

**T.C.
ERZİNCAN BİNALİ YILDIRIM ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

YÜKSEK LİSANS

**SEYRELTME TEKNİĞİ KULLANILARAK FARKLI ŞİDDET
ORANLARININ ORTALAMA ATOM NUMARASI İLE
DEĞİŞİMİNİN İNCELENMESİ**

Mehmet Fatih TEMİZ

Doç. Dr. Tuba AKKUŞ

**FİZİK
ANABİLİM DALI**

**ERZİNCAN
2023**

Her Hakkı Saklıdır.

Kabul ve Onay Sayfası

Doç. Dr. Tuba AKKUŞ danışmanlığında, Mehmet Fatih TEMİZ tarafından hazırlanan bu çalışma 25/07/2023 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Fizik Anabilim Dalı'nda Yüksek Lisans Tezi olarak oy birliği ile kabul edilmiştir.

Başkan : Prof. Dr. Demet YILMAZ İmza:

Üye : Doç. Dr. Tuba AKKUŞ İmza:

Üye : Dr. Öğr. Üyesi Yaşar Özkan YEŞİLBAĞ İmza:

Bu tez Enstitü Yönetim Kurulunun / / 20.... tarih ve/..... sayılı kararı ile onaylanmıştır.

Prof. Dr. Bülent ÇAĞLAR
Enstitü Müdürü

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

Bilimsel Etięe Uygunluk Sayfası

“Seyreltme Teknięi Kullanılarak Farklı Şiddet Oranlarının Ortalama Atom Numarası ile Deęişiminin İncelenmesi” isimli “Yüksek Lisans/ Doktora” tezim tarafımca intihal tespit programı ile incelenmiştir. Buna göre tezimde bilimsel etik ihlali ve intihal olarak nitelendirilebilecek herhangi bir durum olmadığını taahhüt ederim.

Bu çalışmadaki tüm bilgilerin, akademik ve etik kurallara uygun bir biçimde elde edildiğini; aynı zamanda bu kural ve davranışların gerektirdiğı gibi, bu çalışmanın özünde olmayan tüm materyal ve sonuçları tam olarak aktardığımı ve referans gösterdiğimi beyan ederim. 25/07/2023

(İmza)

Mehmet Fatih TEMİZ

ÖZET

Yüksek Lisans

SEYRELTME TEKNİĞİ KULLANILARAK FARKLI ŞİDDET ORANLARININ ORTALAMA ATOM NUMARASI İLE DEĞİŞİMİNİN İNCELENMESİ

Mehmet Fatih TEMİZ

Erzincan Binali Yıldırım Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı

Doç. Dr. Tuba AKKUŞ

Bu çalışmada kalitatif analiz için farklı şiddet oranlarının ortalama atom numarası ile değişimi EDXRF sisteminde araştırılmıştır. Çalışmada on dört farklı numune kullanılmıştır. Ortalama atom numaraları 9,743 ile 83 arasında olan numuneler bizmut ve selüloz tozlarının farklı oranlarda karıştırılmasıyla elde edilmiştir. Numuneler Am-241 kaynağından çıkan 59,54 keV enerjili fotonlar ile uyarılmıştır ve 5,9 keV'de 182 eV rezolüsyona sahip bir HPGe detektör kullanılmıştır.

2023, 46 Sayfa

Anahtar Kelimeler: Kalitatif analiz, Ortalama atom numarası, Şiddet oranı

ABSTRACT

Master Thesis

INVESTIGATION OF THE DIFFERENT INTENSITY RATIOS WITH MEAN ATOMIC NUMBER USING THE DILUTION TECHNIQUE

Mehmet Fatih TEMİZ

Erzincan Binali Yıldırım University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Physics

Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Tuba AKKUŞ

In this study, the variation of different intensity ratios with the mean atomic number was investigated in the EDXRF system for qualitative analysis. Fourteen different samples were used in the study. Samples with average atomic numbers between 9,743 and 83 were obtained by mixing bismuth and cellulose powders in different proportions. The samples were excited by photons with 59.54 keV energy emanating from the Am-241 source and an HPGe detector with 182 eV resolution at 5.9 keV was used.

