 4f orbitaline elektron katılması şeklinde olmasıdır. Özellikle +3 değerlikli hallerinde, birbirlerine çok benzeyen özellikler gösterirler. Kuvvetli elektropozitif olmaları nedeniyle, üretilmeleri zordur. Çoğunun iyon hallerinin karakteristik renkleri vardır. Neodimyum havada kolayca oksitlenir. Manyetik gücü yüksektir. Metalik halde elektronik endüstrisinde, çelik ve çeşitli alaşımların imalinde, porselen ve camların renklendirilmesinde kullanılır.

Numuneler hazırlanırken toz halindeki Nd 10^{-5} gr hassasiyete sahip terazi kullanılarak tartılmış ve içerisine %10 kadar selüloz ($C_6H_{10}O_5$) eklenerek mikserde 1000 devirde 3 dakika karıştırılmıştır. Böylece toz numunelerin mümkün olduğunca homojen bir dağılım göstermesi sağlanmıştır. Daha sonra numuneler 5 ton basınç altında preslenerek 0,65 cm yarıçapında pelletler haline getirilmiştir. Bu pellet numuneler, kütleleri 0,42 g olacak şekilde hazırlanmıştır. Nd çok hızlı bir şekilde nem kaptığı için numuneler her bir ölçüm grubu için yeniden yapılmıştır. Nd numunesinin ortalama atom numarasına denk gelecek (aynı ortalama atom numaralı) numuneler PbO ve selüloz kullanılarak aynı hassasiyetle hazırlanmıştır.

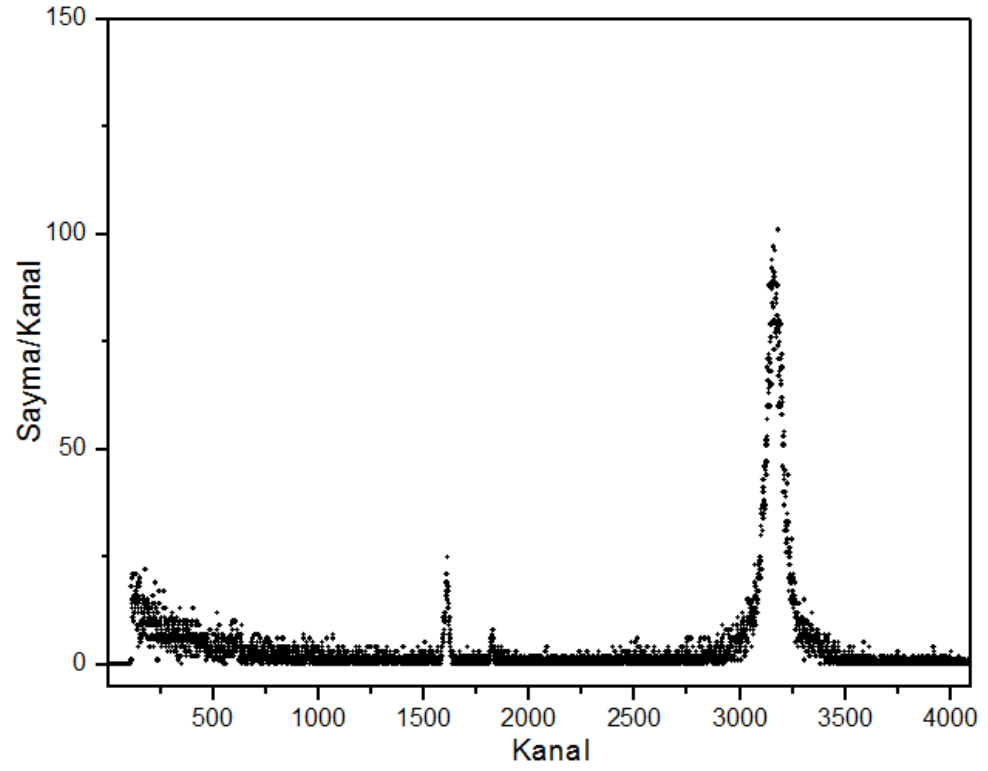
4. ARAŞTIRMA BULGULARI

4.1. Sistemin Elektronik Gürültü Etkisi

Elektroniksel sistemlerdeki rastgele değişimlerden kaynaklanan doğal gürültü tüm elektronik cihazlarda bulunmaktadır. Bir ölçme sistemini etkileyecek tüm dış gürültü kaynakları etkisiz kılınsa dahi, deney düzeneğinde kullanılan elektronik cihazların yapılmasında kullanılan malzemelerin tabiatından kaynaklanan veya birbirleri ile olan bağlantılarından ileri gelen bir gürültü ile karşılaşabiliriz. Deney düzeneğini oluşturan her bir elemandan gelecek olan ve spektruma "istenmeyen katkı" olarak nitelendirebileceğimiz bu etki, deneysel sistemi meydana getiren elemanların her biri (mümkünse) devre dışı bırakılarak belirlenebilir. Bunun için ölçme süresi 3600s olarak ayarlanarak, öncelikle üzerinde numune bulunmayan numune tutucu numune odasında kaynaktan 4,5 cm uzaklığa yerleştirilerek ve numune tutucu çıkarılarak ölçüler alınmıştır. Elde edilen spektrumlar sırasıyla Şekil 4.1 ve Şekil 4.2'de verilmiştir.



Şekil 4.1. Sadece numune tutucu varken elde edilen spektrum.



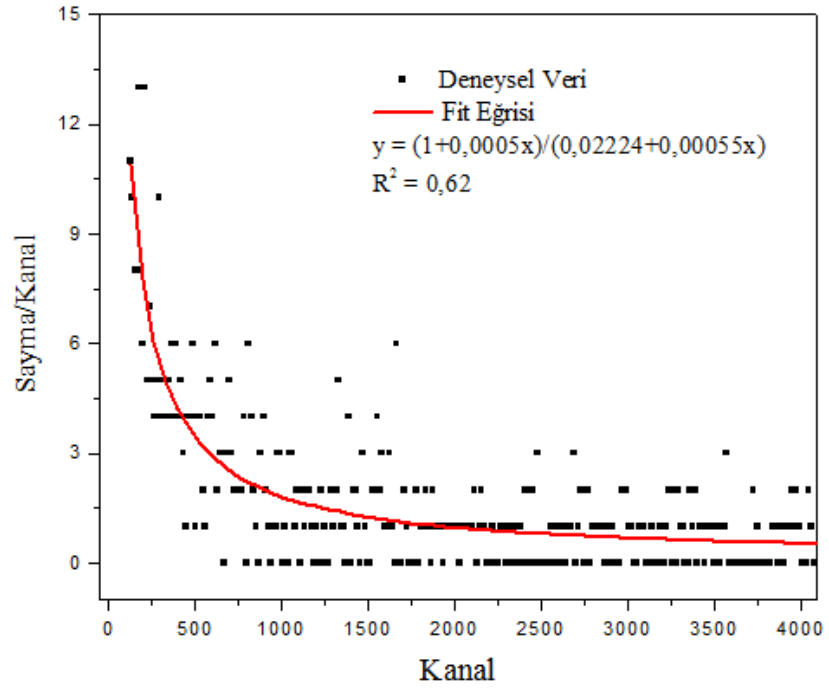
Şekil 4.2. Numune tutucu yokken elde edilen spektrum.

Bir önceki bölümde bulunan Şekil 3.12'deki şematik çizimde gösterildiği gibi, numune haznesinin içine, numune tutucu en uygun mesafe olarak belirlenen konuma, yerleştirildiğinde elde edilen toplam sayım ile aynı şekilde numune tutucunun olmadığı durumun toplam sayım değerleri Çizelge 4.1'de verilmiştir. Buna göre numune tutucunun sayma sistemi üzerine yaptığı etki ile numune haznesinin içi boş olduğu durumdaki toplam sayım miktarı değerlendirilmiştir.

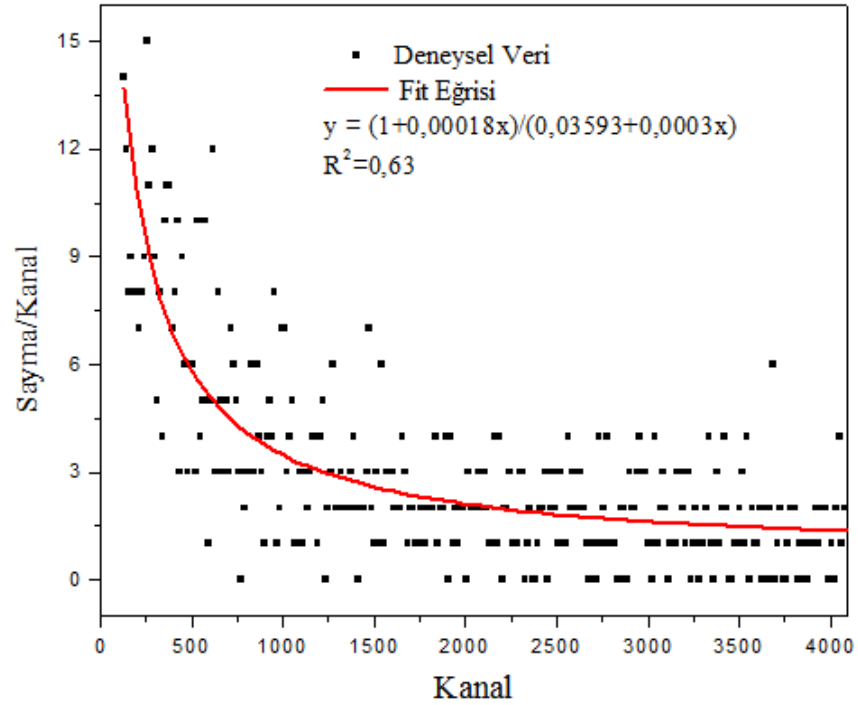
Çizelge 4.1. Numune tutucunun konumuna göre verilen toplam sayım değerleri.

Numune tutucunun konumu (4,5 cm)	Toplam sayım (3600 s)
Numune tutucu var	20449
Numune tutucu yok	18412

Ayrıca; dedektör zırhı ve kolimatöründen gelen etkileri belirlemek amacıyla, numune haznesi ile dedektör arasına 3 cm kalınlığında kurşun bir blok yerleştirilerek; i) dedektör kristali numune haznesine giden kanalda iken ve aradaki kurşun blok sabit kalarak ve ii) dedektör kristali kanaldan dışarı çıkarılıp 3600 s süreli spektrumlar alındı. Elde edilen bu spektrumlar sırasıyla, Şekil 4.3 ve Şekil 4.4'de verilmiştir.



Şekil 4.3. Dedektör içeride ve dedektör ile numune haznesi arasında kurşun blok varken elde edilen spektrum.



Şekil 4.4. Dedektör dışarıda ve dedektör ile numune haznesi arasında kurşun blok varken elde edilen spektrum.

Dedektör ile numune haznesi arasına kurşun blok yerleştirildiğinde, iii) dedektör ölçme sistemine dahil olduğunda ve iv) dedektör dışarıdayken elde edilen spektrumlardan numune haznesiyle dedektör boynunu birleştirmede kullanılan elemanın etkisi belirlenmiştir.

Birçok doğal ve suni kaynaklardan gelen temel sayma (background) doğada sürekli olarak bulunduğu göre, tüm dedektörler bir miktar da olsa temel sayma sinyali kaydetmektedirler. Bu sinyalin miktarı genellikle dedektör tipine, boyutuna ve dedektörün etrafına konumlandırılan zırhlamanın niteliği ile ölçüme bağlı olarak değişmektedir. Bu anlamda dedektörlerin, çevresel temel saymanın etkisini minimize etmek için belirli bir dereceye kadar zırhla çevrilmesi uygundur. Aynı zamanda dedektörün zırhla donatılmış olması, deney düzeneğinin diğer parçalarından gelmesi muhtemel saçılma ve diğer radyasyonlara karşı da izolasyon sağlamaktadır. Çizelge 4.2'de numune haznesi ile dedektör boynunu birleştirmede kullanılan materyalin etkisi ile dedektör kristalinin dış ortamda kalacak şekilde yerleştirilmesi sonucu elde edilen toplam sayım değerleri verilmiştir. Toplam sayım değerinin dedektör dışarıdayken gözle görülür bir artış göstermesi dedektörün zırhlanmasının gerekliliğini göstermektedir.

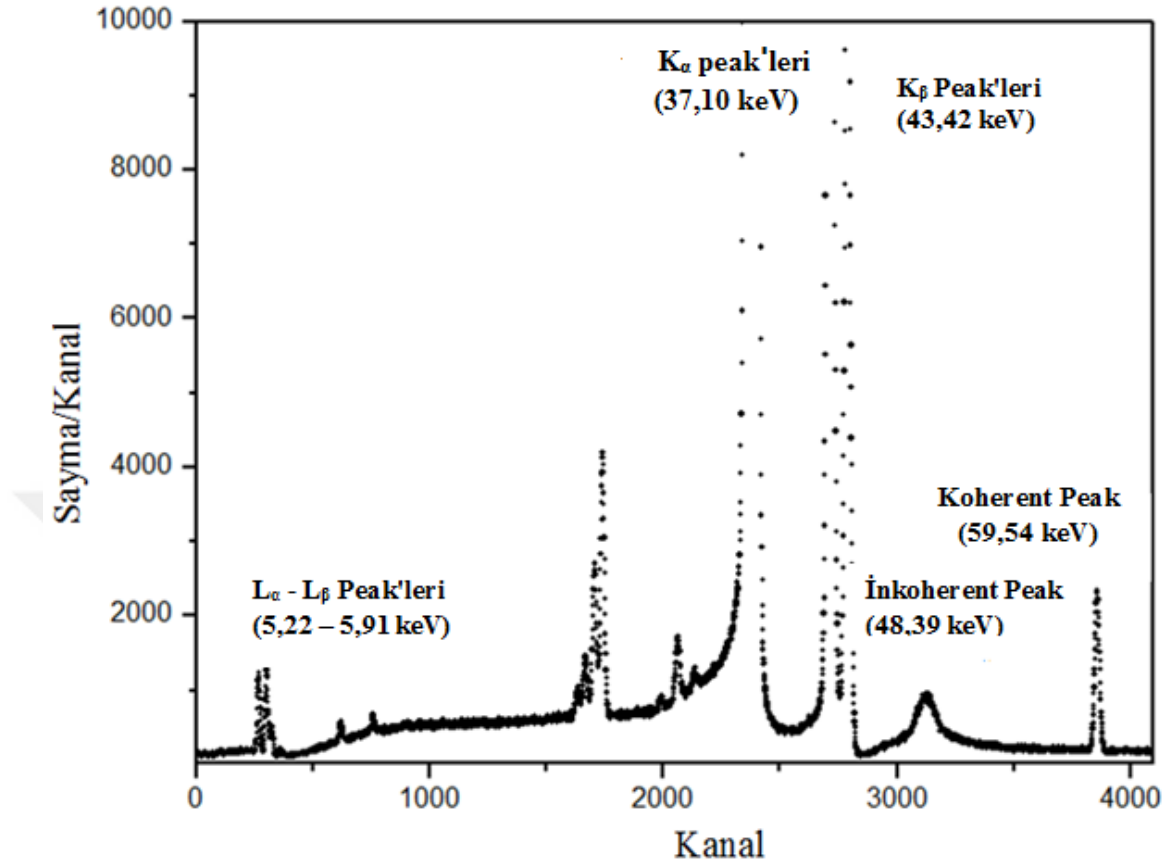
Çizelge 4.2. Dedektörün konumuna göre elde edilen toplam sayım değerleri.

Dedektörün konumu	Toplam sayım (3600 s)
Dedektör içeride	6303
Dedektör dışarıda	11781

Elektronik NIM (Nuclear Instrumentation Module) ünitelerinin gürültü ölçümleri, genellikle bir NIM ünitesinin amplifikatörün çıkışında yapılabilir. Sayma sistemini oluşturan elektronik NIM ünitelerinin her birinin dedektörle ve birbirleri arasında bulunan bağlantı kabloları çıkarılarak bunların her birinden gelen elektronik etkiler spektrum üzerinde belirlenmeye çalışılmış ancak bu işlemler sonucunda kayda değer herhangi bir farklı sonuç elde edilememiştir.

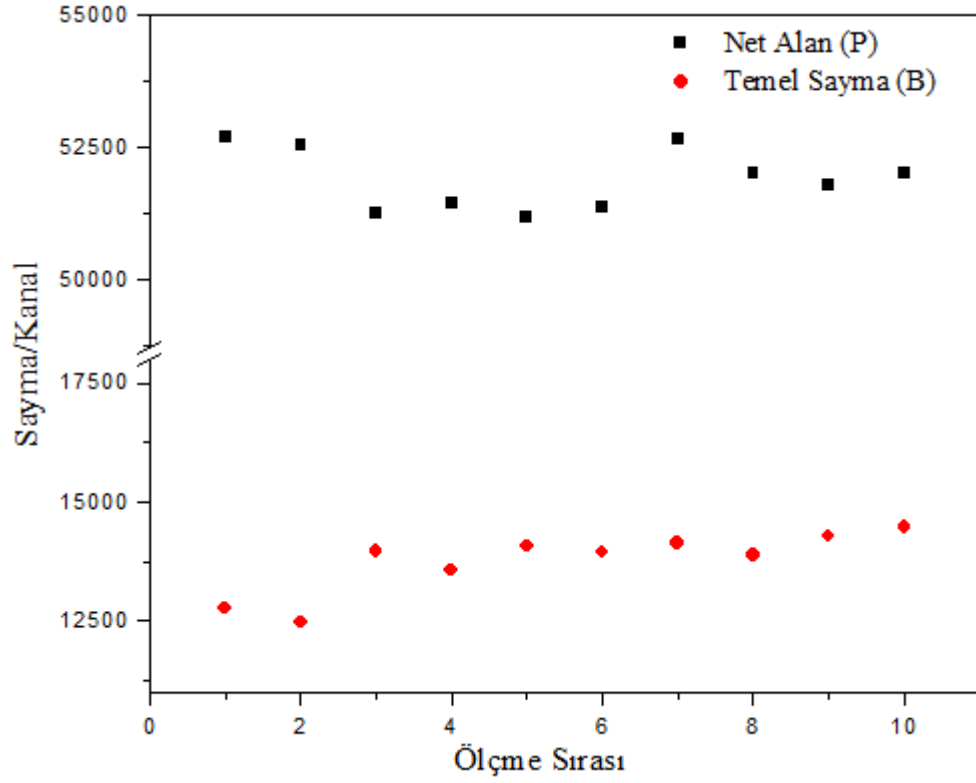
4.2. EDXRS'nin Ölçme Kararlılığı

Aynı şartlarda hazırlanan bir deney sistemi üzerinden yapılan ölçmeler sonucu aynı yolla elde edilen sonuçların birbirine yakınlığının ölçüsü hassasiyet, sonuçların gerçek değere olan yakınlığı ise doğruluk olarak bilinmektedir. Kaynakları belirlenebilen ve düzeltilebilen hatalar sistematik olarak değişen hatalardır. Elbette ki kontrol edilmesi güç (ölçülen veya belirlenen niceliğin tabiatından kaynaklanan) ve pek çok değişkenden meydana gelen rastgele (belirsiz) hatalar da bir ölçme sisteminde bulunabilmektedir. Bu amaçla EDXRF spektrometrenin ard arda alınan ölçülerde ne kadar kararlı olduğunu belirleyebilmek için ayrıca deney sisteminden ve numune hazırlamadan kaynaklanan hataları tespit edebilmek amacıyla Nd numunesi ile ard arda 10 kez 7200 s'lik spektrumlar alınmıştır. Şekil 4.5'de Nd numunesi için alınan spektrum üzerinde sırasıyla koherent, inkoherent, K_{β} , K_{α} , L_{α} ve L_{β} peak'leri enerji değerleri ile birlikte gösterilmiştir.



Şekil 4.5. Nd numunesinden elde edilen spektrum.

Şekil 4.6'da Nd numunesi ile ard arda 10 kez 7200 s süresince alınan spektrumlarda elde edilen koherent peak'lerin temel sayma (B) değerleri ve net alanlarının (P) ölçme sırasıyla değişimi gösterilmiştir.



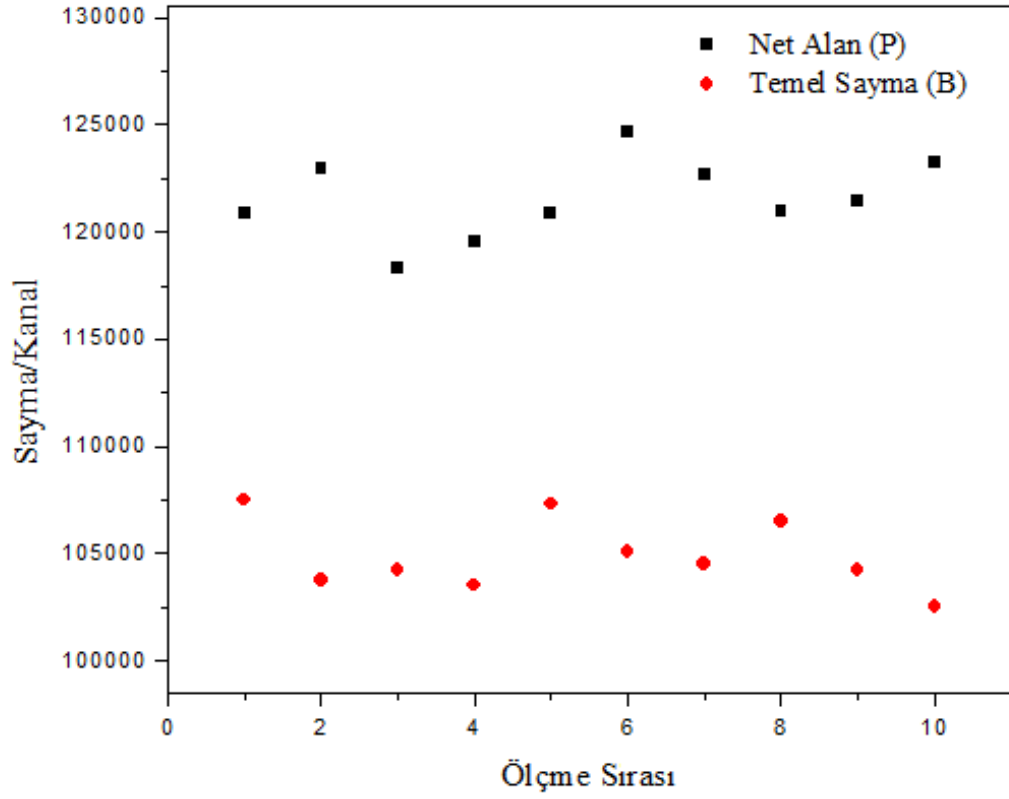
Şekil 4.6. Nd numunesiyle elde edilen koherent peak'in temel sayma (B) ile net alan (P) değerinin ölçme sırası ile değişimi.

Çizelge 4.3'de Nd numunesi ile ard arda 10 kez 7200 s süresince alınan spektrumlardan elde edilen koherent peak için net alan/temel sayma (P/B) ve FWHM değerleri verilmiştir.