2023, 46 Pages

Keywords: Qualitative analysis, Mean atomic number, Intensity ratio

TEŞEKKÜR

Bu çalışmamda, bilgi birikimi ile bana yol gösteren, yardımlarını esirgemeyen ve çalışmamı tamamlamamda büyük etkisi olan, öğrencisi olmaktan onur duyduğum danışman hocam Erzincan Binali Yıldırım Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü Öğretim Üyesi Sayın Doç. Dr. Tuba AKKUŞ'a,

Tavsiye, teşvik ve yardımlarından dolayı Erzincan Binali Yıldırım Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü Öğretim Üyeleri Sayın Prof. Dr. Ali Ercan EKİNCİ, Sayın Prof. Dr. Çağrı ÇIRAK ve Sayın Prof. Dr. Sevil DURDAĞI'na

Tez çalışmam süresince beni her zaman destekleyen Aziz Türk milletinin birlik, bütünlük ve varlığı için seve seve can alıp can veren kahraman mesai arkadaşlarıma,

Gönülden, samimi ve minnet dolu teşekkürlerimi arz ediyorum.

Ayrıca nice gecenin geç saatlerine kadar süren çalışmalarım sırasında gözümü arkada bırakmayan, evlâd-ü iyâlimi gözetten, her zaman yanımda olan ve varlığı ile bana güç veren kıymetli eşim Canan TAŞTİMUR TEMİZ'e,

İleride kendisine ilham olması umudu ile bu çalışmamı ithaf ettiğim canım oğlum Mustafa Tuğra TEMİZ'e,

Bu yaşıma kadar maddi manevi desteklerini benden esirgemeyen, yol gösteren, hayatımın her aşamasında beni yalnız bırakmayan Annem, Babam, Ablam ve Kardeşime,

Sevgi, saygı ve şükranlarımı sunarım.

Mehmet Fatih TEMİZ

Temmuz, 2023

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET.....	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
İÇİNDEKİLER.....	iv
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	vi
TABLOLAR LİSTESİ.....	viii
SİMGELER ve KISALTMALAR.....	ix
1. GİRİŞ	1
2. KURAMSAL TEMELLER.....	5
2.1. X-Işınlarının Tarihçesi	5
2.2. X-Işınları	5
2.3. X-Işınlarının Üretilmesi.....	6
2.3.1. Sürekli spektrum.....	7
2.3.2. Çizgi spektrum.....	7
2.4. X-Işınlarının Madde ile Etkileşimleri.....	10
2.4.1. Fotoelektrik olay	10
2.4.2. Koherent saçılma	11
2.4.3. Compton saçılması.....	11
2.4.4. Çift oluşum	12
2.5. X-Işını Soğurma Katsayıları.....	13
2.6. Kalitatif ve Kantitatif Analiz	14
3. MATERYAL ve YÖNTEM.....	17
3.1. X-Işını Flöresans Spektroskopisi.....	17
3.2. Enerji Ayırmalı X-ışını spektrometresi (EDXRF)	19
3.3. HPGe Detektörler	20
3.4. Deney Sistemi.....	21
3.5. Numunelerin Hazırlanması.....	22
3.6. Farklı Şiddet Oranlarının Hesaplanması	24

3.7. Kütle Soğurma Katsayılarının Hesaplanması.....	24
4. ARAŞTIRMA BULGULARI.....	28
5. TARTIŞMA ve SONUÇ	41
KAYNAKLAR.....	43



ŞEKİLLER LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1. Bir atomda ilgili elektron geçişleri sonucu yayımlanan karakteristik K, L ve M tabakaları x-ışınları	9
Şekil 2.2. Fototelektrik olay	10
Şekil 2.3. Compton saçılması.....	12
Şekil 2.4. Çift oluşum	17
Şekil 3.1. Tipik bir x-ışını flöresans düzeneği	17
Şekil 3.2. EDXRF analiz düzeneği	19
Şekil 3.3. Deney sistemi (a=6.5 cm, b=6.3 cm, c=13.5 cm, d=11 cm, e=5 cm).....	22
Şekil 3.4. WinXCom programı ara yüzü	19
Şekil 3.5. WinXCom programı ile elde edilen kütle soğurma katsayılarını gösteren ara yüz	19
Şekil 4.1. Bazı ortalama atom numaraları için L_{α} ve L_{β} yayınlanma piklerinin spektrumları.....	28
Şekil 4.2. Bazı ortalama atom numaraları için Compton saçılma piklerinin spektrumları	29
Şekil 4.3. Bazı ortalama atom numaraları için koherent saçılma piklerinin spektrumları	29
Şekil 4.4. L_{α} enerjisinde toplam saçılma şiddet oranının ortalama atom numarası ile değişimi	32
Şekil 4.5. L_{β} enerjisinde toplam saçılma şiddet oranının ortalama atom numarası ile değişimi	32
Şekil 4.6. K_{α_2} enerjisinde toplam saçılma şiddet oranının ortalama atom numarası ile değişimi	33
Şekil 4.7. K_{α_1} enerjisinde toplam saçılma şiddet oranının ortalama atom numarası ile değişimi	33
Şekil 4.8. $I_{coh} + I_{Comp} / (\mu/\rho)_{L_{\alpha}}$ şiddet oranının ortalama atom numarası ile değişimi	36

Şekil 4.9. $I_{\text{coh}} + I_{\text{Comp}} / (\mu/\rho)_{L\beta}$ şiddet oranının ortalama atom numarası ile değişimi	36
Şekil 4.10. $I_{\text{coh}} + I_{\text{Comp}} / (\mu/\rho)_{K\alpha_2}$ şiddet oranının ortalama atom numarası ile değişimi	37
Şekil 4.11. $I_{\text{coh}} + I_{\text{Comp}} / (\mu/\rho)_{K\alpha_1}$ şiddet oranının ortalama atom numarası ile değişimi	37
Şekil 4.12. $I_{L\alpha} / I_{\text{sc}(L\alpha)}$ şiddet oranının ortalama atom numarası ile değişimi	39
Şekil 4.13. $I_{L\alpha} / I_{\text{sc}(L\beta)}$ şiddet oranının ortalama atom numarası ile değişimi	39
Şekil 4.14. $I_{K\alpha_2} / I_{\text{sc}(K\alpha_2)}$ şiddet oranının ortalama atom numarası ile değişimi	40
Şekil 4.15. $I_{K\alpha_2} / I_{\text{sc}(K\alpha_1)}$ şiddet oranının ortalama atom numarası ile değişimi	40

TABLÖLAR LİSTESİ

Sayfa

Tablo 3.1. HPGe detektörün bazı özellikleri.....	Hata! Yer işareti tanımlanmamış.
Tablo 3.2. Hazırlanan numunelerin özellikleri	23
Tablo 3.3. Numunelere ait kütle soğurma katsayısı değerleri (cm ² /g).....	Hata! Yer işareti tanımlanmamış.
Tablo 4.1. L_{α} , L_{β} , K_{α_2} ve K_{α_1} enerjilerindeki toplam saçılma oranlarının ortalama atom numarası ile değişimi	31
Tablo 4.2. $(I_{\text{coh}} + I_{\text{comp}}) / (\mu / \rho)_{L_{\alpha}}$ ve $(I_{\text{coh}} + I_{\text{comp}}) / (\mu / \rho)_{L_{\beta}}$ şiddet oranlarının ortalama atom numarası ile değişimi.....	34
Tablo 4.3. $(I_{\text{coh}} + I_{\text{comp}}) / (\mu / \rho)_{K_{\alpha_2}}$, $I_{\text{comp}} / (\mu / \rho)_{K_{\alpha_1}}$ şiddet oranlarının ortalama atom numarası ile değişimi.....	35
Tablo 4.4. $I_{L_{\alpha}} / I_{\text{sc}(L_{\alpha})}$, $I_{L_{\beta}} / I_{\text{sc}(L_{\beta})}$, $I_{K_{\alpha_2}} / I_{\text{sc}(K_{\alpha_2})}$ ve $I_{K_{\alpha_1}} / I_{\text{sc}(K_{\alpha_1})}$ şiddet oranlarının ortalama atom numarası ile değişimi.....	38

SİMGELER ve KISALTMALAR

Simgeler

A_i	i. Elementin Atom Ağırlığı
Bi	Bizmut
c	Işık Hızı
C_b	Bizmutun Yüzdece Konsantrasyonu
C_c	Selülozun Yüzdece Konsantrasyonu
$C_{b(c)}$	Numuneyi Oluşturan Selüloz ve Bizmutun Yüzdece Konsantrasyonları
$C_6H_{10}O_5$	Selüloz
eV	Elektron Volt
Ge	Germanyum
h	Planck Sabiti
I	Geçen Foton Şiddeti
I_0	Gelen Foton Şiddeti
Li	Lityum
m_e	Elektronun Kütlesi
m_0	Elektronun Durgun Kütlesi
m_b	Bizmutun Kütlesi
m_c	Selülozun Kütlesi
NaI	Sodyum İyodür
n	Selülozu Oluşturan Atomların Toplam Sayısı
n_i	Selülozu Oluşturan i. elementin atom sayısı
p	Momentum
Si	Silisyum
t	Numune Kalınlığı
ν	Frekans
ω_i	i. Elementin Ağırlık Kesri
Z	Atom Numarası
$\bar{Z}_b$	Bizmutun Ortalama Atom Numarası