Çizelge 4.3. Koherent peak için P/B ile FWHM değerleri.

KOHERENT PEAK		
Ölçme Sırası	P/B	FWHM
1	3,826	24
2	3,898	24
3	3,667	23
4	3,788	24
5	3,635	24
6	3,682	24
7	3,719	23
8	3,743	24
9	3,621	23
10	3,590	24

Şekil 4.7'de Nd numunesi ile ard arda 10 kez 7200 s süresince alınan spektrumlardan elde edilen inkoherent peak'lerin temel sayma (B) bölgesi ve net alanın (P) ölçme sırasıyla değişimi gösterilmiştir. Çizelge 4.4'de Nd numunesi ile ard arda 10 kez 7200 s süresince alınan spektrumlardan elde edilen inkoherent peak için net alan/temel sayma (P/B) ve FWHM değerleri verilmiştir.

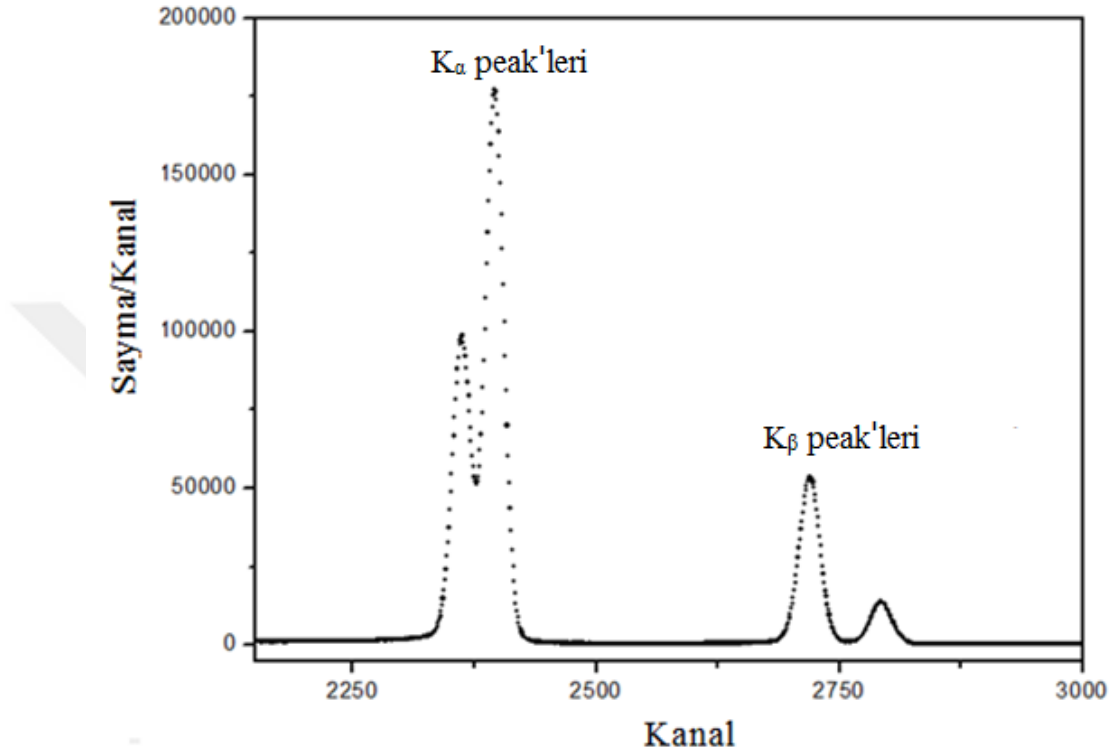


Şekil 4.7. Nd numunesiyle elde edilen inkoherent peak'in temel sayma (B) ile net alan (P) değerinin ölçme sırası ile değişimi.

Çizelge 4.4. İnkoherent peak için P/B ile FWHM değerleri.

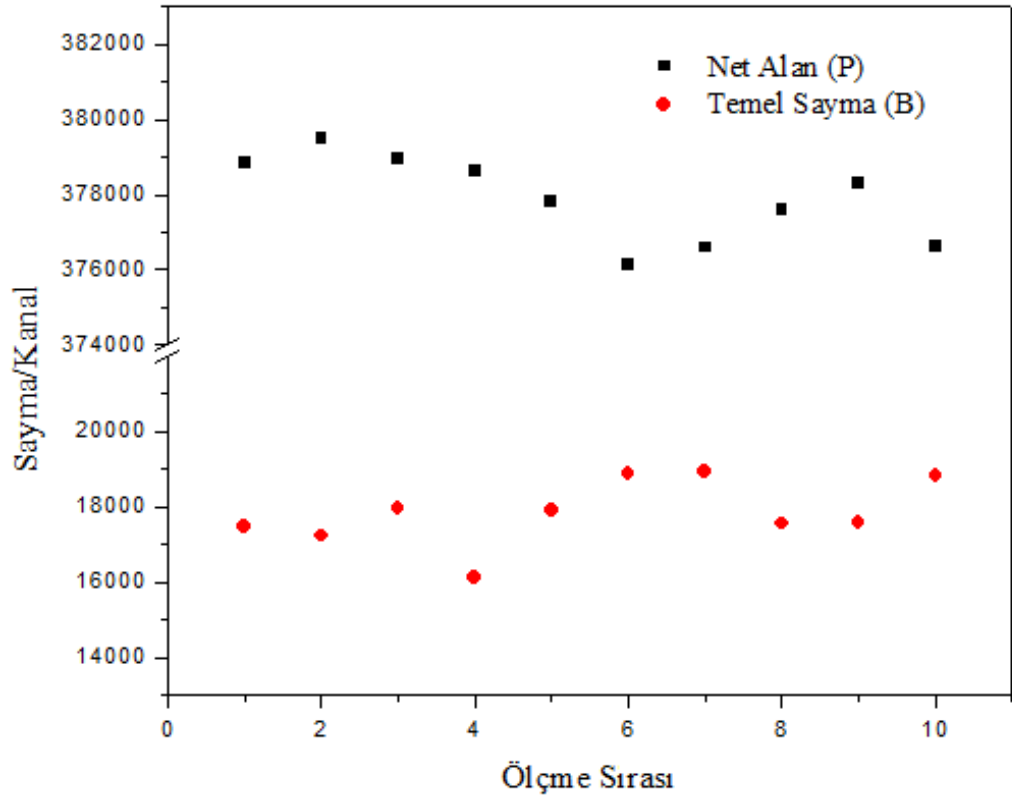
İNKOHERENT PEAK		
Ölçme Sırası	P/B	FWHM
1	1,123	121
2	1,185	123
3	1,135	120
4	1,154	120
5	1,126	121
6	1,186	125
7	1,174	123
8	1,136	122
9	1,165	123
10	1,202	124

Şekil 4.8'deki spektrumda Nd numunesinin karakteristik K_{α} ve K_{β} peak'leri verilmektedir.



Şekil 4.8. Nd numunesinin karakteristik K_{α} ve K_{β} peak'leri.

Şekil 4.9'da Nd numunesi ile ard arda 10 kez 7200 s'lik sürelerde alınan spektrumlardan elde edilen karakteristik $K_{\beta 2}$ peak'lerinin temel sayma (B) bölgesi ve net alanın (P) ölçme sırasıyla değişimi gösterilmiştir. Çizelge 4.5'de ise Nd numunesi ile ard arda 10 kez 7200 s süresince alınan spektrumlardan elde edilen karakteristik $K_{\beta 2}$ peak'leri için net alan/temel sayma (P/B) oranı ve FWHM değerleri verilmiştir.

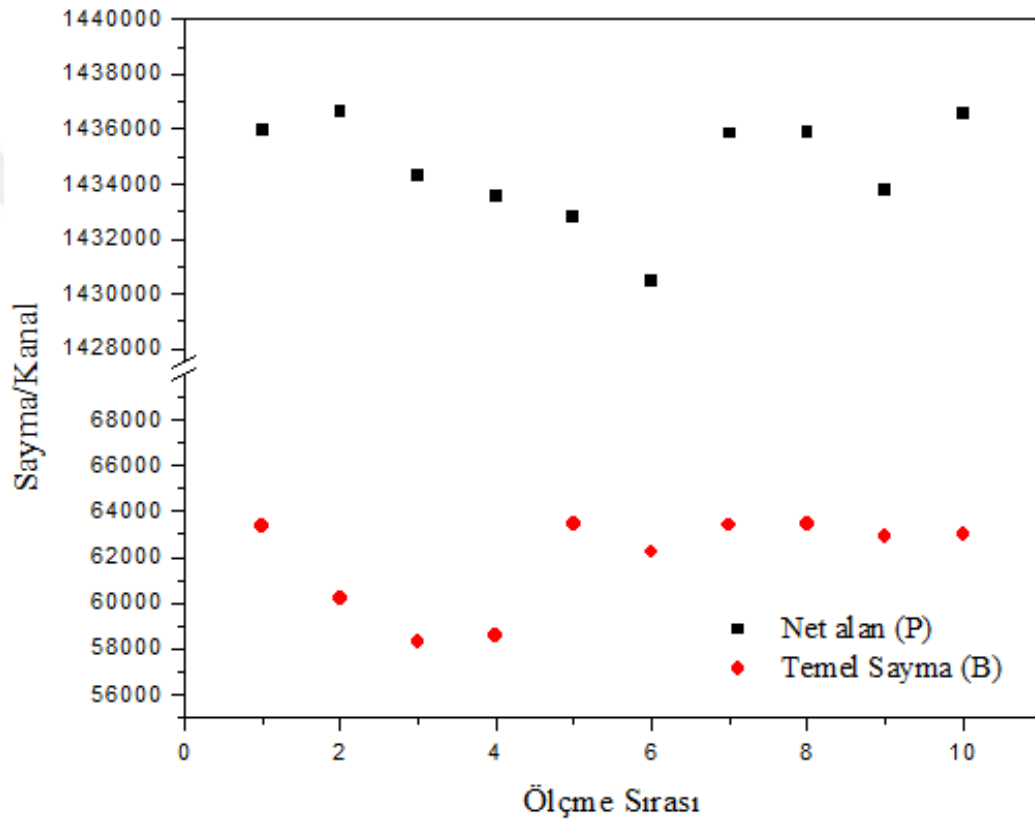


Şekil 4.9. Nd numunesiyle elde edilen $K_{\beta 2}$ peak'inin temel sayma (B) ile net alan (P) değerinin ölçme sırası ile değişimi.

Çizelge 4.5. Karakteristik $K_{\beta 2}$ peak'i için P/B ile FWHM değerleri.

KARAKTERİSTİK $K_{\beta 2}$ PEAK		
Ölçme Sırası	P/B	FWHM
1	21,685	26
2	22,015	27
3	21,079	28
4	23,477	26
5	21,104	26
6	19,921	28
7	19,866	28
8	21,509	26
9	21,507	27
10	19,996	28

Şekil 4.10'da Nd numunesi ile ard arda 10 kez 7200 s'lik sürelerde alınan spektrumlardan elde edilen karakteristik $K_{\beta 1}$ peak'lerinin temel sayma (B) bölgesi ve net alanın (P) ölçme sırasıyla değişimi gösterilmiştir. Çizelge 4.6'da ise Nd numunesi ile ard arda 10 kez 7200 s süresince alınan spektrumlardan elde edilen karakteristik $K_{\beta 1}$ peak'leri için net alan/temel sayma (P/B) ve FWHM değerleri verilmiştir.

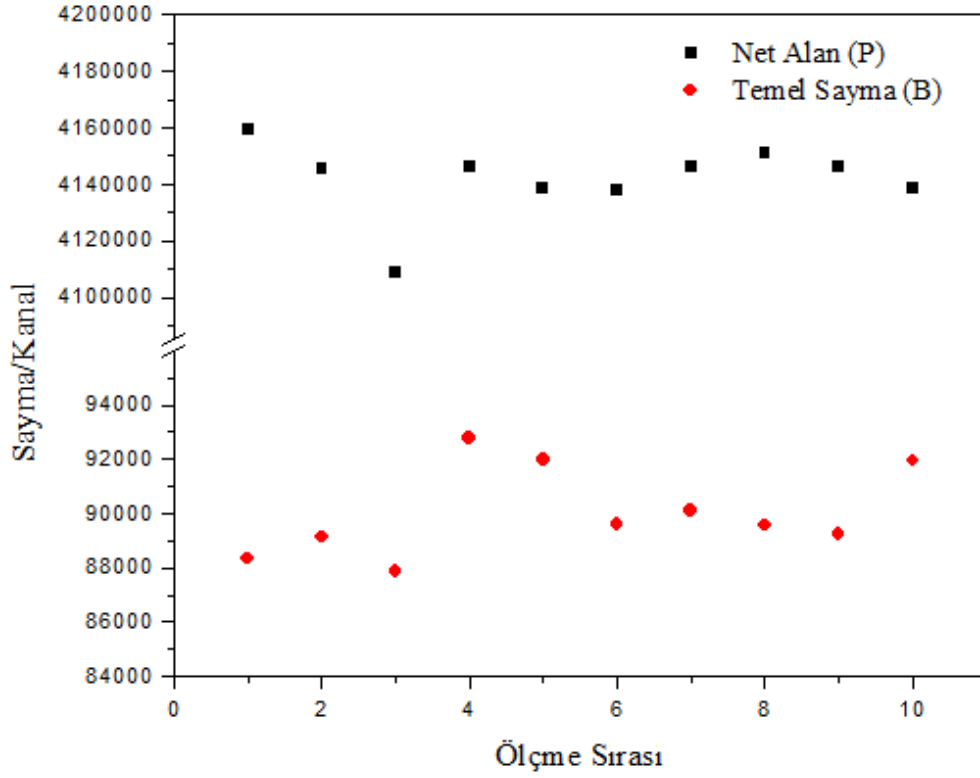


Şekil 4.10. Nd numunesiyle elde edilen $K_{\beta 1}$ peak'inin temel sayma (B) ile net alan (P) değerinin ölçme sırası ile değişimi.

Çizelge 4.6. Karakteristik $K_{\beta 1}$ peak'i için P/B ile FWHM değerleri.

KARAKTERİSTİK $K_{\beta 1}$ PEAK		
Ölçme Sırası	P/B	FWHM
1	22,660	25
2	23,872	25
3	24,607	26
4	24,473	25
5	22,584	25
6	22,981	24
7	22,652	25
8	22,626	25
9	22,796	25
10	22,803	25

Şekil 4.11'de Nd numunesi ile ard arda 10 kez 7200 s'lik sürelerde alınan spektrumlardan elde edilen karakteristik $K_{\alpha 1}$ peak'lerinin temel sayma (B) bölgesi ve net alanın (P) ölçme sırasıyla değişimi gösterilmiştir. Çizelge 4.7'de ise Nd numunesi ile ard arda 10 kez 7200 s süresince alınan spektrumlardan elde edilen karakteristik $K_{\alpha 1}$ peak'leri için net alan/temel sayma (P/B) ve FWHM değerleri verilmiştir.

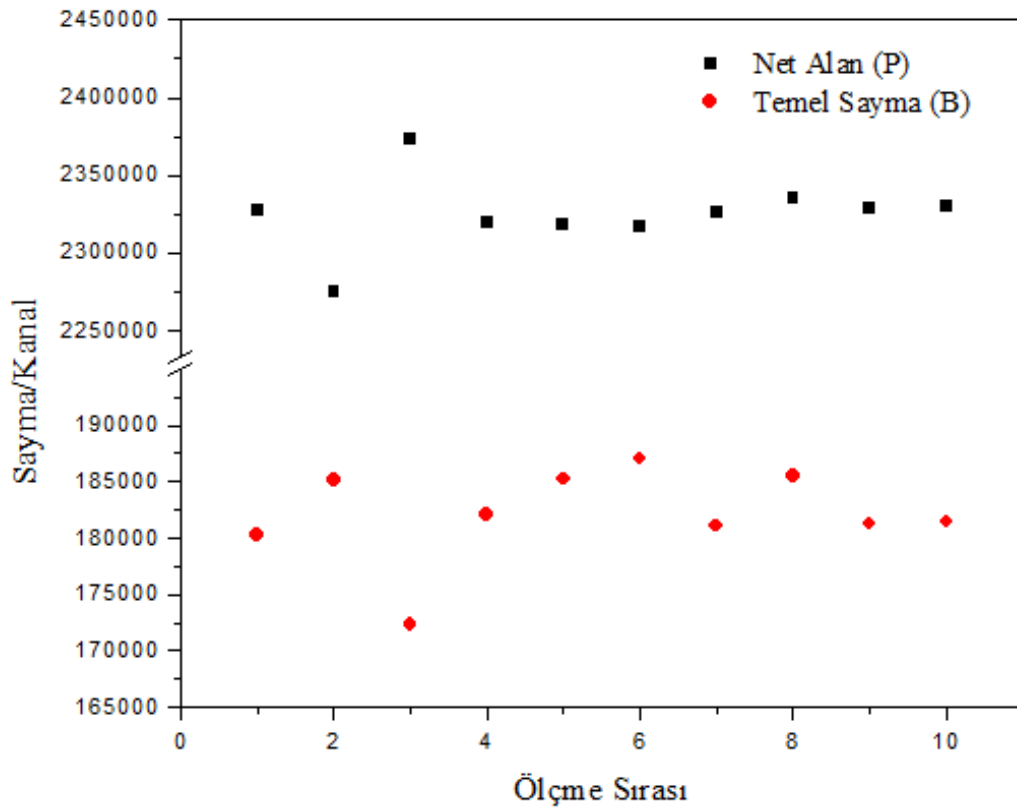


Şekil 4.11. Nd numunesiyle elde edilen $K_{\alpha 1}$ peak'inin temel sayma (B) ile net alan (P) değerinin ölçme sırası ile değişimi.

Çizelge 4.7. Karakteristik $K_{\alpha 1}$ peak'i için P/B ile FWHM değerleri.

KARAKTERİSTİK $K_{\alpha 1}$ PEAK		
Ölçme Sırası	P/B	FWHM
1	47,087	22
2	46,505	22
3	46,760	22
4	44,680	21
5	44,993	21
6	46,165	22
7	46,018	22
8	46,350	22
9	46,455	22
10	45,000	21

Şekil 4.12'de Nd numunesi ile ard arda 10 kez 7200 s'lik sürelerde alınan spektrumlardan elde edilen karakteristik $K_{\alpha 2}$ peak'lerinin temel sayma (B) bölgesi ve net alanın (P) ölçme sırasıyla değişimi gösterilmiştir. Çizelge 4.8'de ise Nd numunesi ile ard arda 10 kez 7200 s süresince alınan spektrumlardan elde edilen karakteristik $K_{\alpha 2}$ peak'leri için net alan/temel sayma (P/B) ve FWHM değerleri verilmiştir.

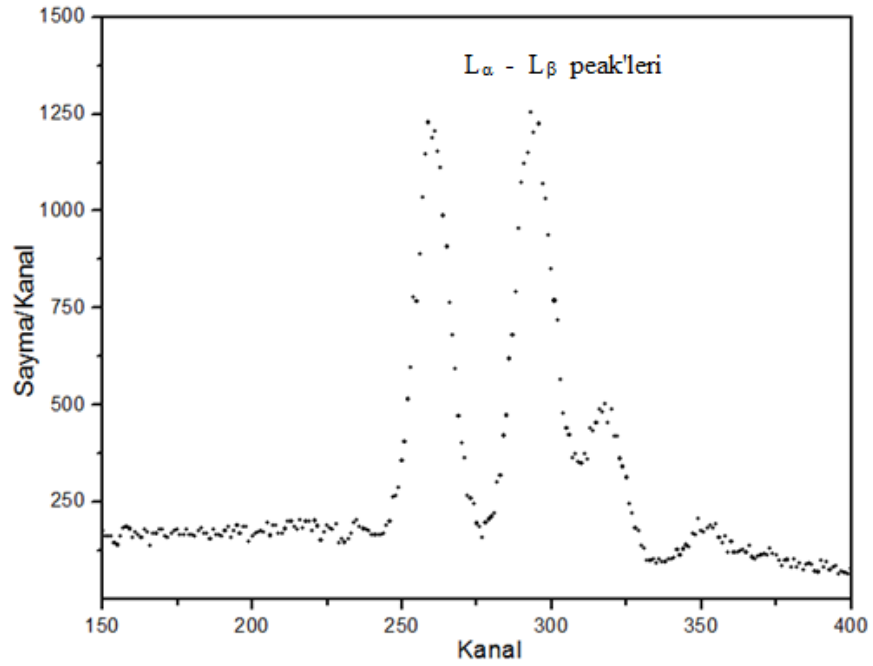


Şekil 4.12. Nd numunesiyle elde edilen $K_{\alpha 2}$ peak'inin temel sayma (B) ile net alan (P) değerinin ölçme sırası ile değişimi.

Çizelge 4.8. Karakteristik $K_{\alpha 2}$ peak'i için P/B ile FWHM değerleri.

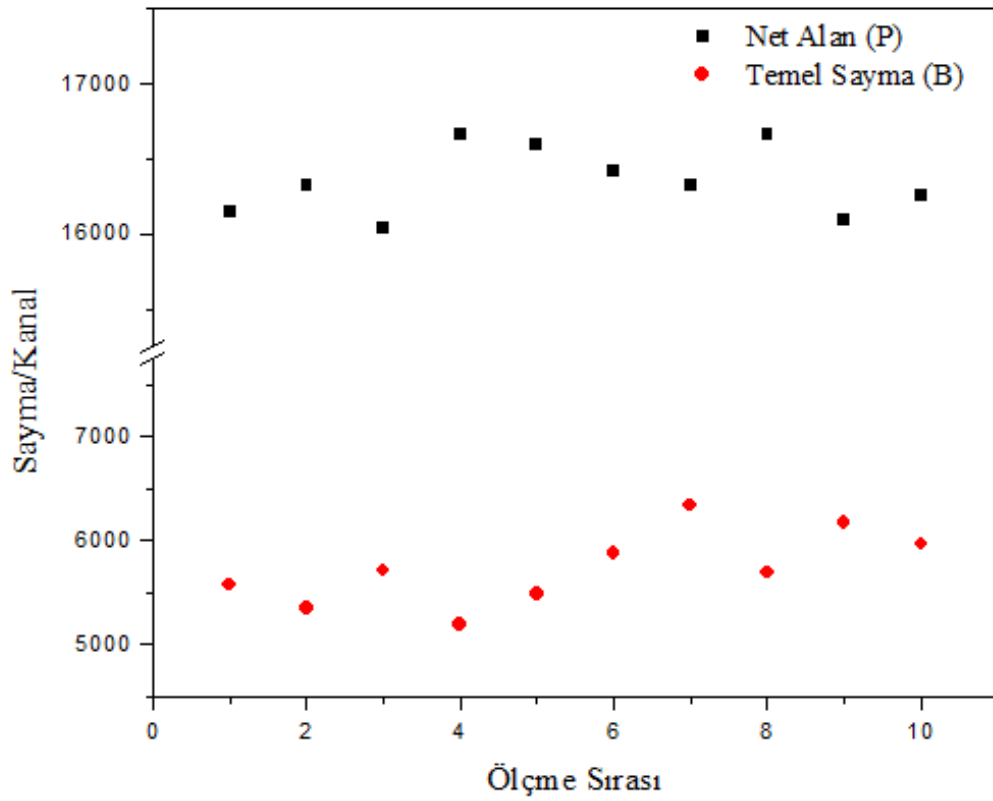
KARAKTERİSTİK $K_{\alpha 2}$ PEAK		
Ölçme Sırası	P/B	FWHM
1	12,910	21
2	12,283	23
3	13,774	24
4	12,739	22
5	12,516	22
6	12,386	23
7	12,844	21
8	12,587	23
9	12,845	21
10	12,837	21

Şekil 4.13'de Nd numunesinin karakteristik L_{α} ve L_{β} peak'leri verilmektedir.



Şekil 4.13. Nd numunesinin L_{α} ve L_{β} peak'leri.

Şekil 4.14'de Nd numunesi ile ard arda 10 kez 7200 s'lik sürelerde alınan spektrumlardan elde edilen karakteristik $L_{\beta 1}$ peak'lerinin temel sayma (B) bölgesi ve net alanın (P) ölçme sırasıyla değişimi gösterilmiştir. Çizelge 4.9'da ise Nd numunesi ile ard arda 10 kez 7200 s süresince alınan spektrumlardan elde edilen karakteristik $L_{\beta 1}$ peak'leri için net alan/temel sayma (P/B) ve FWHM değerleri verilmiştir.

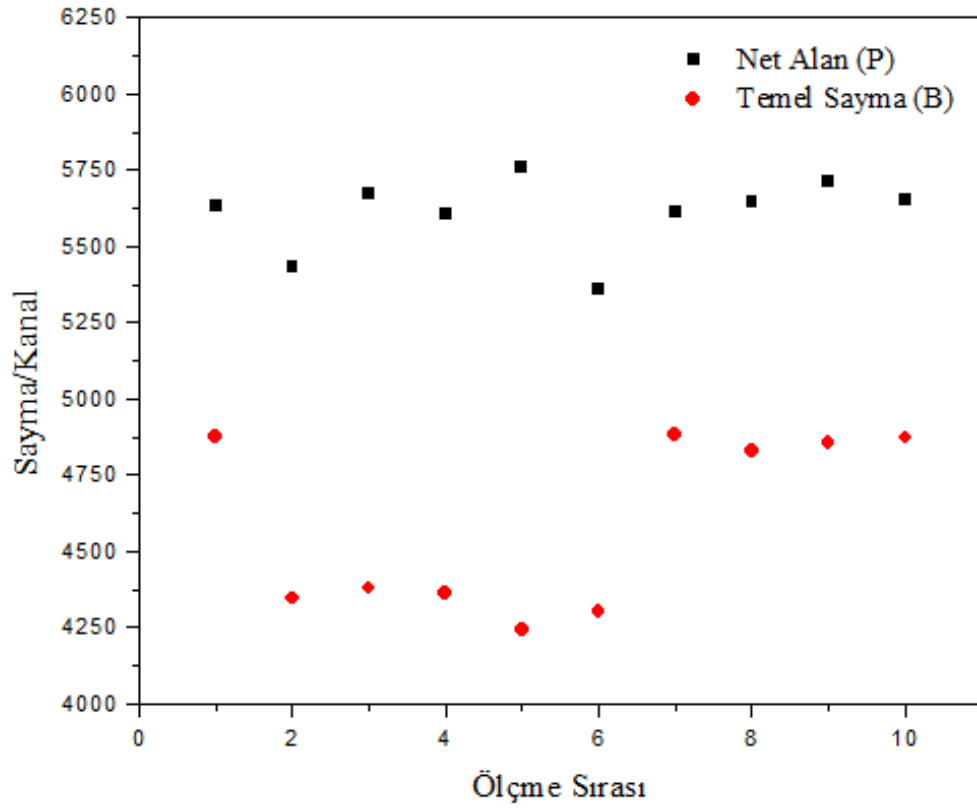


Şekil 4.14. Nd numunesiyle elde edilen $L_{\beta 1}$ peak'inin temel sayma (B) ile net alan (P) değerinin ölçme sırası ile değişimi.

Çizelge 4.9. Karakteristik $L_{\beta 1}$ peak'i için P/B ile FWHM değerleri.

KARAKTERİSTİK $L_{\beta 1}$ PEAK		
Ölçme Sırası	P/B	FWHM
1	2,897	14
2	3,046	14
3	2,806	14
4	3,209	14
5	3,019	15
6	2,789	15
7	2,574	15
8	2,925	14
9	2,609	14
10	2,723	14

Şekil 4.15'de Nd numunesi ile ard arda 10 kez 7200 s'lik sürelerde alınan spektrumlardan elde edilen karakteristik $L_{\beta 2}$ peak'lerinin temel sayma (B) bölgesi ve net alanın (P) ölçme sırasıyla değişimi gösterilmiştir. Çizelge 4.10'da ise Nd numunesi ile ard arda 10 kez 7200 s süresince alınan spektrumlardan elde edilen karakteristik $L_{\beta 2}$ peak'leri için net alan/temel sayma (P/B) ve FWHM değerleri verilmiştir.

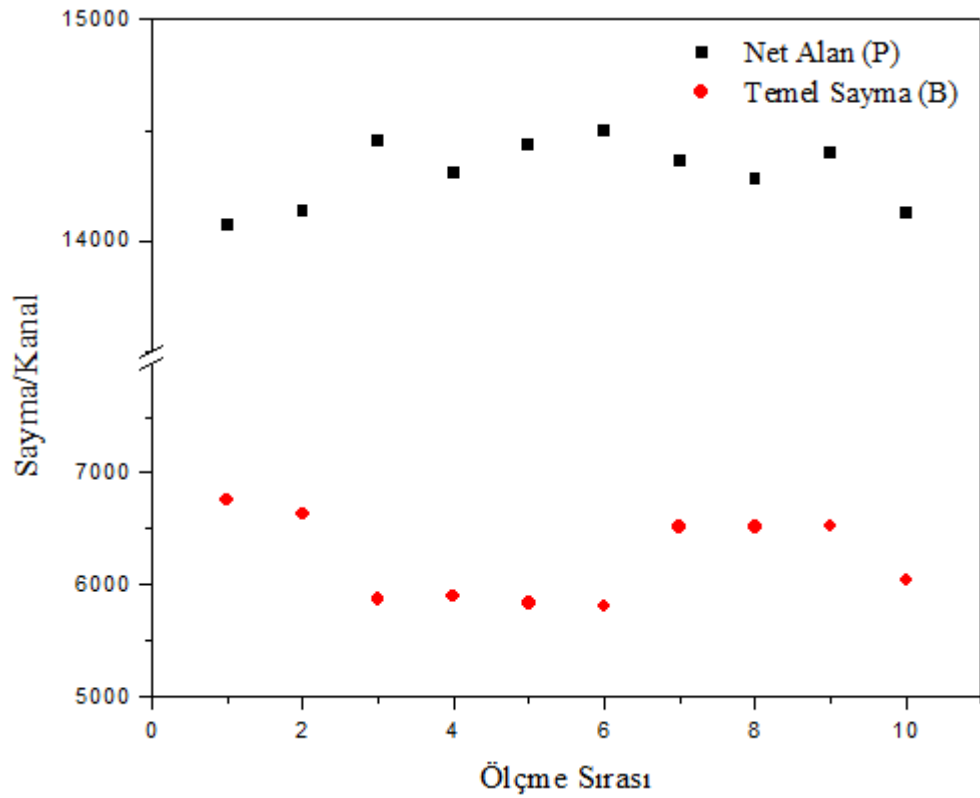


Şekil 4.15. Nd numunesiyle elde edilen $L_{\beta 2}$ peak'inin temel sayma (B) ile net alan (P) değerinin ölçme sırası ile değişimi.

Çizelge 4.10. Karakteristik $L_{\beta 2}$ peak'i için P/B ile FWHM değerleri.

KARAKTERİSTİK $L_{\beta 2}$ PEAK		
Ölçme Sırası	P/B	FWHM
1	1,154	15
2	1,250	15
3	1,294	15
4	1,284	15
5	1,358	15
6	1,246	15
7	1,149	15
8	1,168	15
9	1,175	15
10	1,160	15

Şekil 4.16'da Nd numunesi ile ard arda 10 kez 7200 s'lik sürelerde alınan spektrumlardan elde edilen karakteristik $L_{\alpha 1,2}$ peak'lerinin temel sayma (B) bölgesi ve net alanın (P) ölçme sırasıyla değişimi gösterilmiştir. Çizelge 4.11'de ise Nd numunesi ile ard arda 10 kez 7200 s süresince alınan spektrumlardan elde edilen karakteristik $L_{\alpha 1,2}$ peak'leri için net alan/temel sayma (P/B) ve FWHM değerleri verilmiştir.



Şekil 4.16. Nd numunesiyle elde edilen $L_{\alpha 1,2}$ peak'inin temel sayma (B) ile net alan (P) değerinin ölçme sırası ile değişimi.

Çizelge 4.11. Karakteristik $L_{\alpha 1,2}$ peak'i için P/B ile FWHM değerleri.

KARAKTERİSTİK $L_{\alpha 1,2}$ PEAK		
Ölçme Sırası	P/B	FWHM
1	2,082	13
2	2,130	13
3	2,460	14
4	2,425	13
5	2,475	13
6	2,495	13
7	2,204	13
8	2,191	13
9	2,206	13
10	2,339	13

Aynı zamanda Nd numunesi 10 kez ayrı ayrı hazırlanarak her biri için aynı deneysel koşullarda 7200 s süresince spektrumlar alındı. Buradaki amaç yine deney sistemi ve numune hazırlamadan kaynaklanabilecek hataları belirlemektir. Her bir spektrum için koherent, inkoherent, karakteristik peak'lerin net alanları ile temel sayma şiddetleri belirlendi. Şiddetlerdeki rölatif standart sapmalar (RSD) bölüm 2.4.1'de 2.10 ifadesine göre hesaplanarak Çizelge 4.12 ve Çizelge 4.13'de verilmiştir.

Çizelge 4.12. Karakteristik, koherent ve inkoherent peak'lerin şiddetlerindeki rölatif standart sapmalar (RSD).

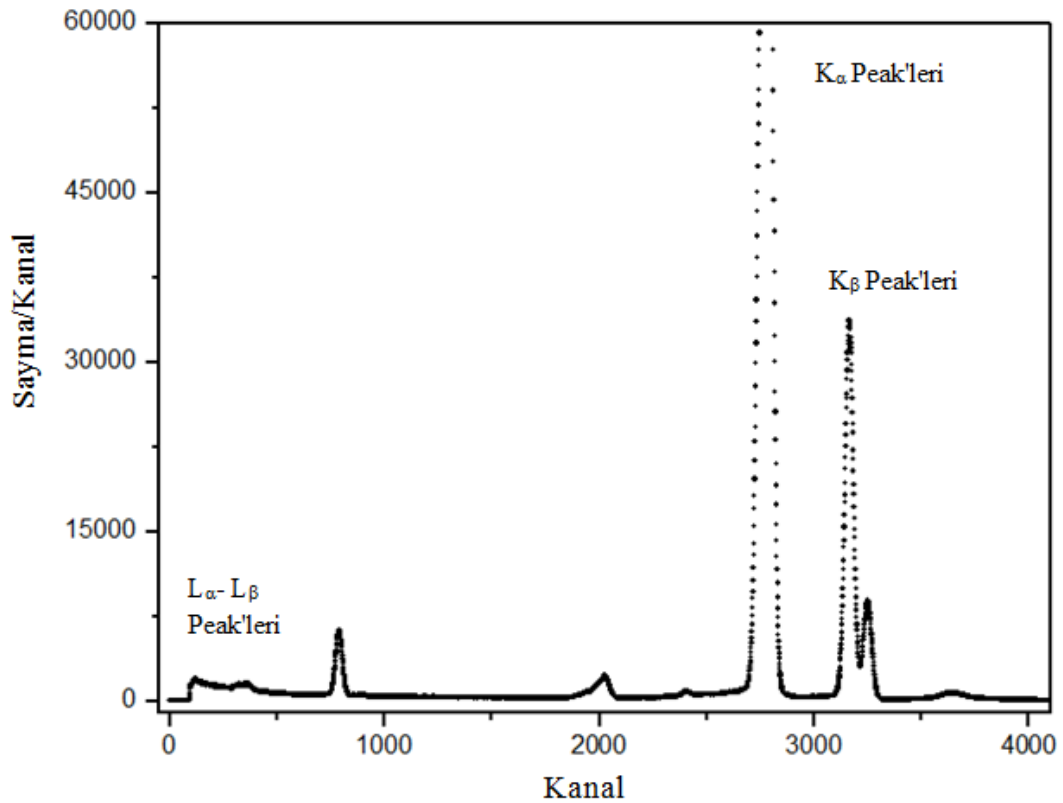
Numune	Peak'ler	Peak Enerjisi (keV)	10 numuneden birer ölçüm (RSD)	1 numuneden onar ölçüm (RSD)
Nd ₂ O ₃	Koherent	59,54	0,01264	0,01138
	İnkoherent	48,39	0,02316	0,01544
	$K_{\beta 2}$	43,45	0,02794	0,00304
	$K_{\beta 1}$	42,39	0,01012	0,00138
	$K_{\alpha 1}$	37,36	0,01137	0,00323
	$K_{\alpha 2}$	36,85	0,01629	0,01026
	$L_{\beta 1}$	5,72	0,06187	0,01401
	$L_{\beta 2}$	6,09	0,09520	0,02167
	$L_{\alpha 1,2}$	5,22	0,05648	0,01037

Çizelge 4.13. Karakteristik, koherent ve inkoherent peak'lerin temel sayma şiddetlerindeki rölatif standart sapmalar (RSD).

Numune	Peak'ler	Peak Enerjisi (keV)	10 numuneden birer ölçüm (RSD)	1 numuneden onar ölçüm (RSD)
Nd ₂ O ₃	Koherent	59,54	0,06845	0,04730
	İnkoherent	48,39	0,04551	0,01597
	$K_{\beta 2}$	43,45	0,07166	0,04908
	$K_{\beta 1}$	42,39	0,04014	0,03344
	$K_{\alpha 1}$	37,36	0,05716	0,01831
	$K_{\alpha 2}$	36,85	0,06901	0,02289
	$L_{\beta 1}$	5,72	0,09316	0,06234
	$L_{\beta 2}$	6,09	0,10901	0,06236
	$L_{\alpha 1,2}$	5,22	0,10465	0,06101

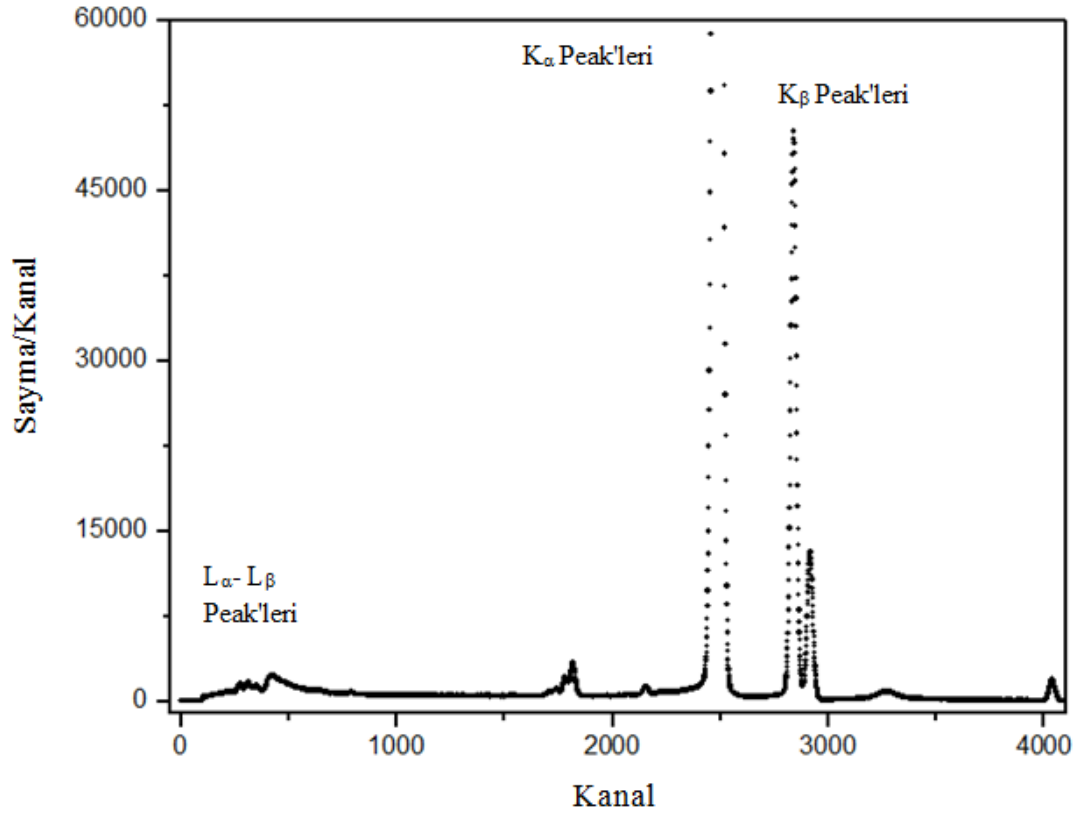
4.3. Farklı Şekillendirme Zamanları (Shaping Time) İçin Alınan Ölçüler

Yükseltici (amplifier) üzerinde bulunan 6 farklı şekillendirme süresi kullanılarak Nd numunesi ile 7200 s'lik spektrumlar alındı. Puls şeklini belirleyen şekillendirme zamanının uzun tutulması, spektrumdaki tepelerin daha iyi ayrılmasını sağlayarak rezolüsyonu iyileştirmektedir. Ancak sayma hızı azalmaktadır. Deney sisteminde kullanılan yükseltici üzerinde bulunan farklı şekillendirme zamanları şunlardır: 0,25 μ s, 1 μ s, 1,5 μ s, 4 μ s, 5 μ s, 6 μ s. Bu değerler kullanılarak elde edilen spektrumlarda şekillendirme süresinin peak'ler ve temel sayma üzerine etkisi incelenmiştir. Şekil 4.17'de en küçük şekillendirme zamanı olan 0,25 μ s için elde edilen spektrumun tamamı verilmiştir.

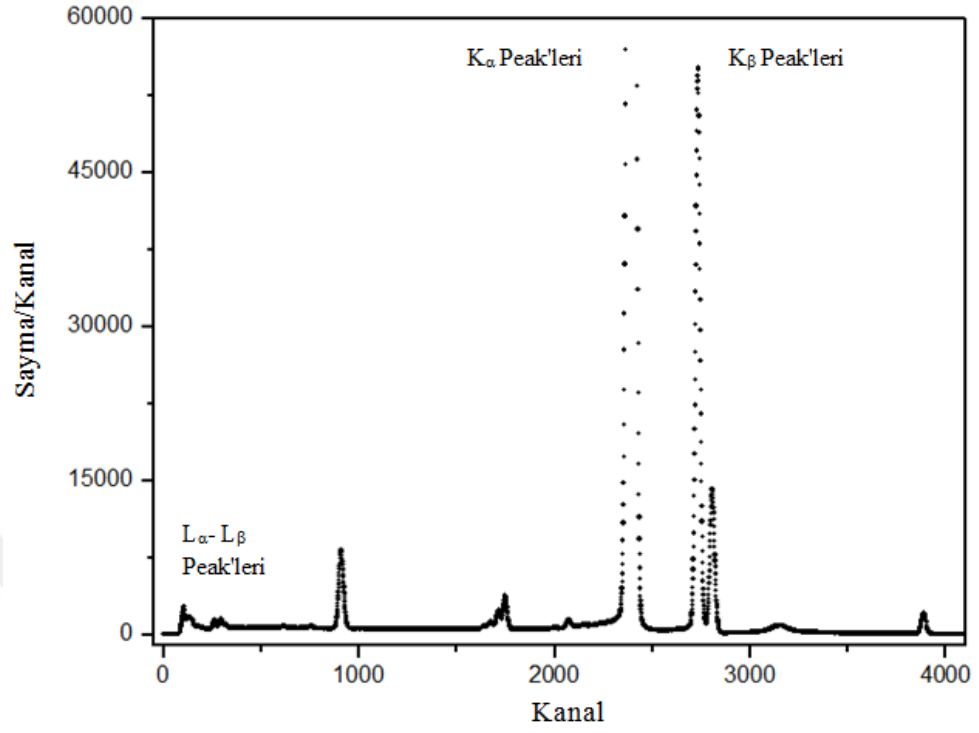


Şekil 4.17. Şekillendirme zamanı 0,25 μ s için elde edilen spektrum.

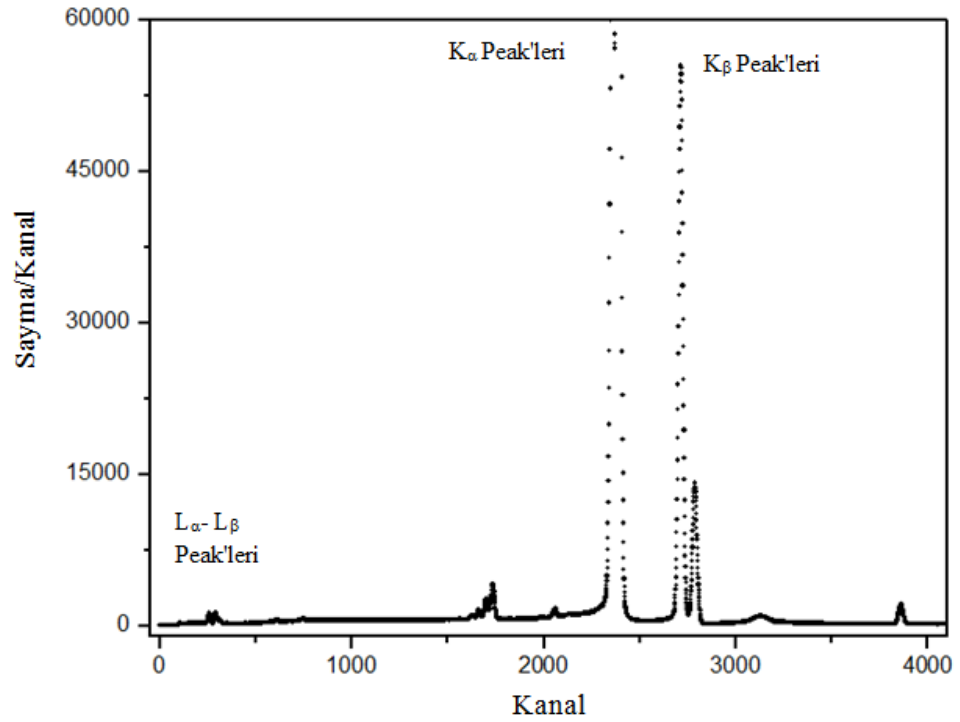
Spektrum incelendiğinde deney sisteminin en küçük şekillendirme zamanı için ayırma gücünün oldukça düşük olduğu, karakteristik tepelerin genişleyerek bozulduğu görülmektedir. Sırasıyla, Şekil 4.18, 4.19, 4.20, 4.21, 4.22'de 1,00 1,50, 4,00 5,00 ve 6,00 μ s'lik şekillendirme zamanları ile elde edilen spektrumlar verilmiştir.