$\bar{Z}_c$	Selülozun Ortalama Atom Numarası
Z_i	Selülozu Oluşturan i. Elementin Atom Numarası
$\bar{Z}_s$	Numunenin Ortalama Atom Numarası
λ	Dalgaboyu
γ	Gama Işını
μ	Lineer Soğurma Katsayısı
μ_m	Kütle Soğurma katsayısı
ρ	Yoğunluk

Kısaltmalar

AES	Atomik Emisyon Spektroskopisi
EDS	Enerji Ayrımlı X-ışını Spektroskopisi
EDXRF	Enerji Ayrımlı X-ışını spektrometresi
FTIR	Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi
HPGe	High Purity Germanium Detektör
ICP-AES	İndüksiyonla Birleşmiş Plazma Atomik Emisyon Spektroskopisi
ICP-MS	İndüktif Eşleşmiş Plazma-Kütle Spektroskopisi
XRF	X-ışını Floresans Spektroskopisi

1. GİRİŞ

Her maddenin belirli bir rengi, dokusu ve görünümü vardır. Bununla birlikte, bu özellikler, bu maddeyi tanımlamak için yetersizdir. Bir malzemenin tam bileşimini şüpheye yer bırakmayacak şekilde belirlemek için genel olarak diğer fiziksel ve kimyasal özelliklerin değerlendirilmesi gerekir. Doğal olarak bulunan 92 element ve sonsuz çeşitlilikteki olası kombinasyonlarla, bilinmeyen bir maddenin tam bileşimini kesin olarak kanıtlamak kolay değildir. Test sırasında bir bilinmeyen, belirli bir maddenin bilinen özellikleriyle her şekilde aynı özellikler sergiliyorsa, o bilinmeyen, bilinen maddeyle aynıdır ve tanımlanır. Bununla birlikte, bazı özellikler deneysel hata içinde karşılaştırılabilir de, bilinen ve bilinmeyen malzemelerin özdeş olarak adlandırılabilmesi için tüm özelliklerin bağıntılı olması gerektiğinden dikkatli olunmalıdır.

Bilinmeyen bir maddeyi tanımlamak için erime noktası, renk, kaynama noktası, yoğunluk, elektriksel iletkenlik, termal iletkenlik, kırılma indisi ve genleşme katsayısı ölçülen daha yaygın fiziksel özelliklerden bazılarıdır. Bu özelliklerin çoğu elementlerin ve bileşiklerin bilinen değerleriyle karşılaştırılabilir ölçülebilir değerlerdir. Daha ayrıntılı fiziksel testler bir malzemenin iç yapısına bağlı ölçümlerle ilgilenir. Parçacıkların bir madde içindeki düzenine bağlı olarak, elektromanyetik radyasyonla farklı şekillerde etkileşime girerler. Bu etkileşimlerin sonucu, bir maddeye çarparken ve içinden geçerken değişen enerjideki elektromanyetik radyasyonların absorpsiyonunun ve emisyonunun resimli bir temsili olan bir elektromanyetik spektrumdur. X-ışını, ultraviyole, görünür, kızılötesi ve diğer tayflar, bilinen malzemelerin benzer tayflarıyla karşılaştırıldığında, özdeşlerse bilinmeyeninkiyle bir eşleşme, değillerse bir uyumsuzluk üretirler.

Kimyasal testler kalitatif analiz için yaygın olarak kullanılmaktadır. Bilinmeyen bir madde, belirli bir kimyasal ile reaksiyona girdiğinde, bileşimi bilinen bir malzemeyle aynı sonuçları veriyorsa, bunlar aynı olabilir. Kesin olarak emin olmak için birden fazla doğrulama testi yapılır. Bu testleri yapan analitik kimyager, hem uygun test reaktiflerini seçme hem de beklenen sonuçları bilme konusunda bilgili olmalıdır.

Belirli bir organik maddenin tanımlanması zordur. Fiziksel testler genellikle kimyasal testlerden daha faydalıdır. Organik maddelerin spektral tanımlaması muhtemelen nitel

tanımlamanın en iyi yoludur. Örneğin bir organik malzemenin kızılötesi spektrumu, radyasyon maddenin içinden geçerken veya yüzeyinden yansıtılırken kızılötesi radyasyon ve bir molekül içindeki atomların etkileşimi tarafından üretilen çok sayıda tepe ve çukur gösterir. Her fonksiyonel grup, yalnızca belirli enerji veya frekanstaki kızılötesi ışınlarla etkileşime girer. Bir alkol grubunun göstergesi olduğu bilinen frekansta gözlenen bir tepe noktası, maddenin gerçekten de bir alkol olduğunun kanıtıdır.