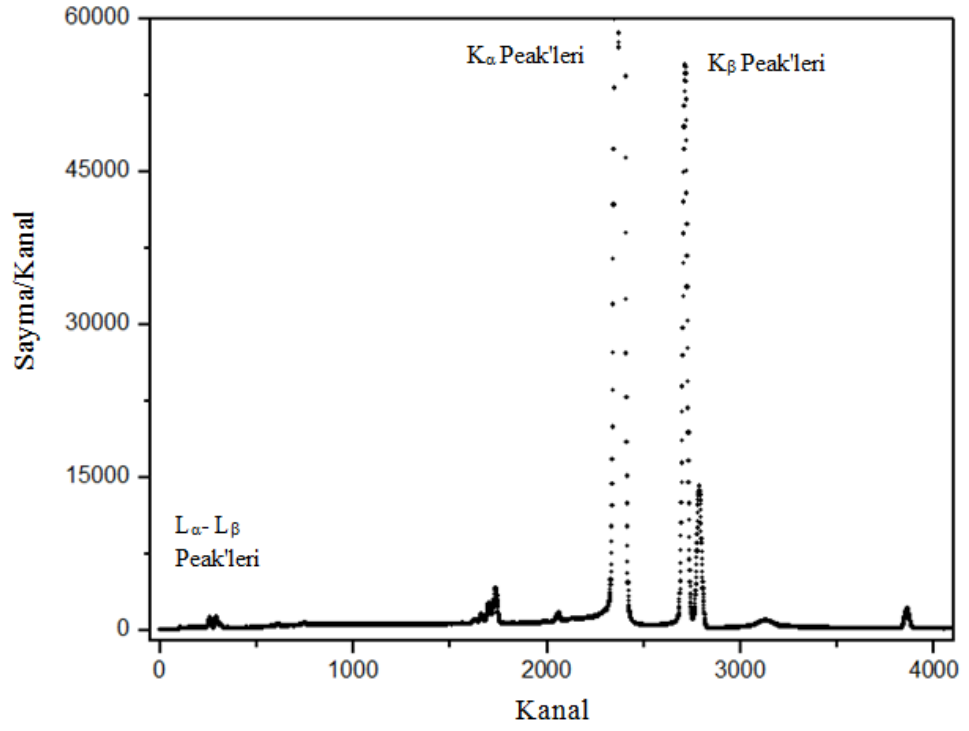
Şekil 4.18. Şekillendirme zamanı 1,00 μ s için elde edilen spektrum.



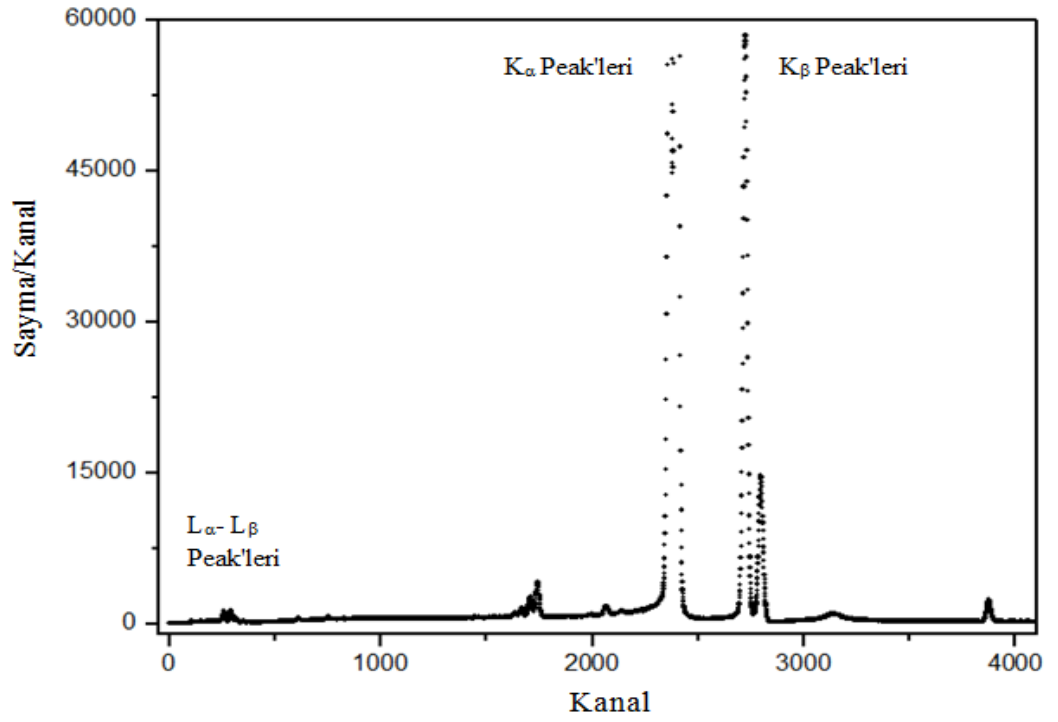
Şekil 4.19. Şekillendirme zamanı 1,50 μs için elde edilen spektrum.



Şekil 4.20. Şekillendirme zamanı 4,00 μs için elde edilen spektrum.



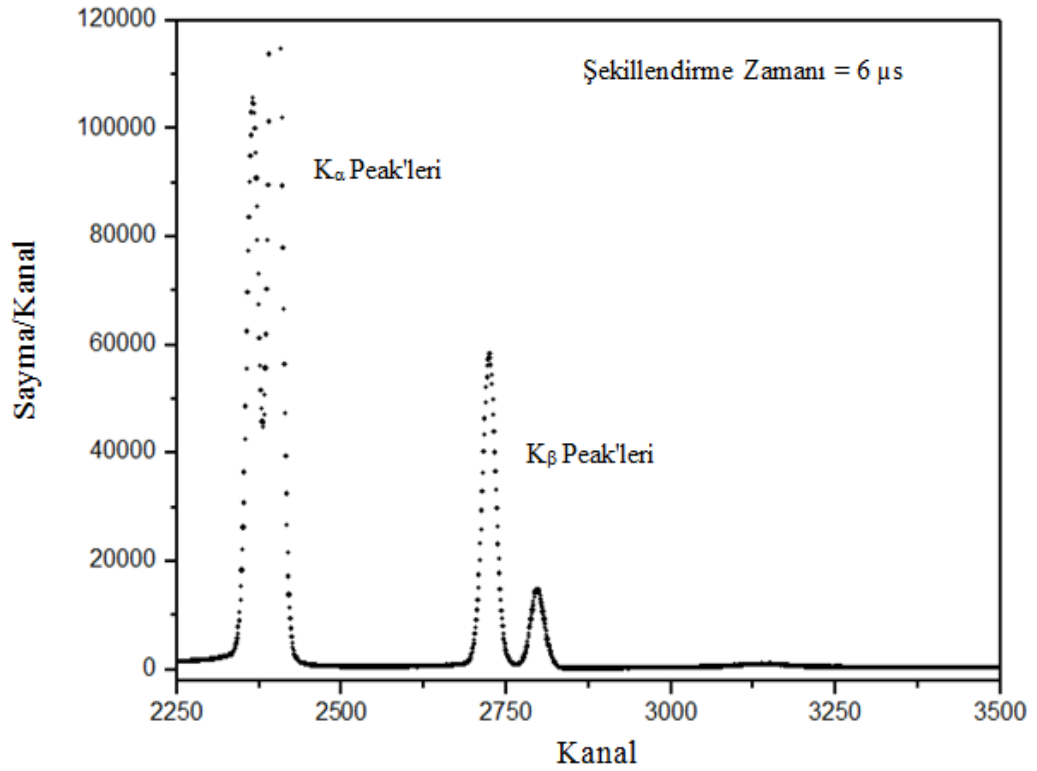
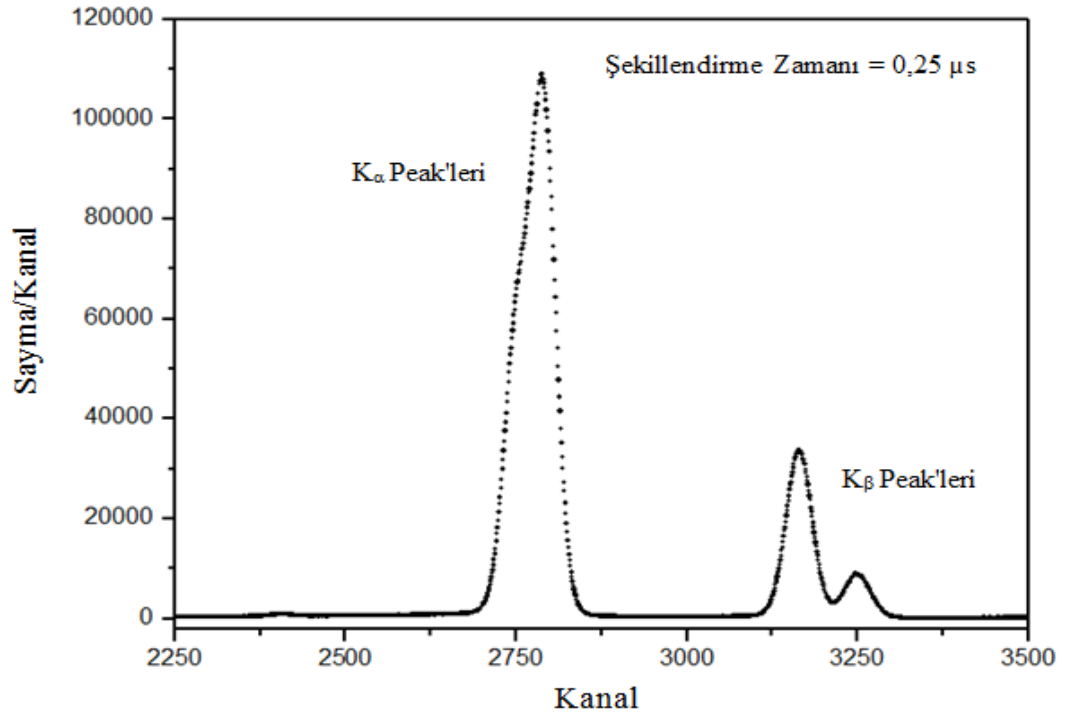
Şekil 4.21. Şekillendirme zamanı 5,00 μs için elde edilen spektrum.



Şekil 4.22. Şekillendirme zamanı 6,00 μs için elde edilen spektrum.

En küçük şekillendirme zamanı olan 0,25 μ s ile en büyük şekillendirme zamanı olan 6 μ s için karakteristik K_{α} ile K_{β} tepelerindeki deęişiklik Şekil 4.23'de gösterilmiştir. Şekillendirme zamanının 0,25 μ s olduęu durumda Nd numunesinin karakteristik K_{α} peak'leri spektrumda tek bir tepe şeklinde belirmiştir. Numunenin K_{β} peak'leri ise spektrumda ayrı ayrı gözükse de her bir tepe genişleyerek keskinliğini yitirmiştir. Aynı zamanda en küçük ve en büyük şekillendirme zamanları için K_{α} ve K_{β} karakteristik tepelerinde kanal kaymaları olduęu gözlenmiştir.





Şekil 4.23. Şekillendirme zamanı 0,25 μ s ile 6 μ s için Nd numunesinin karakteristik peak'leri.

Nd numunesinin K_{β} karakteristik peak'lerinin 0,25 μ s, 1 μ s, 1,5 μ s, 4 μ s, 5 μ s, ve 6 μ s'lik farklı şekillendirme zamanları için net alan (P), temel sayma (B), P/B ve FWHM değerleri Çizelge 4.14 ve 4.15'de verilmiştir.

Çizelge 4.14. Farklı şekillendirme zamanlarında $K_{\beta 2}$ peak'i için P, B, P/B ve FWHM değerleri.

Karakteristik $K_{\beta 2}$ peak'i	Şekillendirme Zamanı (μ s)	Net Alan (P) Sayma/Zaman	Temel Sayma (B) Sayma/Zaman	P/B	FWHM
	0,25	421767	22985	18,35	46
	1,00	409632	22104	18,53	31
	1,50	390524	19584	19,94	28
	4,00	380615	18880	20,16	27
	5,00	378861	17471	21,69	26
	6,00	378639	17238	21,97	26

Çizelge 4.15. Farklı şekillendirme zamanlarında $K_{\beta 1}$ peak'i için P, B, P/B ve FWHM değerleri.

Karakteristik $K_{\beta 1}$ peak'i	Şekillendirme Zamanı (μ s)	Net Alan (P) Sayma/Zaman	Temel Sayma (B) Sayma/Zaman	P/B	FWHM
	0,25	1580681	53979	29,28	45
	1,00	1566290	47270	33,13	30
	1,50	1556999	45021	34,58	27
	4,00	1503894	42436	35,44	26
	5,00	1449648	41958	35,54	25
	6,00	1441128	39732	36,27	25

Nd_2O_3 numunesinin sadece 0,25 μ s için K_{α} karakteristik peak'leri için net alan (P), temel sayma (B), P/B ve FWHM değerleri diğer şekillendirme zamanlarından ayrı olarak Çizelge 4.16'da verilmiştir. Çünkü 0,25 μ s'de $K_{\alpha 1}$ ile $K_{\alpha 2}$ peak'leri birleşerek

genişleyip tek bir tepe oluşturmuşlardır. Aynı zamanda küçük şekillendirme zamanları için karakteristik L peak'leri tam olarak oluşmadığı için bu bölümde onlara yer verilmemiştir. K_{α} karakteristik peak'lerinin birbirinden ayrıldığı diğer şekillendirme zamanları için net alan (P), temel sayma (B), P/B ve FWHM değerleri Çizelge 4.17 ve 4.18'de verilmiştir.

Çizelge 4.16. Karakteristik K_{α} peak'leri için 0,25 μ s şekillendirme zamanında P, B, P/B ve FWHM değerleri.

	Net Alan (P) Sayma/Zaman	Temel Sayma (B) Sayma/Zaman	P/B	FWHM
0,25 μ s	7124825	163365	43,61	64

Çizelge 4.17. Farklı şekillendirme zamanlarında $K_{\alpha 1}$ peak'i için P, B, P/B ve FWHM değerleri.

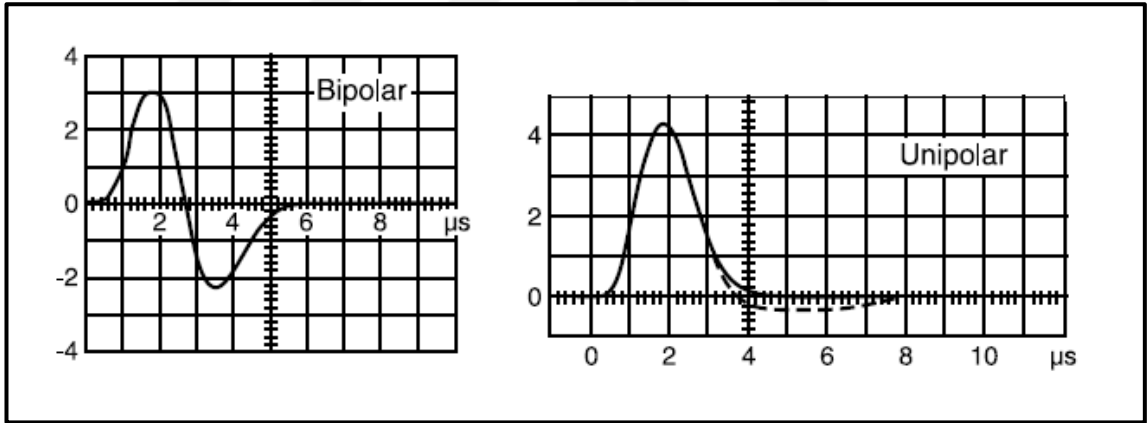
Karakteristik $K_{\alpha 1}$ peak'i	Şekillendirme Zamanı (μ s)	Net Alan (P) Sayma/Zaman	Temel Sayma (B) Sayma/Zaman	P/B	FWHM
	1	4528460	118083	38,35	26
	1,5	4484304	116711	38,42	24
	4	4256912	99998	42,57	22
	5	4156842	96654	43,00	22
	6	4142361	96966	42,72	22

Çizelge 4.18. Farklı şekillendirme zamanlarında $K_{\alpha 2}$ peak'i için P, B, P/B ve FWHM değerleri.

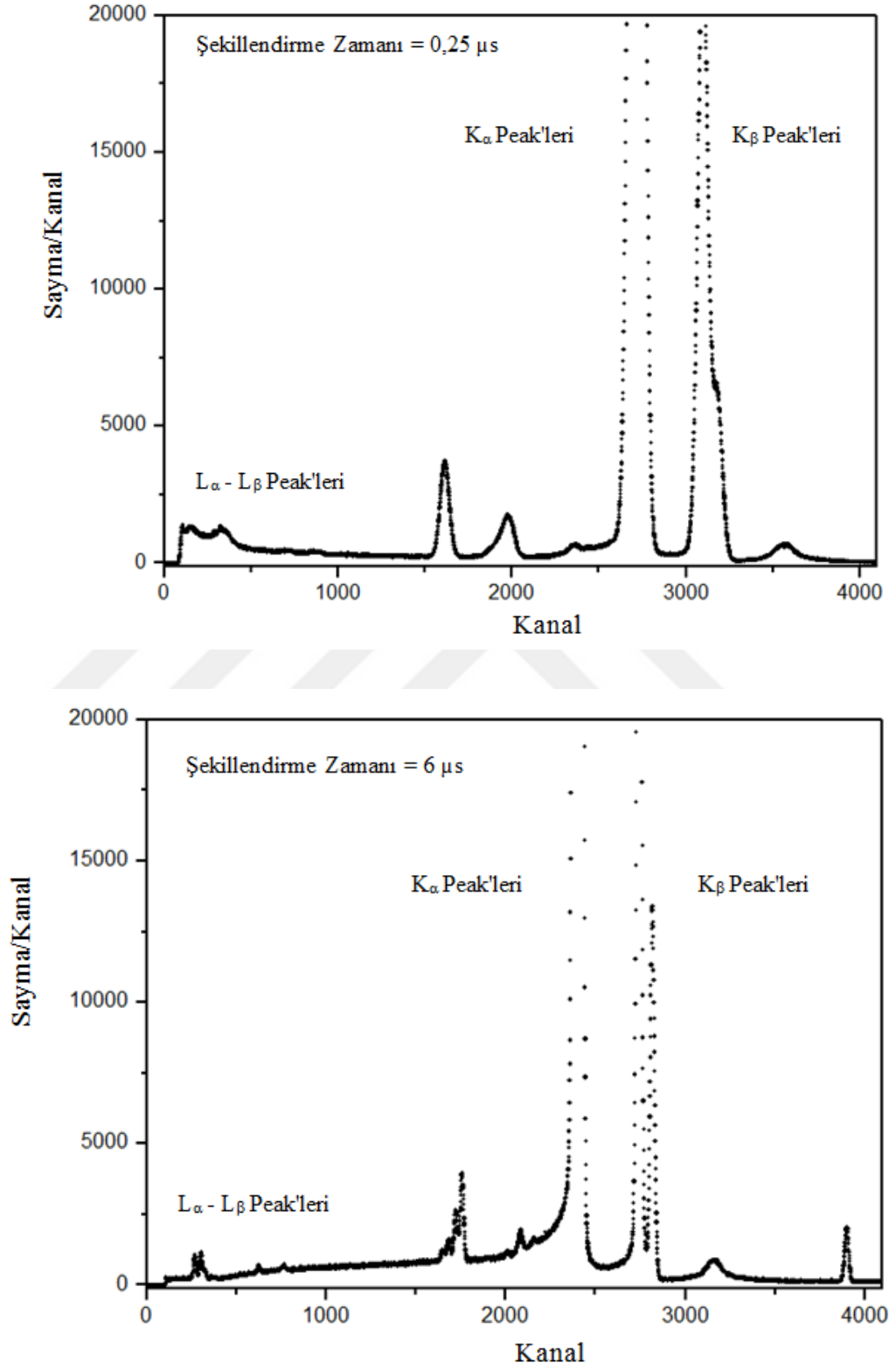
Karakteristik $K_{\alpha 2}$ peak'i	Şekillendirme Zamanı (μs)	Net Alan (P) Sayma/Zaman	Temel Sayma (B) Sayma/Zaman	P/B	FWHM
	1	2501128	134192	18,64	27
	1,5	2499936	118872	21,03	25
	4	2457235	115045	21,35	23
	5	2369524	103699	22,85	23
	6	2312090	91940	25,15	23

4.4. Unipolar ve Bipolar Çıkışlara Göre Alınan Ölçüler

Yükseltici üzerinde unipolar ve bipolar olmak üzere iki farklı çıkış bulunmaktadır. Unipolar çıkış kullanıldığında ya tamamen pozitif ya da tamamen negatif bir sinyal elde edilir. Bipolar çıkış kullanıldığında ise sinyal hem pozitif hem de negatif bileşene sahip olur. Genellikle unipolar çıkış tercih edilerek daha iyi sinyal/gürültü oranı elde edilebilir (Aylıkçı 2006). Unipolar ve bipolar çıkışlar kullanılarak elde edilen sinyaller Şekil 4.24'de gösterilmiştir. Nd numunesi kullanılarak en büyük ve en küçük şekillendirme zamanları için bipolar çıkış üzerinden 7200s'lik ölçüler alındı. En küçük ve en büyük şekillendirme zamanları için bipolar çıkış kullanılarak Nd numunesi için alınan spektrumlar Şekil 4.25'de verilmiştir.



Şekil 4.24. Unipolar ve bipolar çıkışlar.



Şekil 4.25. En küçük ve en büyük şekillendirme zamanları için bipolar çıkış kullanılarak Nd numunesinden elde edilen spektrumlar.

0,25 μ s'lik şekillendirme zamanı ile elde edilen Nd numunesinin K_{α} ve K_{β} karakteristik tepelerine ait net alan (P), temel sayma (B), P/B ve FWHM değerleri Çizelge 4.19, 4.20 ve 4.21'de verilmiştir.

Çizelge 4.19. Nd numunesinin K_{α} peak'inin 0,25 μ s'lik şekillendirme zamanı için P, B, P/B ve FWHM değerleri.

	Net Alan (P) Sayma/Zaman	Temel Sayma (B) Sayma/Zaman	P/B	FWHM
0,25 μs	7117305	202315	35,18	78

Şekil 4.34'de görüldüğü üzere Nd numunesinin karakteristik $K_{\alpha 1}$ ve $K_{\alpha 2}$ tepeleri tek bir peak olarak (K_{α}) spektrumda şekillenmiştir. Bu yüzden çizelge 4.18'de tek bir peak için hesaplanan değerler verilmiştir.

Çizelge 4.20. Nd numunesinin $K_{\beta 2}$ peak'inin 0,25 μ s'lik şekillendirme zamanı için P, B, P/B ve FWHM değerleri.

	Net Alan (P) Sayma/Zaman	Temel Sayma (B) Sayma/Zaman	P/B	FWHM
0,25 μs	404237	31776	12,72	65

Çizelge 4.21. Nd numunesinin $K_{\beta 1}$ peak'inin 0,25 μ s'lik şekillendirme zamanı için P, B, P/B ve FWHM değerleri.

0,25 μ s	Net Alan (P) Sayma/Zaman	Temel Sayma (B) Sayma/Zaman	P/B	FWHM
	1612279	90351	17,84	68

Çizelge 4.22, 4.23, 4.24 ve 4.25'de 6 μ s olarak belirlenen şekillendirme zamanı için net alan (P), temel sayma (B), P/B ve FWHM değerleri Nd numunesinin K_{α} ve K_{β} karakteristik tepeleri için verilmiştir.

Çizelge 4.22. Nd numunesinin $K_{\alpha 1}$ peak'inin 6 μ s'lik şekillendirme zamanı için P, B, P/B ve FWHM değerleri.

6 μ s	Net Alan (P) Sayma/Zaman	Temel Sayma (B) Sayma/Zaman	P/B	FWHM
	4091025	125435	32,61	24

Çizelge 4.23. Nd numunesinin $K_{\alpha 2}$ peak'inin 6 μ s'lik şekillendirme zamanı için P, B, P/B ve FWHM değerleri.

6 μ s	Net Alan (P) Sayma/Zaman	Temel Sayma (B) Sayma/Zaman	P/B	FWHM
	2330395	181865	12,81	25

Çizelge 4.24. Nd numunesinin $K_{\beta 2}$ peak'inin için 6 μ s'lik şekillendirme zamanı için P, B, P/B ve FWHM değerleri.

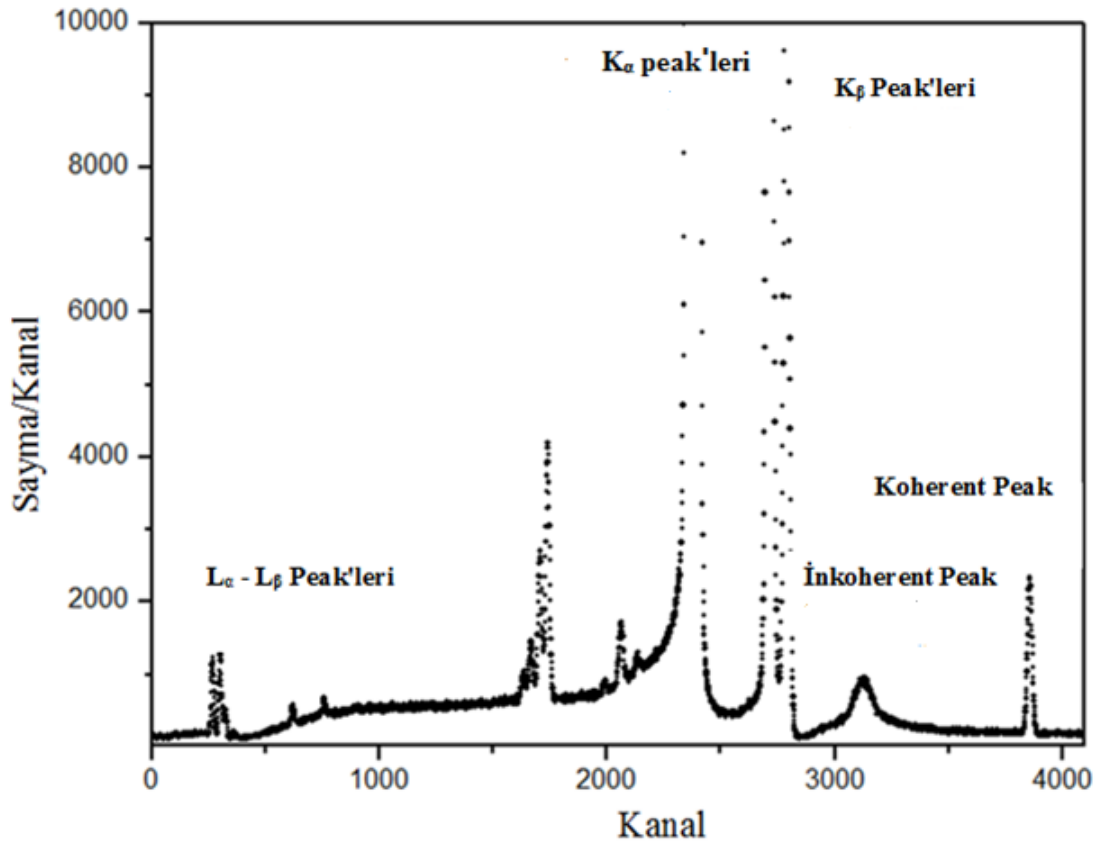
6 μ s	Net Alan (P) Sayma/Zaman	Temel Sayma (B) Sayma/Zaman	P/B	FWHM
	378094	35733	10,58	29

Çizelge 4.25. Nd numunesinin $K_{\beta 1}$ peak'inin 6 μ s'lik şekillendirme zamanı için P, B, P/B ve FWHM değerleri.

6 μ s	Net Alan (P) Sayma/Zaman	Temel Sayma (B) Sayma/Zaman	P/B	FWHM
	1446772	90568	15,97	28

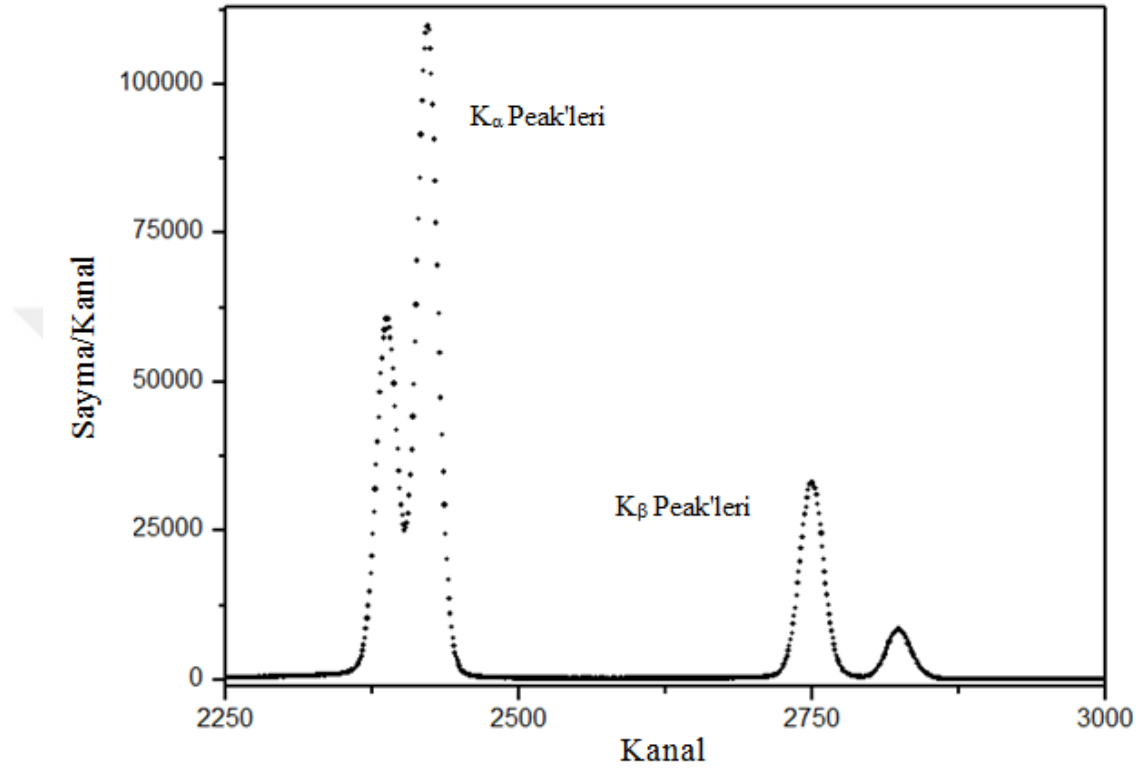
4.5. Ölçme Sistemi Üzerine Mekanik Gürültü Etkisi

Ölçülen spektrumlara mekanik gürültünün (sesin) etkisinin incelenmesi için, belirli bir kaynaktan yaklaşık olarak 50 dB ile 100 dB aralığında değişen mekanik gürültü üretildi. Gürültü seviyesi, 130 dB'e kadar hassas ölçme yapabilen ses seviyesi ölçüm cihazı yardımıyla dedektör kristalinin bulunduğu yerde ölçüldü. Ses kaynağı sabit bir noktaya yerleştirilerek ses seviyesi önceden belirlenen değerlere ayarlandı. Nd numunesi kullanılarak 3600 s'lik ölçüler alındı. Şekil 4.26'da spektrometre üzerine etkileyen herhangi bir mekanik gürültü yokken elde edilen spektrum verilmiştir.



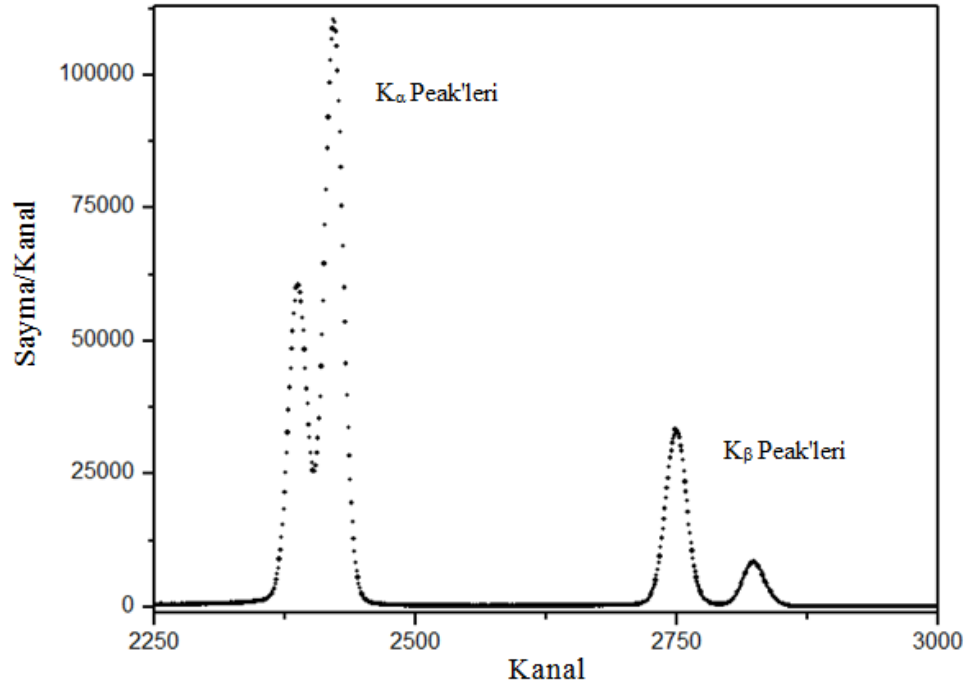
Şekil 4.26. Sisteme gürültü uygulanmadan Nd numunesi ile alınan tam spektrum.

Şekil 4.27'de herhangi bir mekanik gürültü uygulanmadan önce Nd numunesinin karakteristik K_α ve K_β peak'leri gösterilmiştir.

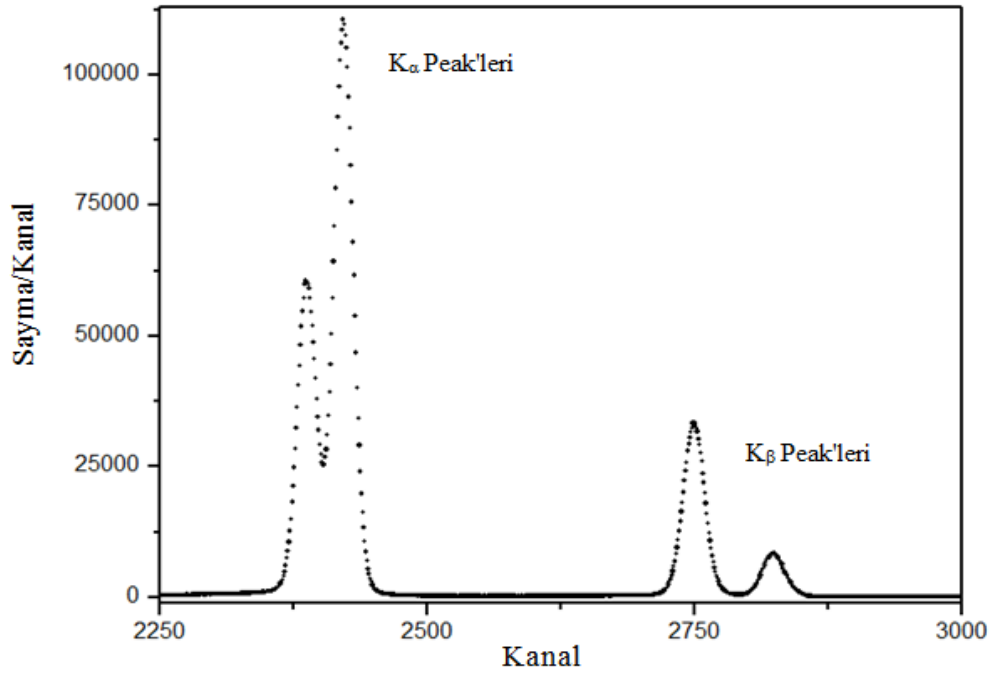


Şekil 4.27. Herhangi bir mekanik gürültü uygulanmadan önce Nd numunesinin sadece karakteristik K_α ve K_β peak'leri.

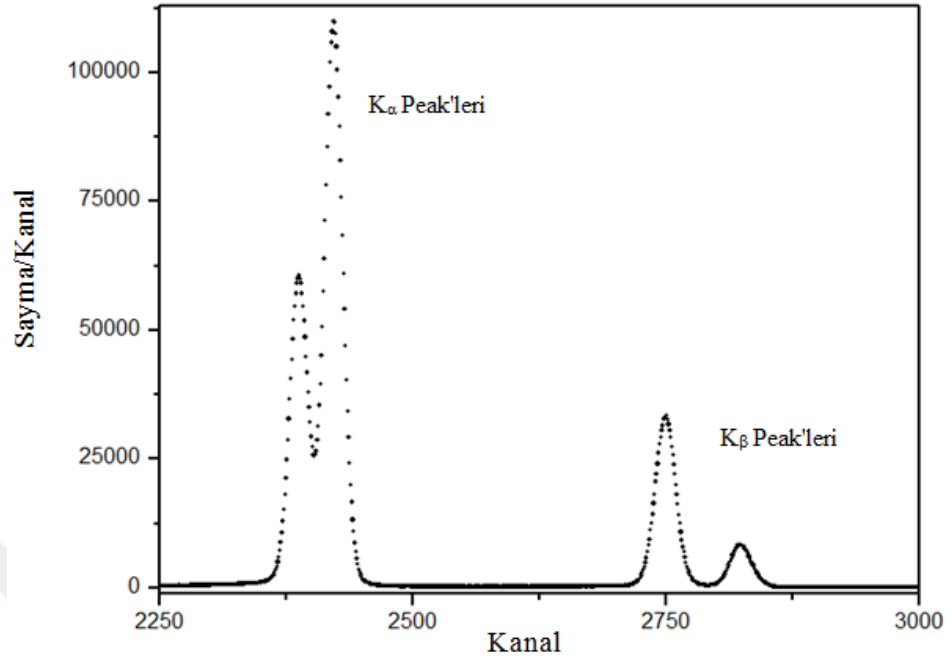
Deney sistemi üzerine sabit bir ses kaynağı üzerinden uygulanan 50 dB, 60 dB, 70 dB, 80 dB, 90 dB ve 100 dB şiddetindeki mekanik gürültü sonucu Nd numunesi için karakteristik K_α ve K_β peak'lerini veren spektrumlar sırasıyla Şekil 4.28-33'de verilmiştir.



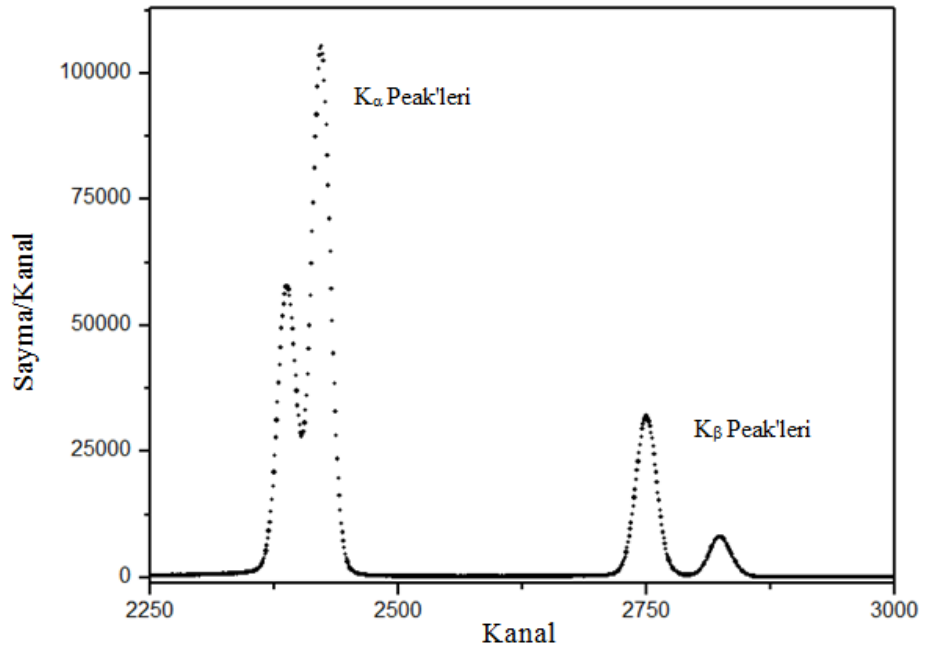
Şekil 4.28. Nd numunesine 50 dB'lik mekanik gürültü uygulanarak elde edilen karakteristik K_α ve K_β peak'leri.



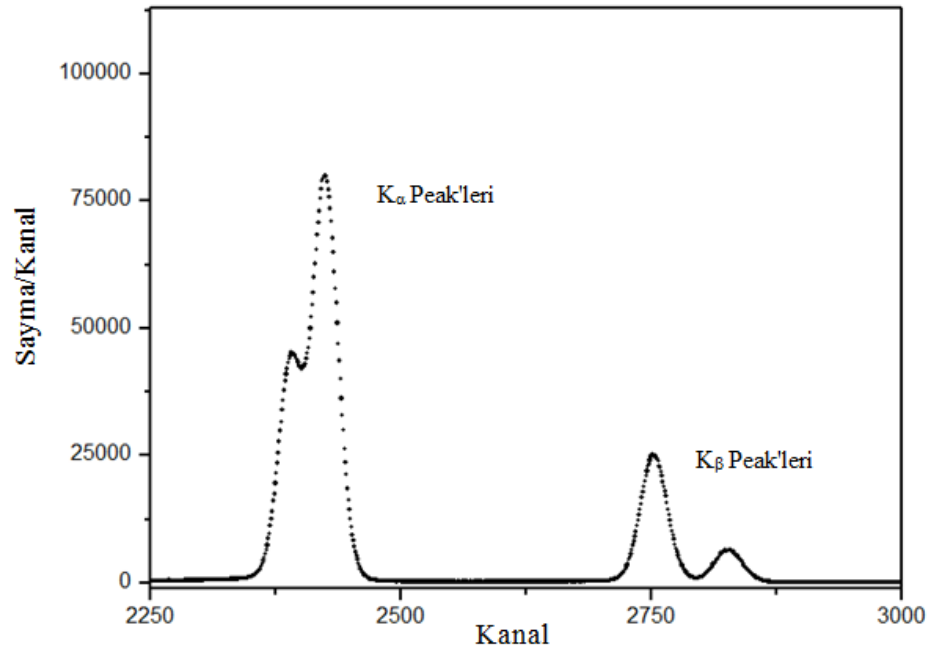
Şekil 4.29. Nd numunesine 60 dB'lik mekanik gürültü uygulanarak elde edilen karakteristik K_α ve K_β peak'leri.



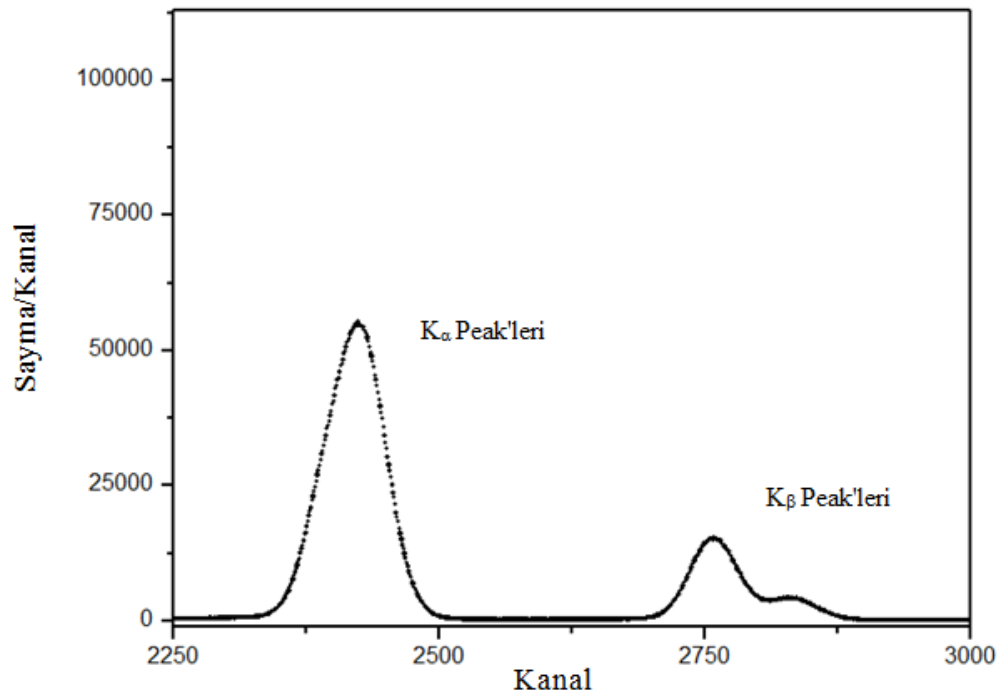
Şekil 4.30. Nd numunesine 70 dB'lik mekanik gürültü uygulanarak elde edilen karakteristik K_{α} ve K_{β} peak'leri.



Şekil 4.31. Nd numunesine 80 dB'lik mekanik gürültü uygulanarak elde edilen karakteristik K_{α} ve K_{β} peak'leri.



Şekil 4.32. Nd numunesine 90 dB'lik mekanik gürültü uygulanarak elde edilen karakteristik K_{α} ve K_{β} peak'leri.



Şekil 4.33. Nd numunesine 100 dB'lik mekanik gürültü uygulanarak elde edilen karakteristik K_{α} ve K_{β} peak'leri.

Nd numunesinden elde edilen Nd'nin karakteristik K_α ve K_β peak'lerinin deney sistemi üzerine sırasıyla 50 dB, 60 dB, 70 dB, 80dB, 90dB, 100dB ile herhangi bir gürültü uygulanmadan net alan (P), temel sayma (B), P/B ve FWHM değerleri Çizelge 4.26 ve Çizelge 4.27 ile verilmiştir.