Kalitatif (Nitel) analiz, bir maddenin hangi element veya bileşiklerden meydana geldiğini inceleyen bir yöntem olup numune hakkında sayısal olmayan bilgiler sağlayan renk değiştirme, gaz çıkışı, koku, çökelek oluşumu veya çözünme, radyoaktif özellik gösterip göstermeme gibi özelliklerin ölçüldüğü bir dizi analitik kimya tekniğini kapsar. Kantitatif (Nisel) analiz ise bir numunenin bileşenlerinin bulunma oranları bir başka ifadeyle bağlı miktarları hakkında sayısal bilgi verir.

Kalitatif ve kantitatif analizin kullanıldığı pek çok alan vardır. Tıpta kanser karşıtı ilaçların araştırılmasında (Hassib, 1981), bakteriyel açıdan deri florasının araştırılmasında (Greil vd., 1984), ürolitlerin kimyasal türlerinin belirlenmesinde (Bovee ve Mcquire, 1984), petrol üretimini etkileyen faktörlerin araştırılmasında (Svoboda vd., 1990), katarakta elementlerin analizinde (Ekinci vd., 2002), iyi huylu ve kötü huylu tümörlerin belirlenmesinde (Jelesijevic vd., 2003), cevherlerin içeriklerinin araştırılmasında (Ekinci vd., 2003), çok bileşenli biyocamların yapı özelliklerini belirlemede (Linati vd., 2005), mantarlarda selenyum türlerini araştırmada (Huerta vd., 2005), ilaçların etkin maddelerinin tayininde (Gunasekaran vd., 2008), seramiklerin kırılma modellerinin tespit edilmesinde (Oilo vd., 2009), serumlarda trombin analizlerinde (Ge vd., 2011), hava kalitesinin değerlendirilmesinde (Qin vd., 2013), hidrokarbon karışımlarının bileşenlerini tayin etmede (Vesnin, 2016), atmosferdeki organosülfatların belirlenmesinde (Anusha vd., 2017), gıda ile temas eden malzemelerde polysterdeki monomerlerin tayininde (Brenz vd., 2017), bitkilerde polifenollerin çeşit ve miktar analizlerinde (Tzima vd., 2018), çok bileşenli sıvı karışımlarda spektral özelliklerin analizinde (Tang vd., 2019), kemiklerin mikroyapısal özelliklerini ölçmede ve kemiklerin mineralizasyon derecesini belirlemede (Obata vd., 2020), bazı hastalıkların dinamiklerinin araştırılmasında (Faniran vd. 2021), biyomedikal müdahalelerde uygulanan modelin analitik sonuçlarını desteklemede (Pedro vd. 2021), alkollerin su çözümlerinde kümelenmelerin tayininde

(Chechko, 2021), elektroseramiklerde kristalografik dokuları deęerlendirmede (fancher, 2021), analitik kimyada kalibrasyon yntemlerini belirlemede ve kontrolsz analitik etkilerin tanımlama analizlerinde (Koscielniak, 2022), midyelerin besinsel faydaları ve tketimi ile oluřabilecek risklerin arařtırılmasında (Mititelu vd., 2022), imalat uygulamalarında metallerin sinterleme analizlerinde (Ott vd., 2021), ortodontik braketlerin yzey analizinde (Doomen vd., 2022), řekerlemelerde bulunan renklendiricilerin analizinde (He ve Jiang, 2022), iletkenlerin stabilitesini incelemeye (Qin vd., 2022).

Literatrde farklı řiddet oranları ile ilgili yapılmıř birok alıřma vardır. Bazı arařtırmacılar K x-ıřını řiddet oranları ile ilgili alıřmalar yapmıřtır. Bazı bakır ve inko alařımlarının $K\beta/K\alpha$ řiddet oranları 22,69 keV da incelenmiřtir (Porikli vd. 2008). Atom numarası $28 \leq Z \leq 39$ aralıęında olan elementler iin $K\alpha/K\beta$ řiddet oranları deneysel olarak hesaplanmıřtır. Elde edilen sonular teorik deęerlerle karřılařtırılmıřtır (Yılmaz,2017). Bazı aęır elementlerin K x-ıřını řiddet oranlarını EDXRF sisteminde HPGe dedektr kullanarak deneysel olarak hesaplamıřlardır (řakar vd.,2017). Cr, Mn, Fe ve Co elementleri $K\beta/K\alpha$ X-Iřını řiddet oranları 8.735 keV enerjide deneysel olarak belirlenmiřtir (Yılmaz,2018). Farklı konsantrasyonlardaki MoCu alařımlarının $K\beta/K\alpha$ řiddet oranlarının dıř manyetik alanda deęiřimleri incelenmiřtir (Ugurlu vd. 2019). Ni-B alařımlı kaplamalarda Ni'nin valans elektronik yapısının $K\beta/K\alpha$ x-ıřını řiddet oranı kullanılarak belirlenmiřtir (Cengiz vd. 2019). 3d ve 4 d geiř metallerinin $K\beta/K\alpha$ řiddet oranları dıř manyetik alanda incelenmiřtir (Ugurlu vd. 2020).

Bazı arařtırmacılar da L x-ıřını řiddet oranları ile ilgili alıřmalar yapmıřlardır. Bazı aęır elementlerin 20,48 keV da L x-ıřını řiddet oranları hesaplanmıřtır (İsmail vd.2000). Hg, Pb ve Bi bileřiklerinin L x-ıřını řiddet oranlarını 59,54 keV'da hesaplamıřlardır (Tırařoęlu vd. 2003). Atom numarası $74 \leq Z \leq 92$ olan elementlerin 31,635 keV enerjide L x-ıřını řiddet oranlarını hesaplamıřlardır (Turgut ve Ertugrul, 2004). Dy, Ho,Yb, W,Hg, Tl ve Pb elementlerinin farklı L x-ıřını řiddet oranlarını 59,54 keV da incelemiřlerdir (Yalın vd. 2008). Dy, Ho ve Er elementleri ve bu elementlerin bazı bileřikleri iin farklı L x-ıřını řiddet oranları hesaplanmıřtır (Porikli, 2012). Uranyum, kurřun, hafniyum ve samaryum elementleri iin L L x-ıřını baęıl řiddet oranları 5,9 keV'de 160 eV znrlęe sahip bir Si(Li) dedektr kullanılarak hesaplanmıřtır (Akkuř vd.,2018). Gd,

Dy ve Er elementlerinin L x-ışını şiddet oranlarının sıcaklık ile değişimini incelemişlerdir (Cinan vd. 2021).

Bu çalışmada seyreltme metodu ile elde edilen on dört farklı numunenin farklı şiddet oranlarının ortalama atom numarası ile değişimi incelenecektir.



2. KURAMSAL TEMELLER

2.1. X-Işınlarnn Tarihçesi

1895'de Röntgenin x-ışınlarını keşfinden sonra birçok alanda x-ışınları kullanılmaya başlandı. 1906 yılında x-ışınlarının polarize olabileceği; 1908 yılında x-ışınlarının hedef maddesinin karakteristik bileşenlerini içermesi ile ilgili bilgiler elde edildi. Daha sonra x-ışınlarının parçacık olduğunu Bragg ispatladı. Çizgi spektrumlarında yer alan çizgilerin hedef elementlere ait karakteristiklerin olduğunu ise 1913'de Moseley gösterdi. 1920'lerin başında bilinmeyen elementler keşfedilerek periyodik tablon oluşturulmaya başlandı. Tarihsel gelişim süreci, x-ışınlarının dalga tabiatının 1921'de Laue tarafından keşfi, Bragg'ın, x-ışınlarının yansıma kanununu bulması, x-ışını spektrumlarının teorisinin Summerfeld tarafından çalışılması ve 1929'da Larson tarafından x-ışınlarının anormal dispersiyonunun keşfedilmesiyle devam etmektedir.

Kimyasal analizcilerin çalışmalarında x-ışını flöresans spektrometri çok önemli bir yer tutar. Her bir elementin yayınladığı x-ışınları enerji itibarı ile bir diğerininkinden farklıdır. Bu farklılık yardımıyla analizler yapılabilir. Elementin (bileşiğın) türünü tayin etmeye yarayan analize kalitatif analiz denir. İncelenen numunede element veya bileşiklerin yüzde miktarını bulmaya ise kantitatif analiz denir.

2.2. X-Işınları

Radyasyon enerjisinin parçacık veya dalgalar şeklinde yayılması ya da ilerlemesi olarak tanımlanabilir. Genellikle iyonlaştırıcı ve iyonlaştırıcı olmayan radyasyon diye karakterize edilir. İyonlaştırıcı radyasyon, radyoaktif bozunma, nükleer fisyon ve füzyon, aşırı sıcak nesneler ve parçacık hızlandırıcıları tarafından üretilirler. Radyoaktif maddeler genel olarak iyonize radyasyondur. Alfa parçacıkları, beta parçacıkları, x-ışınları, gama ışınları ve küçük ihtimalli de olsa nötronlar iyonize radyasyon çeşitleridir. İyonlaştırıcı radyasyonlar önlem alınmadığında canlılar için zararlı radyasyon türüdür. İyonlaştırıcı olmayan radyasyon, iyonlaştırıcı radyasyonun aksine elektronları atomlardan ve moleküllerden uzaklaştırmak için yeterli enerjiye sahip değildir. İyonlaştırıcı olmayan radyasyon, atomların yapısını doğrudan etkileyecek veya DNA'ya zarar verecek kadar

güçlü değildir; ancak atomların ısınmasına neden olabilecek şekilde titreşmesine neden olabilir.