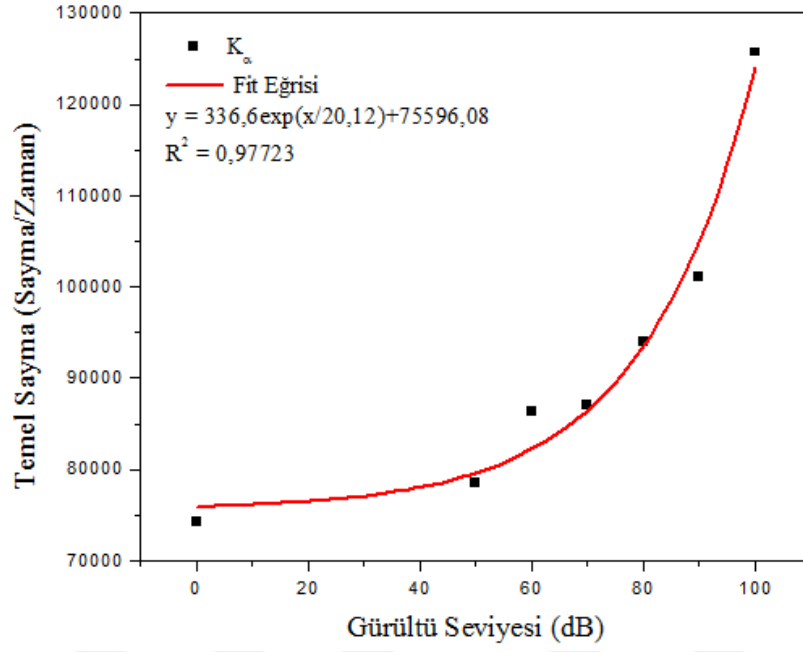
Çizelge 4.26. Farklı gürültü seviyelerinde Nd'nin K_α peak'lerinin P, B, P/B ve FWHM değerleri.

Karakteristik K_α peak'leri	Gürültü Seviyesi (dB)	Net Alan (P) (Sayma/Zaman)	Temel Sayma (B) (Sayma/Zaman)	P/B	FWHM
	0	3807148	74222	51,29	21
	50	3809731	78469	48,55	22
	60	3811828	86412	44,11	22
	70	3810628	87002	43,80	22
	80	3811290	94050	40,52	23
	90	3818503	101137	37,76	30
	100	3832314	125696	30,49	66

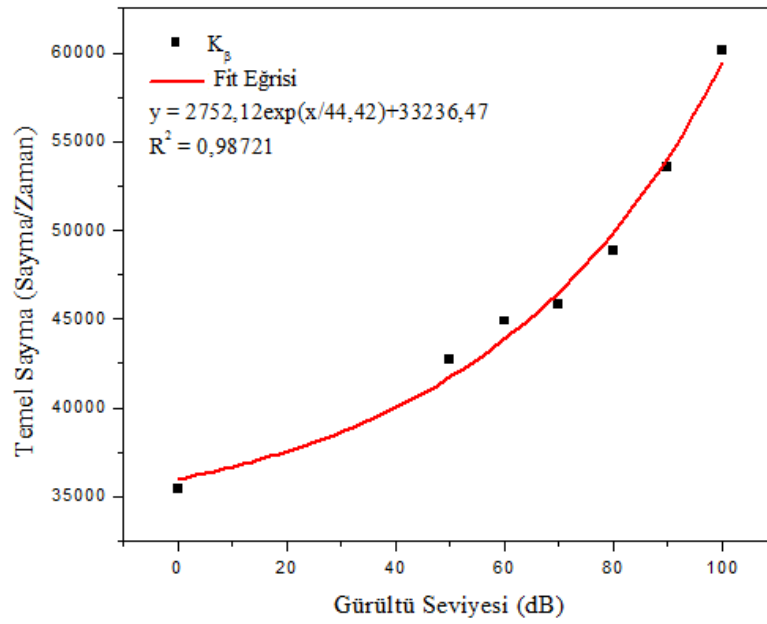
Çizelge 4.27. Farklı gürültü seviyelerinde Nd'nin K_β peak'lerinin P, B, P/B ve FWHM değerleri.

Karakteristik K_β peak'leri	Gürültü Seviyesi (dB)	Net Alan (P) (Sayma/Zaman)	Temel Sayma (B) (Sayma/Zaman)	P/B	FWHM
	0	1060121	35429	29,92	25
	50	1059291	42759	24,77	25
	60	1058711	44899	23,58	25
	70	1060510	45850	23,13	26
	80	1057936	48884	21,64	26
	90	1062018	53582	19,82	33
	100	1067019	60111	17,75	54

Farklı gürültü seviyeleri için karakteristik K_α ve K_β peak'lerinin temel saymasındaki (B) değişim Şekil 4.34 ve 4.35'de gösterilmiştir.

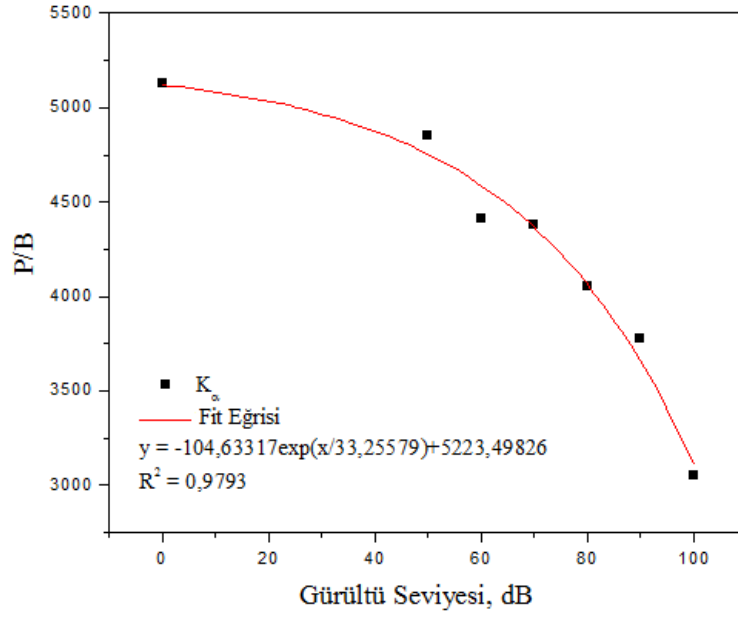


Şekil 4.34. Nd'nin K_α peak'inde farklı gürültü seviyelerine karşı temel saymanın (B) değişimi.

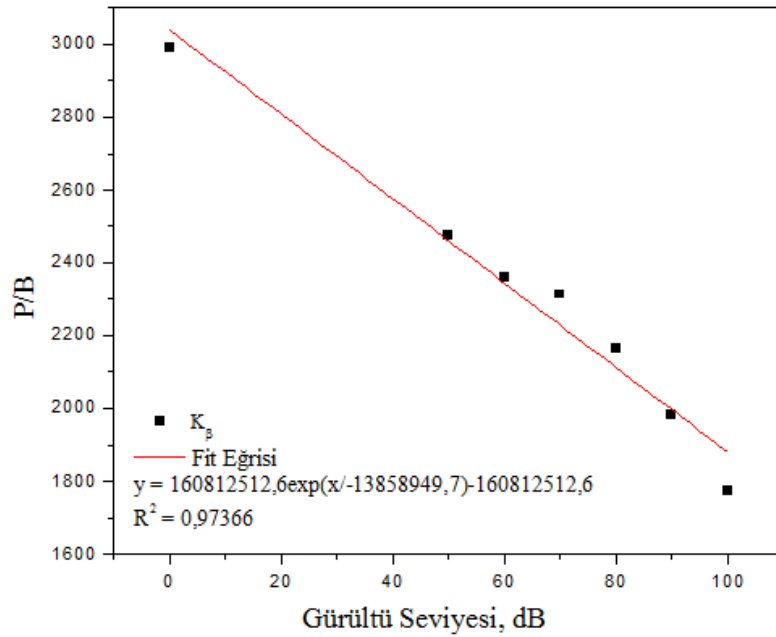


Şekil 4.35. Nd'nin K_β peak'inde farklı gürültü seviyelerine karşı temel saymanın (B) değişimi.

Farklı gürültü seviyeleri için karakteristik K_α ve K_β peak'lerinin peak/temel sayma (P/B) değerlerindeki değişim Şekil 4.36 ve 4.37'de gösterilmiştir.



Şekil 4.36. Nd'nin K_α peak'inde farklı gürültü seviyelerine karşı P/B değişimi.



Şekil 4.37. Nd'nin K_β peak'inde farklı gürültü seviyelerine karşı P/B değişimi.

4.6. Aynı Ortalama Atom Numarasına Esasen Hazırlanan Numuneler İçin Alınan Ölçüler

İncelenen Nd numunesinin numune bağlayıcı $C_6H_{10}O_5$ ile birlikte ortalama atom numarası hesaplanarak aynı ortalama atom numarasına sahip yeni bir numune elde edilmiştir. Kullanılan numunedeki toplam atom sayısı n , numune içerisindeki atomların sayısı n_i ve atom numarası Z_i olmak üzere numunenin ortalama atom numarası

$$\bar{Z} = \frac{\sum_i n_i Z_i}{n} \quad (4.1)$$

ifadesi ile verilir. Yeni numune bu işlemler esas alınarak, PbO ve $C_6H_{10}O_5$ 'den hazırlanmıştır. PbO ve $C_6H_{10}O_5$ hesaplanan oranlarda karıştırılarak Nd_2O_3 numunesi ile aynı ortalama atom numarasına sahip yeni bir numune elde edilmiştir. Ancak elde edilen numune için Compton ve koherent peak'lerin birbirlerine oranı hesaplanarak Nd numunesi ile aynı Compton/koherent oranı bulunması düşünülmüş olsa da Nd elementinin çok çabuk nem kapması, paketlenme yoğunluğu, parçacık büyüklüğü ve karışımın homojen olmaması gibi nedenlerden ötürü Compton/koherent oranı iki numune için birbirine eşit bulunamamıştır. Bu sorunu gidermek amacıyla PbO ve $C_6H_{10}O_5$ ile elde edilen numunedeki $C_6H_{10}O_5$ miktarı aynı tutulup, PbO miktarı artırılıp-eksiltilerek yeni numuneler hazırlanmıştır. Bu numuneler arasında Compton/koherent oranı Nd numunesine yaklaşık olarak eşit olan bir numune seçilerek 7200 s süresince spektrum alınmış ve elde edilen spektrum Nd numunesinden alınan spektrumdan çıkarılmıştır. Nd spektrumundaki karakteristik tepe alanları sabit kalırken temel sayma (background) miktarı önemli ölçüde azaltılmıştır. Bu işlem bir bakıma spektruma sıkıntı getirmeden prekonsantrasyon işlemine bir alternatif teşkil etmektedir. Kullanılan Nd ile PbO'lu numuneler için hesaplanan Compton, koherent peak şiddetleri ve Compton/koherent şiddet oranı Çizelge 4.28'de verilmiştir. Çizelge 4.29'da ise Nd'li numuneden elde edilen spektrumdan kendisine yaklaşık olarak eşit atom numaralı olan PbO'lu numunenin spektrumu çıkarılarak Nd'nin karakteristik K_α ve K_β peak'lerinin temel sayma şiddetlerindeki değişim verilmiştir.

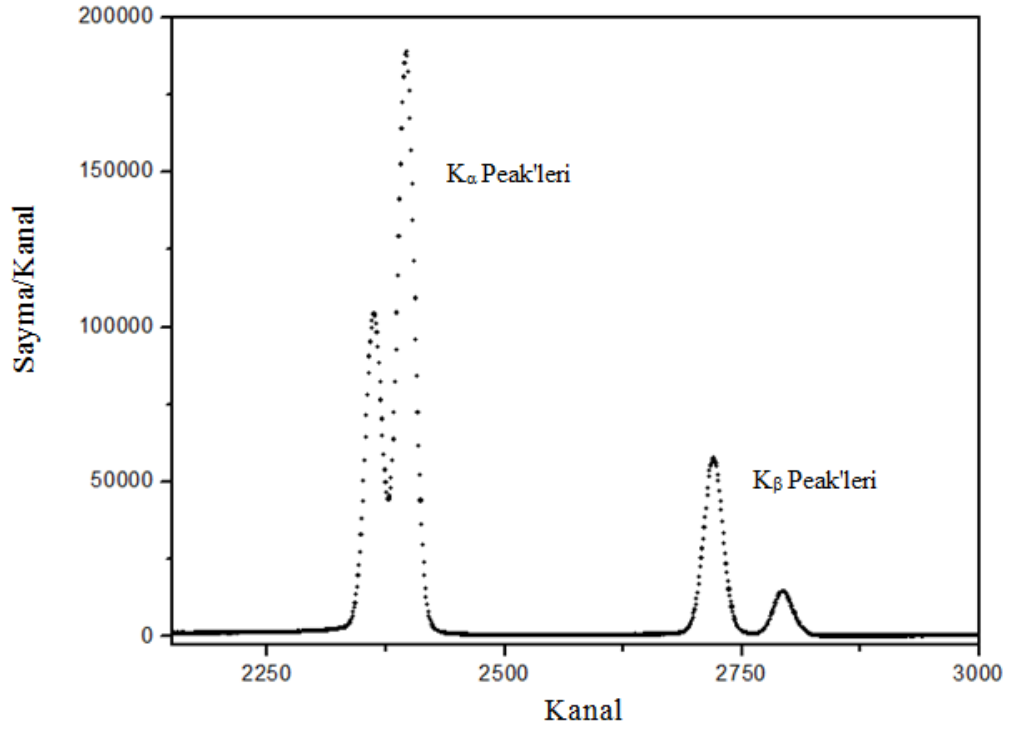
Fark spektrumuna (Nd-PbO) ait deęerler izelgelerin son satırında verilmiřtir. řekil 4.38'de ise Nd-PbO numunesinden elde edilen Nd'nin K_{α} ve K_{β} karakteristik peak'leri gsterilmiřtir.

izelge 4.28. Nd ve PbO'li numunelerin Compton, koherent peak řiddetleri ile Compton/koherent řiddet oranları.

Numuneler	I_{Compt}	I_{koh}	$I_{Com/koh}$
Nd	120666	52548	2,29
PbO	120488	52016	2,31
Fark Spektrum	75245	30823	2,44

izelge 4.29. Nd'nin K_{α} ile K_{β} peak'leri iin temel sayma řiddetleri.

Numuneler	$I_{K\alpha1}$	$I_{K\alpha2}$	$I_{K\beta1}$	$I_{K\beta2}$
Nd	101136	186207	63370	18957
Fark Spektrum	88338	157302	47463	16398



Şekil 4.38. Nd-PbO numunesinden elde edilen Nd'nin K_α ve K_β peak'leri.

Çizelge 4.29'da ise Nd numunesi ve elde edilen yeni Nd-PbO numunesindeki K_α ve K_β karakteristik peak'leri için hesaplanan Peak/Temel sayma oranları Çizelge 4.30'da ise $I_{K\alpha}/I_{BG}$ ve $I_{K\beta}/I_{BG}$ ifadeleri verilmiştir.

Çizelge 4.30. Nd'nin K_α ile K_β peak'leri için Peak/Temel sayma oranları.

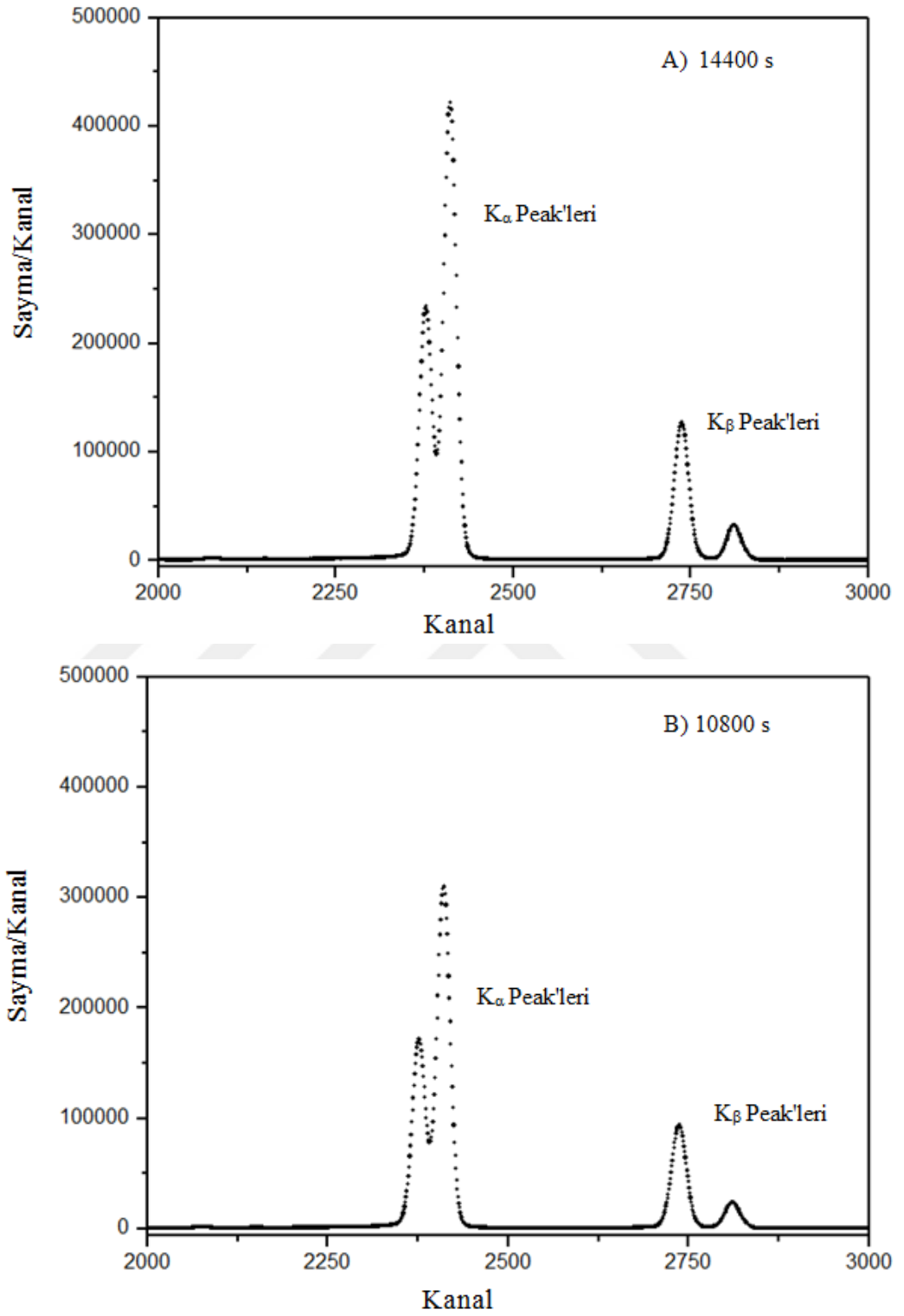
Numuneler	$I_{K\alpha1}/I_{BG}$	$I_{K\alpha2}/I_{BG}$	$I_{K\beta1}/I_{BG}$	$I_{K\beta2}/I_{BG}$
Nd	41,04	12,44	22,61	19,84
Fark Spektrum	46,53	14,79	30,27	23,11

4.7. Sayma Zamanının Dedeksiyon Limitine Etkisini Belirlemek İçin Alınan Ölçüler

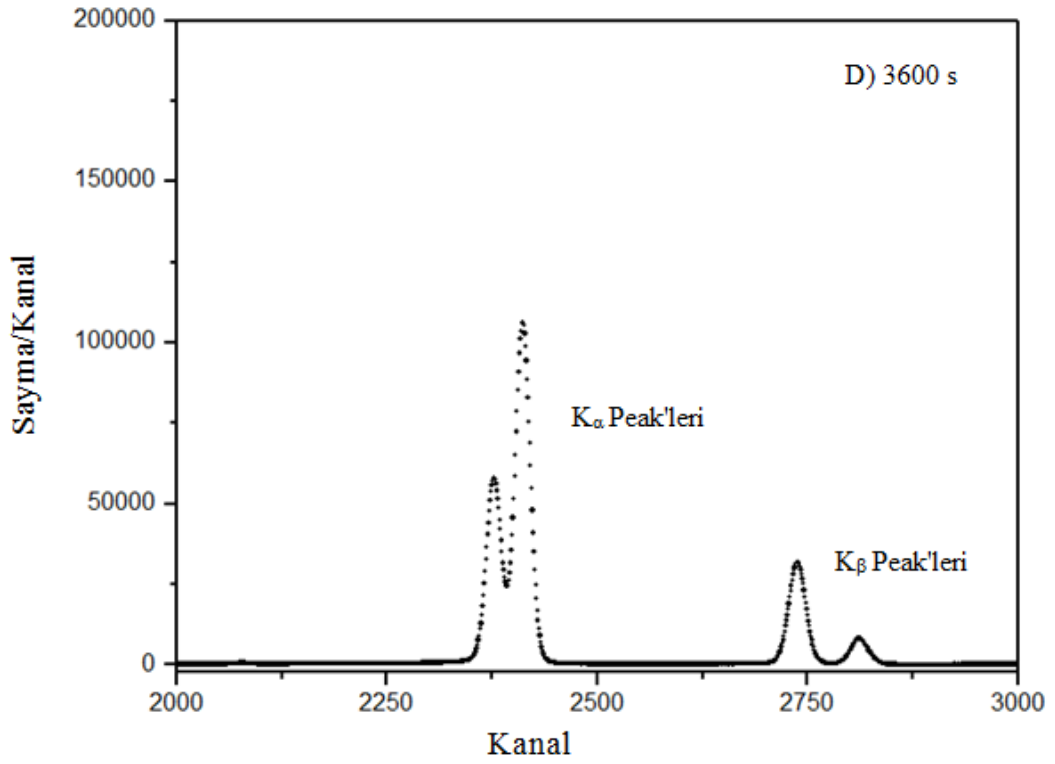
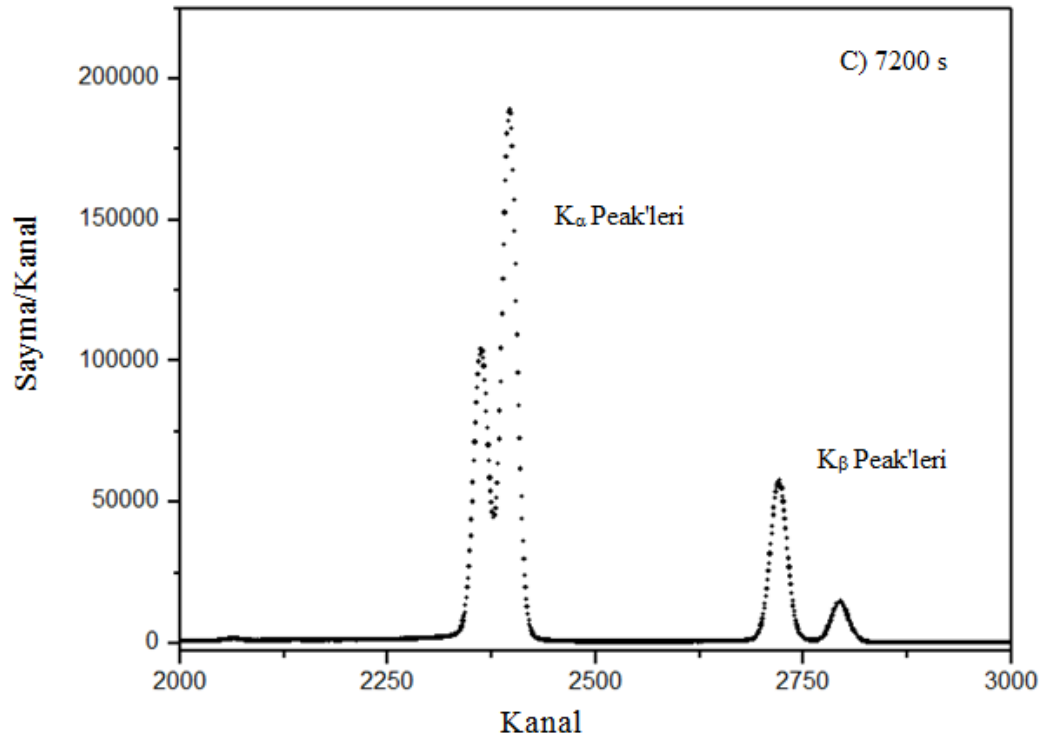
Farklı sayma zamanlarının dedeksiyon limitine etkisini belirlemek için Nd numunesi ile 14400 s, 10800 s, 7200 s, 3600 s, 1800 s, 900 s ve 450 s'lik sayma zamanlarına göre spektrumlar elde edilmiş olup Şekil 4.39'da 14400 s ile 10800 s'lik sayma zamanı için, Şekil 4.40'da 7200 s ile 3600 s'lik sayma zamanı için, Şekil 4.41'de 1800 s ile 900 s'lik sayma zamanı için ve Şekil 4.42'de 450 s'lik sayma zamanı için elde edilen spektrumlarda numunenin karakteristik K_{α} ile K_{β} peak'leri gösterilmiştir.

Numunenin farklı sayma sürelerinde elde edilen karakteristik $K_{\alpha 1}$ ve $K_{\alpha 2}$ peak'leri için hesaplanan peak/temel sayma ve FWHM değerleri, sırasıyla $I_{K_{\alpha 1}}/I_{BG}$, $FWHM_{K_{\alpha 1}}$, $I_{K_{\alpha 2}}/I_{BG}$, $FWHM_{K_{\alpha 2}}$ şeklinde Çizelge 4.31'de verilmiştir. Aynı numunenin karakteristik $K_{\beta 1}$ ve $K_{\beta 2}$ peak'leri için hesaplanan peak/temel sayma ve FWHM değerleri ise, sırasıyla $I_{K_{\beta 1}}/I_{BG}$, $FWHM_{K_{\beta 1}}$, $I_{K_{\beta 2}}/I_{BG}$, $FWHM_{K_{\beta 2}}$ şeklinde Çizelge 4.32'de verilmiştir.

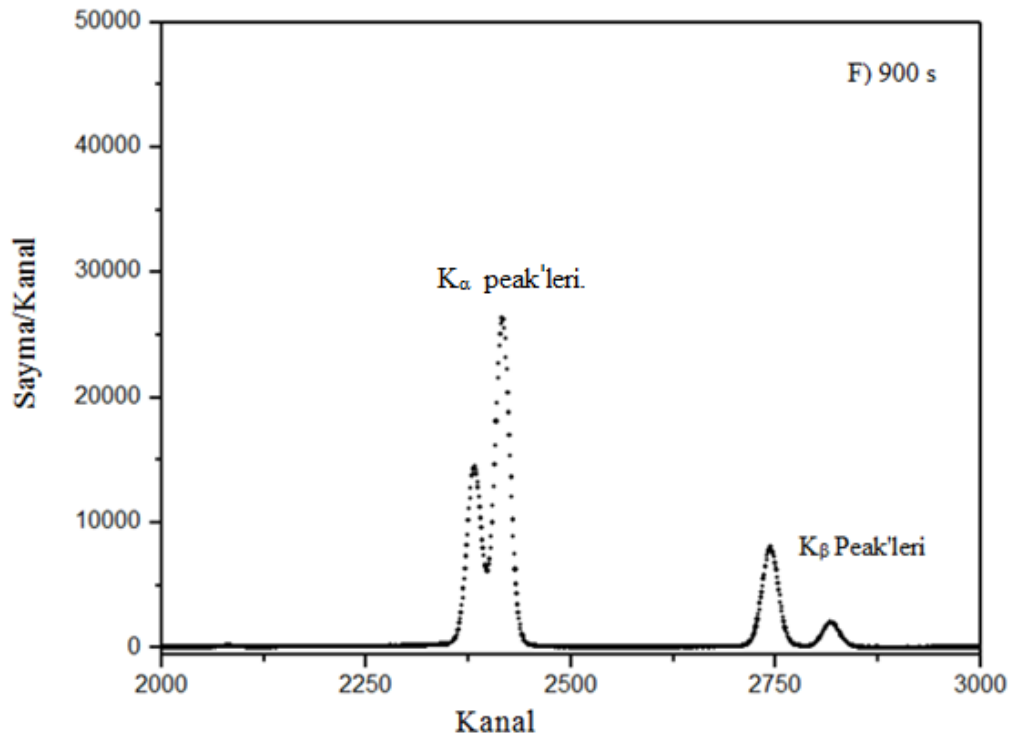
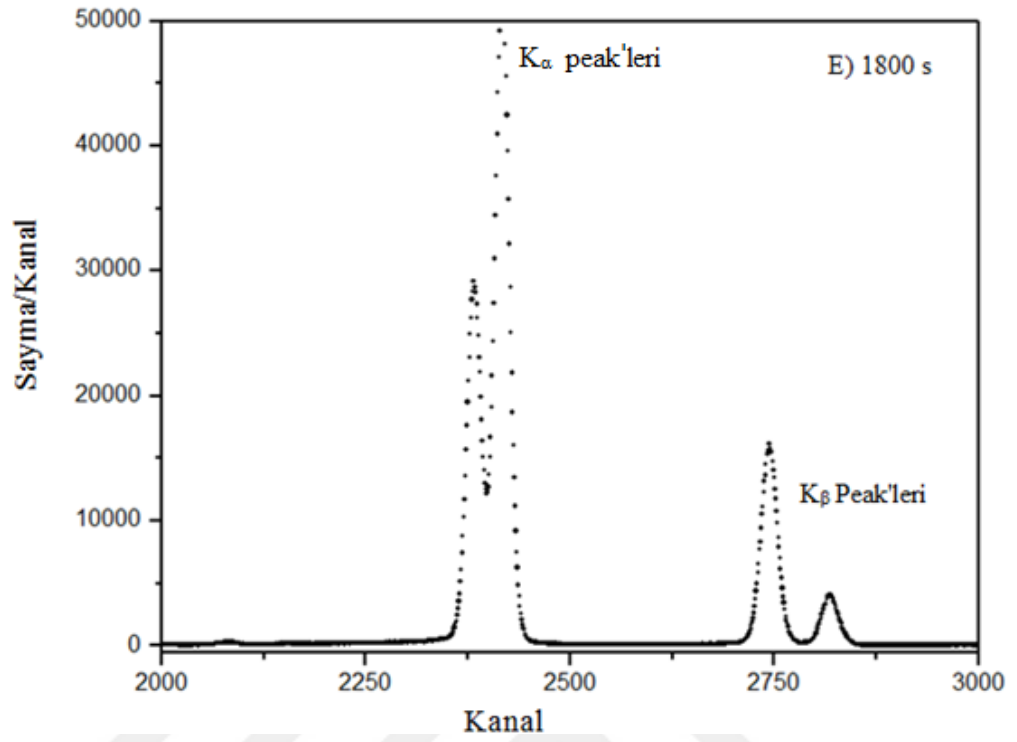
Numunenin farklı sayma sürelerinde elde edilen spektrumları dikkate alınarak karakteristik $K_{\alpha 1}$, $K_{\alpha 2}$, $K_{\beta 1}$ ve $K_{\beta 2}$ peak'leri için, kısım 2.7'de dedekte edilebilir en küçük miktar başlığı altında verilen (2.29) bağıntısına göre hesaplanan dedeksiyon limiti (DL) değerleri Çizelge 4.33'de verilmiştir. Numunenin karakteristik $K_{\alpha 1}$ ve $K_{\alpha 2}$ peak'leri için dedeksiyon limitinin sayma süresine göre değişimi Şekil 4.45'de verilmiştir. Benzer şekilde $K_{\beta 1}$ ve $K_{\beta 2}$ peak'leri için dedeksiyon limitinin sayma süresine göre değişimi Şekil 4.46'da verilmiştir.



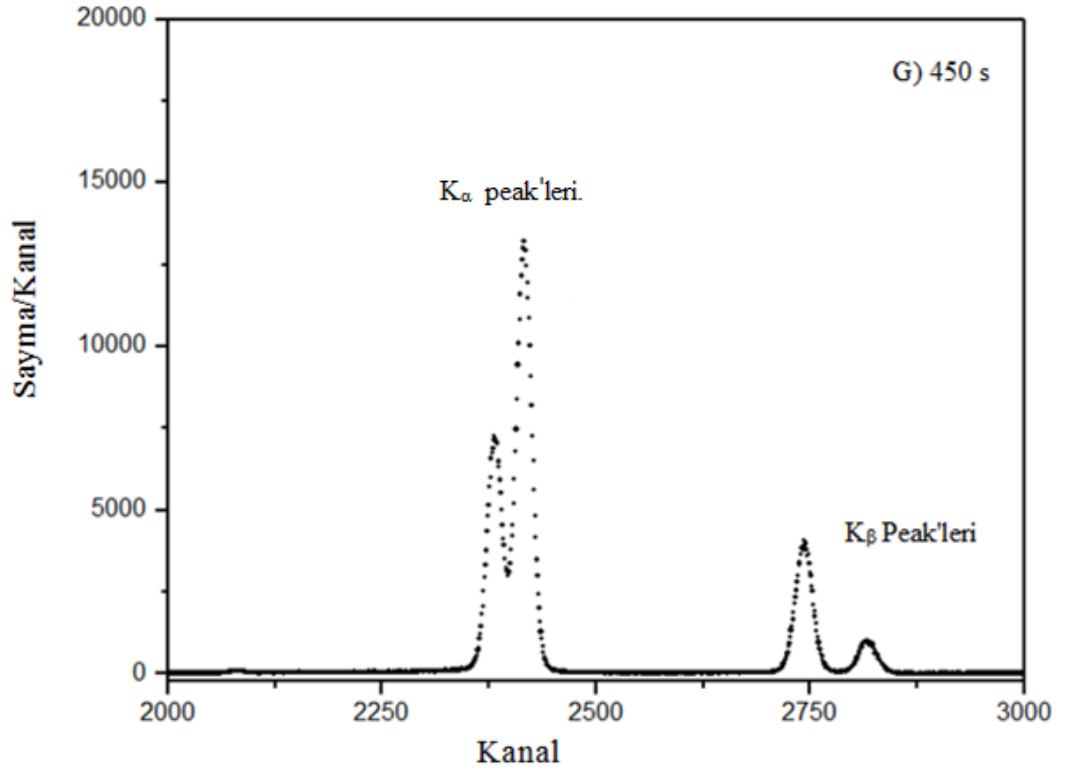
Şekil 4.39. 14400 ve 10800 s'lik sayma zamanları için Nd'nin K_{α} ve K_{β} peak'leri.



Şekil 4.40. 7200 ve 3600 s'lik sayma zamanları için Nd'nin K_α ve K_β peak'leri.



Şekil 4.41. 1800 ve 900 s'lik sayma zamanları için Nd'nin K_α ve K_β peak'leri.



Şekil 4.42. 450 s'lik sayma zamanı için Nd'nin K_α ve K_β peak'leri.

Çizelge 4.31. Nd'nin K_{α1} ve K_{α2} peak'leri için hesaplanan peak/temel sayma ve FWHM değerleri.

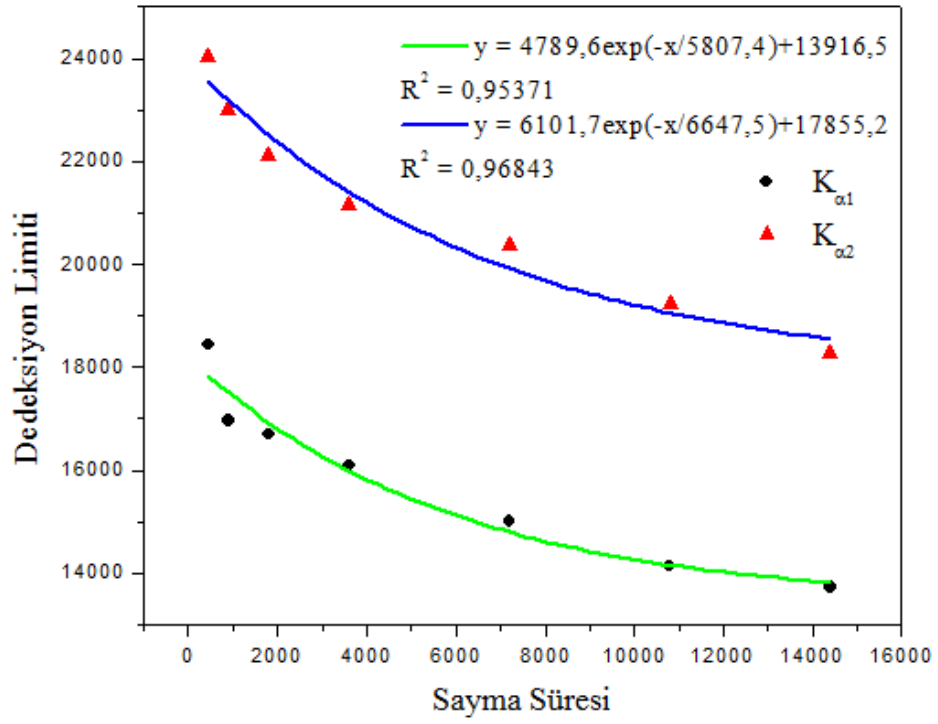
Sayma Süresi (s)	$I_{K\alpha1}/I_{BG}$	$FWHM_{K\alpha1}$	$I_{K\alpha2}/I_{BG}$	$FWHM_{K\alpha2}$
14400	72,484	21	22,525	21
10800	68,918	22	21,190	22
7200	54,090	22	16,357	22
3600	53,517	21	17,056	22
1800	49,531	21	15,687	22
900	48,087	21	14,467	22
450	40,399	21	13,123	22

Çizelge 4.32. Nd'nin $K_{\beta 1}$ ile $K_{\beta 2}$ peak'leri için hesaplanan peak/temel sayma ve FWHM değerleri.

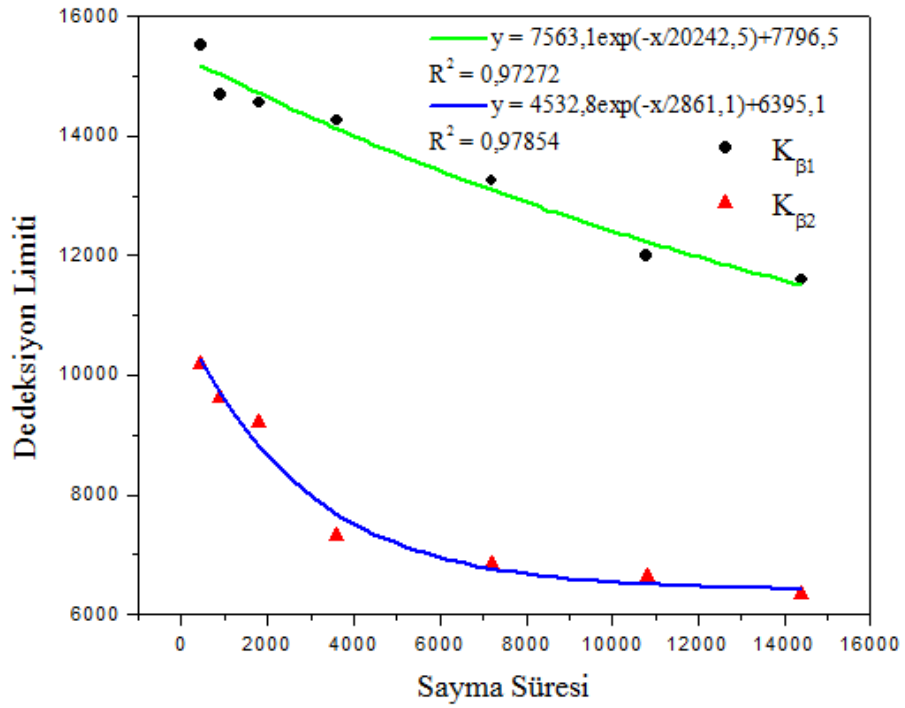
Sayma Süresi (s)	$I_{K\beta 1}/I_{BG}$	$FWHM_{K\beta 1}$	$I_{K\beta 2}/I_{BG}$	$FWHM_{K\beta 2}$
14400	35,134	24	30.997	26
10800	32,709	25	28.125	26
7200	24,022	24	23.903	26
3600	23,032	24	22.883	26
1800	21,836	24	14.121	25
900	21,765	24	13.319	26
450	19,480	24	11.733	26

Çizelge 4.33. Nd'nin $K_{\alpha 1}$, $K_{\alpha 2}$, $K_{\beta 1}$ ve $K_{\beta 2}$ peak'lerinde farklı sayma süreleri için dedeksiyon limiti (DL).

Sayma Zamanı (s)	$DL_{K\alpha 1}$	$DL_{K\alpha 2}$	$DL_{K\beta 1}$	$DL_{K\beta 2}$
14400	13,729	18,276	11,596	6,338
10800	14,143	19,226	12,003	6,624
7200	15,014	20,378	13,259	6,848
3600	16,093	21,148	14,266	7,321
1800	16,696	22,121	14,563	9,210
900	16,959	23,001	14,695	9,633
450	18,439	24,039	15,524	10,199



Şekil 4.43. Nd'nin $K_{\alpha 1}$ ve $K_{\alpha 2}$ peak'lerinde dedeksiyon limitinin sayma süresine göre değişimi.



Şekil 4.44. Nd'nin $K_{\beta 1}$ ve $K_{\beta 2}$ peak'lerinde dedeksiyon limitinin sayma süresine göre değişimi..

5. TARTIŞMA ve SONUÇ

Bu tez çalışmasında EDXRF spektrometri yöntemi kullanılmış olup, deney düzeneği yüksek saflığa sahip Ge dedektör (HPGe) ve şiddeti 1 Ci olan Am-241 halka kaynak ile hazırlanmıştır. Numune seçimi yapılırken Am-241 kaynağı için elde edilen spektrum göz önüne alınarak, karakteristik x-ışını tepelerini spektrumun boş olan bölgelerinde gözlemleyebileceğimiz, periyodik cetvelin lantanidler kısmında bulunan ve atom numarası 60 olan Neodimyum (Nd) elementi seçilmiştir. Neodimyum, havada kolayca oksitlenebilen, çabuk nem kapabilen, manyetik gücü yüksek, metalik halde elektronik endüstrisinde, çelik ile çeşitli alaşımların imalatında kullanılmaktadır. Ölçme sisteminde, elektriksel sinyallerin oluşturduğu gürültü etkisini minimize etmek amacıyla, elektriksel sinyalleri optik sinyallere dönüştüren ve optobox olarak adlandırılan dönüştürücünün de kullanıldığı bir ATARI programı ile spektrumlar elde edilmiştir.

Tez çalışmasının ilk kısmında, deney sistemi üzerine elektronik gürültünün etkisi incelenmiştir. Ölçme sistemini etkileyen tüm dış gürültü kaynakları ortadan kaldırılsa bile deney sistemindeki elektronik cihazların yapılmasında kullanılan malzemelerin tabiatından kaynaklanan veya birbirleri ile olan bağlantılarından ileri gelen doğal gürültü olarak adlandırılan bu rastgele değişimin ölçme sistemi üzerine etkisi vardır. Bu etkiyi belirleyebilmek için deney sistemini meydana getiren elemanların her biri mümkün olduğunca devre dışı bırakılarak 3600 s'lik ölçme sürelerinde spektrumlar elde edilmiştir. Öncelikle, üzerinde numune bulunmayan numune tutucu numune odasında kaynaktan ölçme verimliliği için en uygun mesafe olarak belirlenen 4,5 cm uzaklığa yerleştirilerek ve ayrıca numune tutucu çıkarılarak ölçüler alınmıştır. Numune tutucunun konumuna göre spektrumdan elde edilen toplam sayım değerleri Çizelge 4.1'de görülmektedir. Numune odasında numune tutucu bulunduğu zaman elde edilen toplam sayım değeri numune tutucu bulunmadığı zaman elde edilen toplam sayım değerinden ortalama olarak %10 kadar daha büyüktür. Bu numune tutucunun toplam sayım üzerine etkisini ortaya koymaktadır. Çeşitli kaynaklardan gelen temel sayma

(background) doğada sürekli olarak bulunduğu için tüm dedektörler bir miktarda olsa temel sayma sinyali kaydetmektedir. Bu sinyalin büyüklüğü dedektör tipine, boyutuna ve dedektörün etrafına konumlandırılan zırhlamanın niteliğine bağlı olarak değişmektedir. Bu bağlamda numune haznesi ile dedektör arasına 3 cm kalınlığında kurşun bir blok yerleştirilerek; i) dedektör kristali numune haznesine giden kanalda iken ve aradaki kurşun blok sabit kalarak, ii) dedektör kristali kanaldan dışarı çıkarılarak spektrumlar alınmış olup dedektörün bu iki konumuna göre elde edilen toplam sayım değerleri Çizelge 4.2'de görülmektedir. Toplam sayım değerinin dedektör dışarıdayken ortalama olarak %46 kadar artması dedektörün zırhlamasının gerekliliğini göstermiştir. Buna ilaveten deney düzeneğinin farklı parçalarından gelmesi muhtemel saçılma ve diğer radyasyonlara karşı da izolasyon sağlanmıştır. Sayma sistemini oluşturan elektronik NIM ünitelerinin her birinin, ATARI MCA'dan başlayarak dedektöre doğru aralarındaki bağlantı kabloları sırayla çıkarılarak bunların her birinden gelen elektronik etkiler spektrum üzerinden belirlenmeye çalışılmıştır. Her bir bağlantı çıkarıldıktan sonra ayrı ayrı spektrumlar alınmıştır. Ancak bu işlemler sonucunda kayda değer herhangi farklı bir sonuç elde edilememiştir.