X-ışınlarını bir elektromanyetik radyasyon çeşidi olarak tanımlayabiliriz. Çoğu, 3×10^{19} Hz ile 3×10^{16} Hz aralığındaki frekanslara ve 100 eV ile 100 keV aralığındaki enerjilere karşılık gelen x-ışınlarının dalgaboyu 10^{-8} m ile 10^{-13} m aralığındadır. Bir atom herhangi bir yöntemle uyarılarak atomun bir iç tabaka elektronu koparılabilir. Atomun temel hale geçişi sırasında daha dış tabakalardaki bir elektron bu iç tabakadaki boşluğu doldurur. İki tabaka arasındaki enerji farkı karakteristik bir x-ışını fotonu olarak atomdan yayımlanır. Bu karakteristik fotonlar sayılarak karakteristik x-ışını spektrumu oluşturulabilir. Kalibrasyonu yapılmış bir spektrumda piklerin enerjileri x-ışınlarının geçiş enerjilerini (kalitatif analiz), piklerin şiddeti ise elementlerin konsantrasyonlarını (kantitatif analiz) verir.

2.3. X-Işınlarının Üretilmesi

En yaygın x-ışını kaynağı, x-ışını tüpleridir. Bir x-ışını tüpünde katottan yayınlanan elektronlar bir elektrik alanla hızlandırılır ve bunlarla bir metal hedef bombardıman edilir. Çarpan elektronlar tarafından hedef atomları uyarılır ve elektronlar anot maddesi içerisinde yavaşlatıldığında kinetik enerjilerini kaybederler ve x-ışınları yayımlanır.

X-ışınlarının diğer bir kaynağı, direkt olarak x-ışınları, elektronlar veya alfa parçacıkları yayımlayan radyoaktif izotoplardır. İki durumda da yüklü parçacıklar hedef maddeyi bombardıman eder ve hedef maddenin x-ışınları yayımlanır.

X-ışını tüpü hedefine gelen elektronlar; hedeften geri saçılabilir, hedef yüzeyi içerisinde saçılabilir, hedefin iç elektronları ile etkileşebilir, hedef çekirdeklerinin Coulomb alanında elastik saçılmaya uğrayabilir ya da çarpışma yapmadan hedef atomları yakınında inelastik saçılmaya uğrayabilirler. Bir x-ışını tüpünden elde edilen spektrum incelenecek olursa, bunun iki kısımdan oluştuğu görülür. Bunlar sürekli ve çizgi spektrumlarıdır.

2.3.1. Sürekli spektrum

Yüksek hızlı (yüksek kinetik enerjili) elektron hedef atomun derinliklerine nüfuz edebilir. Çekirdek pozitif yüklü ve elektron negatif yüklü olduğundan çekirdek bu elektrona elektrostatik bir kuvvet uygulayarak başlangıç yörüngesini değiştirebilir. Elektronların hızı azalır ve enerjileri de önemli ölçüde azalır. Bu yüzden x-ışınlarının sabit bir frekansı yoktur. Bu yüksek enerjili elektronların madde içinde adım adım yavaşlaması ile (frenleme ışıması = Bremsstrahlung = breaking radiation) sürekli spektrum oluşur. Sürekli spektrumun şekli, anodun tabiatına bağlı olmayıp gelen elektronların enerjisine bağlıdır. Aynı beyaz ışık gibi farklı dalgalı boylarında radyasyon içerdiğinden beyaz spektrum olarak da adlandırılırlar.

β ışınları, iç dönüşüm elektronları, Compton geri tepme elektronları ve Auger elektronları sürekli x-ışını verirler. Ancak elektronlardan başka diğer yüklü parçacıklar önemli sayılabilecek bir sürekli spektrum vermemektedirler.