Tez çalışmasının ikinci kısmında ise EDXRF spektrometrenin ölçme kararlılığı üzerine incelemeler yapılmıştır. Bu amaçla EDXRF spektrometrenin ard arda alınan ölçülerde ne kadar kararlı olduğunu veya sistemin hassasiyetini belirleyebilmek ve ayrıca, numune hazırlamadan kaynaklanan hataların dışındaki hataları tespit edebilmek amacıyla aynı numune ile ard arda 10 kez 7200 s'lik ölçüler alınmıştır. Elde edilen spektrumlardan sırasıyla koherent, inkoherent, K_{β} , K_{α} , L_{α} ve L_{β} peak'leri için net alanın ve temel saymanın ölçme sırası ile değişimi belirlenmiştir. Aynı şartlarda hazırlanan deney sistemi için aynı yolla elde edilen sonuçların birbirine oldukça yakın olduğu Şekil 4.6-16 arasında çizilen temel saymanın ve net alanın ölçme sırası ile değiştiği grafiklerde görüldüğü üzere ard arda yapılan ölçmeler belli bir ortalama değer etrafında dağılım yaptığı gözlemlenmektedir. Her bir spektrum için incelenen koherent, inkoherent ve karakteristik peak'lerin temel sayma şiddetleri için elde edilen sonuçların ortalama sapma miktarının yüzde cinsinden hatası koherent peak'ler için; %3,58, inkoherent peak'ler için; %5,59, numunenin karakteristik $K_{\alpha 1}$ peak'leri için %1,46, $K_{\alpha 2}$

peak'leri için %1,58, $K_{\beta 1}$ peak'leri için % 2,78, $K_{\beta 2}$ peak'leri için %3,68, $L_{\beta 1}$ peak'leri için %4,89, $L_{\beta 2}$ peak'leri için %5,86, $L_{\alpha 1,2}$ peak'leri için %5,61 olarak bulunmuştur. Aynı hesaplama net alanlar için yapıldığında koherent peak'ler için; %0,95, inkoherent peak'ler için; %1,21, numunenin karakteristik $K_{\alpha 1}$ peak'leri için; %0,19, $K_{\alpha 2}$ peak'leri için %0,18, $K_{\beta 1}$ peak'leri için %0,11, $K_{\beta 2}$ peak'leri için %0,25, $L_{\beta 1}$ peak'leri için %1,1, $L_{\beta 2}$ peak'leri için %1,51, $L_{\alpha 1,2}$ peak'leri için %0,84 olarak bulunmuştur. Ayrıca spektrumdaki her bir peak için P/B oranı ve FWHM değerleri hesaplanarak bulunan sonuçlar Çizelge 4.3-11 arasında gösterilmektedir. Her ölçme sistemini oluşturan elektronik elemanların hassasiyetine, güvenilirliğine, numunenin hazırlanmasına veya kontrol edilemeyen pek çok değişkene bağlı olarak rastgele (belirsiz) hatalar bulunabilmektedir.

Numune hazırlamadan kaynaklanan hataları belirlemek için Nd_2O_3 numunesi aynı özelliklerde ayrı ayrı 10 kez hazırlanarak her biri için aynı deneysel koşullarda 7200 s süresince spektrumlar alınmıştır. Her bir spektrum için koherent, inkoherent ve karakteristik peak'lerin net alanları ile temel sayma şiddetleri belirlenerek şiddetlerindeki rölatif standart sapmalar (RSD) yani ortalama değer etrafındaki salınmaların sayısal bir ölçütü hesaplanmıştır. Çizelge 4.12 ve Çizelge 4.13'de görüldüğü üzere, ayrı ayrı 10 adet numune hazırlanarak yapılan ölçmelerden elde edilen rölatif standart sapma değerleri, tek bir numunenin 10 kez ölçülmesinden elde edilen rölatif standart sapma değerlerinden büyüktür. Bu sonuçlar, kullanılan EDXRF ölçme sisteminin duyarlılığının yüksek olduğunu göstermektedir.

Tez çalışmasının üçüncü kısmında ise yükseltici (amplifier) üzerinde bulunan 6 farklı şekillendirme süresi (0,25 μs , 1 μs , 1,5 μs , 4 μs , 5 μs , 6 μs) ile aynı geometri ve şartlardaki Nd numunesi için 7200 s'lik spektrumlar alındı. Bir spektrumdaki peak'ler için en ideal ayırma gücü sistem daha uzun bir zaman üzerinden gürültünün ortalamasını aldığı için uzun şekillendirme sürelerinde (shaping time) elde edilmektedir. Her bir şekillendirme süresi için elde edilen spektrumlar üzerinden numunenin karakteristik peak'leri için net alan (P), temel sayma (B), P/B ve FWHM değerleri ayrı ayrı hesaplanmıştır. Elde edilen bu sonuçlar Çizelge 4.14-18'de verilmiştir. Numunenin

her bir karakteristik tepesi için yapılan hesaplamalarda artan şekillendirme zamanları için FWHM değerleri azalmaktadır. En küçük şekillendirme zamanı olan 0,25 μ s ile en büyük şekillendirme zamanı olan 6 μ s için karakteristik K_{α} ile K_{β} peak'lerinde gözlemlenen farklılıklar Şekil 4.23'de gösterilmiş olup şekillendirme zamanının 0,25 μ s olduğu durumda numunenin karakteristik K_{α} peak'leri spektrum üzerinde tek bir tepe şeklinde görülmektedir. Benzer bir şekilde numunenin K_{β} peak'leri de spektrumda ayrı ayrı belirmiş olsa da her bir karakteristik tepe genişlemek suretiyle keskinliğini kaybetmiştir. En büyük ve en küçük şekillendirme süreleri için elde edilen spektrumlar mukayese edildiğinde K_{α} ve K_{β} karakteristik peak'lerinde kanal kaymaları da olduğu gözlemlenmektedir. Bu kaymalar enerji olarak K_{α} karakteristik piklerinde ortalama olarak 5 keV, K_{β} karakteristik peak'lerinde ise ortalama olarak 6 keV civarındadır. K_{β} karakteristik peak'lerinde Karakteristik peak'lerde artan şekillendirme sürelerinde temel sayma (B) azalırken peak'lerin şekilsel olarak daha keskin bir biçimde belirmediği görülmektedir.

Tez çalışmasının dördüncü kısmında ise yükseltici üzerindeki unipolar (sinyalin ilk kısmı tamamen pozitif veya tamamen negatif) ve bipolar (sinyal hem pozitif hem de negatif bileşene sahip) olarak adlandırılan iki farklı çıkış kullanılmak suretiyle Nd numunesi için en uzun (6 μ s) ve en kısa (0,25 μ s) şekillendirme sürelerinde bipolar çıkış üzerinden 7200s'lik spektrumlar elde edilerek bu spektrumlara göre numunenin karakteristik peak'lerinin her biri için ayrı ayrı net alan (P), temel sayma (B), P/B ve FWHM değerleri hesaplanmıştır. Hesaplanan bu değerler 0,25 μ s ve 6 μ s'lik şekillendirme zamanları için Çizelge 4.19-25'de verilmektedir. Bir önceki kısımda unipolar çıkış için 0,25 μ s ve 6 μ s'lik şekillendirme zamanları için benzer hesaplamalar yapılmış olup bulunan sonuçlar tüm peak'ler için Çizelge 4.14-18'de görülmektedir. Bipolar ve unipolar bağlantı arasında bir karşılaştırma yapmak gerekirse, 0,25 μ s'lik şekillendirme zamanında karakteristik K_{α} peak'leri için, temel sayma şiddeti bipolar bağlantı kullanıldığı zaman %23,54, $K_{\beta 1}$ peak'leri için %40,26, $K_{\beta 2}$ peak'leri için, %27,66 kadar daha büyüktür. Bununla birlikte karakteristik her bir peak için hesaplanan FWHM değerleri %14 ile %23 arasında artmış, P/B oranı ise %5,63 ile %11,44 arasında azalmıştır. Karakteristik K_{α} peak'lerinde en küçük şekillendirme zamanı olan 0,25 μ s

için unipolar bağlantıda olduğu gibi bipolar bağlantıda da peak genişleyerek bozulmuştur. 6 μ s'lik şekillendirme zamanında ise $K_{\alpha 1}$ peak'leri için temel sayma şiddeti bipolar bağlantı kullanıldığı zaman %22,69, $K_{\alpha 2}$ peak'leri için %49,44, $K_{\beta 1}$ peak'leri için %56,13, $K_{\beta 2}$ peak'leri için %35,68 kadar daha büyüktür. Bununla birlikte karakteristik her bir peak için hesaplanan FWHM değerleri %0,02 ile %0,03 arasında artmış, P/B oranı ise %23,66 ile %51,84 arasında azalmıştır.

Tez çalışmasının beşinci kısmında ise ölçme sistemi üzerine mekanik gürültünün etkisinin incelenmesi için belirli bir mekanik ses kaynağından yaklaşık olarak 50 dB ile 100 dB aralığında değişen mekanik gürültü üretilerek ses seviyesi ölçme cihazı yardımıyla dedektör kristalinin bulunduğu yerde gürültü seviyesi belirlendi. Ses kaynağı sabit bir noktaya yerleştirilerek ses seviyesi önceden belirlenen değerlere ayarlandı. Ses kaynağı üzerinden uygulanan 50 dB, 60 dB, 70 dB, 80 dB, 90 dB ve 100 dB şiddetindeki her bir mekanik gürültü ortamında 3600 s süresince Nd_2O_3 numunesinden elde edilen spektrumlardaki karakteristik tepeler için ölçülen net alan (P), temel sayma (B), P/B ile FWHM değerleri Çizelge 4.26 ile Çizelge 4.27'de verilmiştir. Artan gürültü seviyeleri için numunenin karakteristik K_{α} ve K_{β} peak'lerinin temel sayma (B) şiddetlerindeki artış Şekil 4.34 ile Şekil 4.35'de gösterilmektedir. Artan gürültü seviyelerine göre temel sayma miktarındaki artışa bağlı olarak P/B oranının azaldığı FWHM değerinin ise 70 dB'den itibaren arttığı görülmektedir. Spektrumlardaki peak şekilleri artan gürültü seviyesi ile bozulmakta, peak'ler giderek genişlemekte ve devamında ayırt edilebilirlikleri kaybolmaktadır. Şekil 4.36 ile Şekil 4.37'de ise artan gürültü seviyelerine karşı P/B oranındaki azalma gösterilmektedir. Ses kaynağı üzerinden uygulanan değişen ses seviyeleri için karakteristik K_{α} peak'lerinin temel sayma şiddetindeki değişim %6 ile %69 aralığındadır. K_{β} peak'leri için bu değişim %20 ile %70 aralığında değişmektedir.

Tez çalışmasının altıncı kısmında ise aynı ortalama atom numarasına esasen hazırlanan yeni numuneler için temel sayma şiddetlerindeki değişim incelenmektedir. Bunun için tez çalışmasının tamamında incelenen Nd numunesinin numune bağlayıcı olarak kullanılan $\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5$ ile birlikte ortalama atom numarası hesaplanarak aynı ortalama atom

numarasına sahip PbO ve C₆H₁₀O₅'den hazırlanan yeni bir numune elde edilmiştir. Bu yeni hazırlanan numune için Compton/koherent oranı hesaplanmıştır. Nd numunesi ile aynı Compton/koherent oranı bulunması düşünülmüş olsa da Nd elementinin çok çabuk nem kapması, paketlenme yoğunluğu, parçacık büyüklüğü ve karışımın homojen olmaması gibi nedenlerden ötürü Compton/koherent oranı iki numune için birbirine eşit bulunamamıştır. Bu yüzden PbO ve C₆H₁₀O₅ ile elde edilen numunedeki C₆H₁₀O₅ miktarı aynı tutulup, PbO miktarı belirli ölçülerde artırılıp-eksiltiilerek yeni numuneler hazırlanmıştır. Bu şekilde hazırlanan numuneler ile birçok kez tekrarlanan yeni ölçüler alınmıştır. Yapılan her bir ölçme sonucunda Compton/koherent oranı Nd numunesine yaklaşık olarak eşit olan bir numune seçilmiştir. Bu numune ile 7200 s süresince elde edilen spektrum ile Nd numunesinden alınan spektrumdan çıkarılarak Nd spektrumundaki karakteristik tepe alanları sabit kalırken temel sayma (background) miktarının azaldığı Çizelge 4.29'dan görülmektedir. Bu işlem prekonsantrasyon (preconcentration) olarak adlandırılan özellikle ppm veya ppb seviyesindeki eser element analizlerinde kullanılan yöntem bir alternatif olarak düşünülmüştür. Yani elde edilen spektrumu hiç bir sıkıntıya uğratmadan aynı ortalama atom numarasına sahip fakat analiti içermeyen yeni numuneler hazırlanarak bu numunelerden aynı şartlarda elde edilen spektrum esas spektrumdan çıkarılarak (P/B) oranlarının iyileştirilmesi yoluna gidilmiştir. Çizelge 4.30'da ise Nd numunesi ve elde edilen yeni Nd-PbO numunesindeki K_{α} ve K_{β} karakteristik peak'leri için hesaplanan peak/temel sayma oranları görülmektedir.

Tez çalışmasının son kısmında ise sayma süresinin dedeksiyon limitine olan etkisi incelenmiştir. Bunun için Nd numunesi ile 14400 s, 10800 s, 7200 s, 3600 s, 1800 s, 900 s ve 450 s'lik sayma zamanlarına göre spektrumlar elde edilerek numunenin karakteristik peak'leri için hesaplanan peak/temel sayma ve FWHM değerleri Çizelge 4.31 ile Çizelge 4.32'de görülmektedir. Artan sayma sürelerinde peak/temel sayma oranı da artmaktadır. Numunenin her bir karakteristik peak'i için farklı sayma sürelerinde hesaplanan dedeksiyon limitleri Çizelge 4.33'de görülmektedir. Dedeksiyon limiti artan sayma süreleri ile azalmaktadır. İncelenen numunenin karakteristik peak'lerinin anlaşılmasını kolaylaştırmak, spektrumun birçok kanalı boyunca yayılan dalgalanmaları

anlayabilmek, yapılan bir ölçme süresince temel saymayı meydana getiren etkilerin anlaşılabilmesi ve bu tür belirsizliklerin azalmasıyla elde edilen iyi bir dedeksiyon limiti sonucuna ulaşabilmek için yüksek bir P/B oranı elde etmek önemlidir.

Tez çalışmasının her bir basamağında gerçekleştirilen incelemeler göstermektedir ki; spektrometrik sistemlerle çalışılırken bütün deneysel şartların en iyisine ulaşamayabiliriz. Ancak yapılan çalışmanın amacına uygun bir şekilde, belirgin olması düşünülen özellikler arasında bir tercih yapılabilir (Figure of Merit). Yapılan tercihler sadece ideal çalışma koşullarını oluşturmak için değil aynı şartlar altında farklı sistemlerin de değerlendirilmesinde kullanılabilir.

KAYNAKLAR

- Akbaba, U., 2009. WDXRF Metodu ile Organik ve Geleneksel Tarım Ürünlerinin Elementer İçeriklerinin Karşılaştırılması ve Parçacık büyüklüğünün Ölçüm Sonuçlarına Etkisi, Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Erzurum.
- Akkoyun, S., 2011. AGATA Ge Dedektörleri için Gama Işın, Nötron Simülasyonları ve İz Sürme Tekniği. Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Ankara.
- Arıcı, T., 2012. Gama Işını spektroskopisi için bir hibrid dedektör sisteminin kurulumu ve karakterizasyonu. İstanbul Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul.
- Avundukluoğlu, M. A., Turhan, Ş., 2007. Fizik Terimleri Sözlüğü. Ötüken Neşriyat A.Ş. 556, İstanbul.
- Aylıkçı, V., 2006. Hf elementi bileşiklerinin x-ışını flüoresans parametreleri üzerine kimyasal etki. Yüksek Lisans Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon.
- Baykal, B., 2007. Yeni tip gama dedektörleri ve iz sürme tekniği. Yüksek Lisans Tezi, Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Bevington, P. R. and Robinson, D. K., 2003. Data Reduction and Error Analysis for the Physical Sciences. Mc Graw Hill Higher Education. Third Edition, 278, New York.
- Currie, L. A., 2000. Detection and quantification capabilities and the evaluation of low-level data: Some international perspectives and continue challenges. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. 245(1)
- Debertin K. and Helmer, R. G. 1988. Gamma and X-Ray Spectrometry with Semiconductor Detectors, Elsevier Science Publishers, 94-96, New York, USA.
- Dragovic, S., Onjia, A., 2005. Prediction of peak-to-background ratio in gamma-ray spectrometry using simplex optimized artificial neural network. Applied Radiation and Isotopes, 63, 363-366.
- Ergin, K., 2007. Helikopter uçucularında işitme kayıplarının incelenmesi. Ankara Üniversitesi, Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Ankara.
- Eroğlu, M., 2011. HPGe dedektörün 13-1212 keV enerji aralığında fotopik veriminin belirlenmesi ve kaynak iç saçılımlarının incelenmesi. Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Erzurum.
- Gedcke, D., A, 2002. How counting statistics controls dedections limits and peak precision. ORTEC, Aplication Note, AN59.
- Gilmore, G., R, 2008. Practical Gamma-ray Spectrometry. John Wiley & Sons, Ltd. 387, England.
- Gürol, A., 2000. 59,5 keV'de $72 \leq Z \leq 92$ aralığındaki bazı elementlerin L alt tabaka ve toplam L tabaka fotoelektrik tesir kesitlerinin ölçülmesi, Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, yüksek Lisans Tezi, Erzurum.
- Han, İ., 2009. Geçiş Metallerinin Valens Elektron Yapılarının X-ışını Şiddet Oranları Vastasıyla Belirlenmesi, X-ışını Şiddet Oranlarının Tavlama Sıcaklığına Bağlı Davranışlarının İncelenmesi, Alaşımlar İçin Etkin Atom Numaraları ve Elektron

- Yoğunluklarının Tayini, Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Erzurum.
- İlmezli, Ö., 2011. Gürültünün El Becerileri Üzerine Etkisi, Dokuz Eylül Üniversitesi, Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, İzmir.
- Jenkins, R., 1995. Quantitative X-Ray Spectrometry. CRC Press. Second Edition, 504, USA.
- Kaptan, F., 2016. Bulutlanma noktası ekstraksiyonu ile bazı metallerin zenginleştirilmesi ve türlendirilmesi, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Sakarya.
- Karabıdak, M., S., 2010. X ve Gama Işın Dedektörlerinde Ölü Zaman Düzeltmesi için Modeller, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Trabzon.
- Karjou, J., 2007. Matrix effect on detection limit and accuracy in total reflection X-Ray Fluorescence analysis of trace elements in environmental and biological samples. *Spectrochim Acta Part B*, 62(2), 177-181.
- Karydas, A. G., Zarkadas, C., Kyriakis, A., Pantazis, J., Huber, A., Redus, R., Potiriadis, C. and Paradellis, T., 2003. Improvement of Peak-to-Background Ratio in PIXE and XRF Methods Using Thin Si-PIN Detectors. *X-Ray Spectrometry*, 32, 93-105.
- Knoll, G. F., 2000. Radiation Detection and Measurement. John Wiley & Sons, Inc. Third Edition, 796, New York.
- Konopka, P., J., 2005. Limitations in the Use of the Peak-to-Background Method for Quantitative Analysis. *X-Ray Spectrometry*, 13, (1) 33-37.
- Mantler, M., 2005. Errors and Reliability Issues. *Handbook of Practical X-Ray Florescence Analysis*, Beckhoff, B., Kanngießer, B., Langhoff, N., Wedell, R. and Wolff, H., Springer, Germany, 395-400.
- Newbury, D., E., 1995. Artifacts in Energy Dispersive X-Ray Spectrometry in Electron Beam Instruments. Are Things Getting Any Better? *X-Ray Spectrometry in Electron Beam Instruments*, Williams, D. B., Goldstein, J.I. and Newbury, D. E. Springer Science+Business Media LLC, New York, 101-125.
- Olçay, İ., 2007. Radyasyon Dedeksiyonunda Kullanılan Yarı-iletken Dedektör Tipleri, Özellikleri ve Kullanım Alanları. Niğde Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Niğde.
- Redus, R., Huber, A., 2012. Figure of Merit for Spectrometers for EDXRF. *X-Ray Spectrometry*, 41, 401-409.
- Redus, R., Huber, A., Pantazis, T., Pantazis, J., Cross, B., 2012. Combining CdTe and Si Detectors for Energy-Dispersive X-Ray Fluorescence. *X-Ray Spectrometry* 41, 393-400.
- Rousseau, R., M., 2001, Detection Limit and Estimate of Uncertainty of Analytical XRF Results. *The Rigaku Journal*, 18, (2).
- Sareen, R. A., 1995. Germanium X-Ray Detectors. *X-Ray Spectrometry in Electron Beam Instruments*, Williams, D. B., Goldstein, J. I. and Newbury, D. E., Springer Science+Business Media LLC, New York, 101-125.
- Spieler, H., 2005. Semiconductor Detector Systems. Oxford Science Publications, New York, 489.
- Statham, P., J., 1999. Measuring Performance of Energy Dispersive X-Ray Systems. *Microscopy and Microanalysis*, 4, 605-615.

- Statham, P. J., 1995. Quantifying Benefits of Resolution and Count Rate in EDX Microanalysis. X-Ray Spectrometry in Electron Beam Instruments, Williams, D. B., Goldstein, J. I. and Newbury, D. E., Springer Science+Business Media LLC, New York, 101-125.
- Şahin, Y. ve Demir, D., 2013. X-Işını Spektroskopisi. Çimke Yayınları, 259, Konya.
- Şenyiğit, M., 2011. Nükleer Reaksiyonlar Sonucu Açığa Çıkan Gama Işınları ve Nötronların Germanyum Dedektör Sistemi İle Etkileşimleri. Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Ankara.
- Thompson, M., 1998. Do we really need detection limits? The analyst, 123, 405-407.
- Tiwari, M. K., Sighn, A. K., Sawhney, K. J. S., 2005. Sample Preparation for Evaluation of X-Ray Flouresence Spectrometry. Analytical Sciences, 21 (2), 143-147.
- Tsoufanidis, N., 1995. Measurement and Dedection of Radiation. Taylor & Francis. Second Edition, 636, USA.
- Turşucu, A., 2012. Atom numarası $21 \leq Z \leq 71$ Arasında Olan Nadir Toprak Elementlerinin ve Oksitli Bileşiklerinin Etkin Atom Numaralarının Gama Işınlının Saçılması ve Soğurulmasından Faydalanılarak Bulunması ve K X-Işını Şiddet Oranlarına Kimyasal Etkinin Araştırılması. Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Erzurum.
- Van Espen, P. J. M. and Janssens, K. H. A., 1993. Spectrum Evaluation. Handbook of X-Ray Spectrometry Methods and Techniques, Van Grieken, R. E., Markowicz, A. Marcel Dekker, INC., United States of America, 181-291.

ÖZGEÇMİŞ

1980 yılında Erzurum'da doğan Mevşen PİRİMOĞLU DAL ilk, orta, lise eğitimini Erzurum'da tamamladı. 2002 yılında Atatürk Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümünü kazanarak 2006 yılında mezun oldu. 2009 yılında Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Ana Bilim Dalı, Atom ve Molekül Fiziği Bilim Dalı'nda yüksek lisansını tamamladı. Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Ana Bilim Dalı Atom ve Molekül Fiziği Bilim Dalı'nda sürdürdüğü doktora eğitimini 2017 yılında tamamladı.