2.3.2. Çizgi spektrum

Çizgi spektrum, bir element fotonlar, elektronlar veya iyonlar gibi yüksek enerjili parçacıklarla bombardımana maruz bırakıldığında üretilir. Gelen parçacık bir atomdaki bağlı bir elektrona (hedef elektrona) çarptığında, yeterli derecede kinetik enerjiye sahipse hedef elektron atomun iç kabuğundan sökülür. Elektron söküldükten sonra, atomun iç kabuğunda bir boşluk meydana gelir. Dış kabuk elektronları daha sonra iç kabuğa geçerek, iki enerji seviyesi arasındaki enerji farkına eşdeğer fotonlar yayınlanır. Her elementin benzersiz bir enerji seviyeleri seti vardır ve bu nedenle daha yüksek enerji seviyelerinden daha düşük enerji seviyelerine geçiş, her element için karakteristik olan frekanslara sahip x-ışınları üretir.

Çizgi spektrumunda çizgilerin dalgalı boyu, anodun tabiatına yani atom numarasına bağlı olup gelen elektron enerjisiyle ilgili değildir. Yani uyarmaya yetecek enerjide ve onun üzerindeki enerjilerde gelen fotonlara göre çizginin dalgalı boyu değişmez. Çizginin dalgalı boyu ancak hedef maddesinin atom numarası ile değişir.

Bir atomda herhangi bir tabakadan elektron üst tabakalara uyarılırsa iç tabakada elektron boşluğu oluşur. Üst tabakalardan bu boşluklara elektron geçerse, iki tabaka arasındaki enerji farkına eşit enerjili karakteristik x-ışını yayımlanır. Eğer K kabuğunda meydana gelen elektron boşluğu L kabuğundan doldurulursa yayınlanan karakteristik x-ışını K_{α} , K kabuğundaki elektron boşluğu M kabuğundan doldurulursa yayınlanan karakteristik x-ışını K_{β} , N kabuğundan doldurulursa K_{γ} x-ışını adını alır. K tabakasından elektron boşluğu oluşturacak kadar enerjiye sahip olmayan foton ise diğer kabuklardan elektron sökebilir. K kabuğuna benzer olarak L kabuğunda meydana gelen boşluğun M, N, ... kabuklarındaki elektronlarla doldurulması esnasında L_{α} , L_{β} , L_{γ} ışınları, M kabuğu için M_{α} , M_{β} , M_{γ} , ... ve N kabuğu için N_{α} , N_{β} , N_{γ} , ... çizgileri oluşur. Siegbahn gösterimi, X-ışını spektroskopisinde elementlere özgü spektral çizgileri adlandırmak için kullanılır. Bir atomla ilgili elektron geçişleri sonucu yayınlanan K, L ve M tabakaları x-ışınları Şekil 2.1'de verilmiştir.

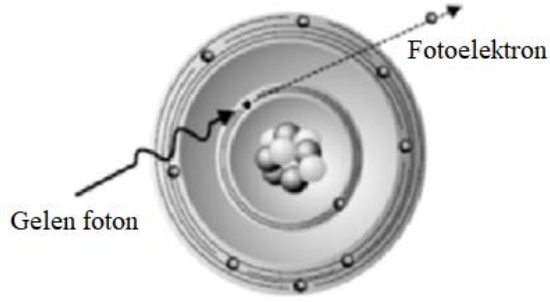
9

2.4. X-Işınlının Madde ile Etkileşmeleri

Fotonlar madde içinden geçerken ya atomların çekirdekleri ya da yörünge elektronları ile etkileşirler. Etkileşimde rol oynayan en önemli olaylar fotoelektrik soğurma, koherent saçılma, Compton saçılması ve çift oluşumdur. Bu olaylar sonucunda foton ya soğurulur veya enerjisinin bir kısmını maddede bırakarak saçılır ya da hiç enerji bırakmadan orijinal yönünden sapar.

2.4.1. Fotoelektrik olay

Fotoelektrik olayda, gelen fotonun enerjisi atoma bağlı elektronun bağlanma enerjisini biraz aşarsa Şekil 2.2'de görüldüğü gibi foton elektron tarafından soğurulur ve elektron serbest hale geçer.



Şekil 2.2. Fotoelektrik olay

Bu yolla atomdan ayrılan fotoelektronun kinetik enerjisi soğurulan foton enerjisi ile bağlanma enerjisinin arasındaki farka eşittir. Bir atomik elektronun serbest hale gelebilmesi için gerekli enerji I_B ve gelen fotonun enerjisi $h\nu$ ise enerji korunumundan, fotoelektrik olayda aşağıdaki şekilde verilen Einstein bağıntısı geçerli olacaktır;

$$E_\gamma = h\nu = I_B + K_e \quad (2.1)$$

Bu elektron ortamda ilerlerken ikincil iyonizasyona, uyarmaya ve frenleme ışınlamına sebep olur. Bununla birlikte teşhiste kullanılan enerji bölgesindeki fotonlar için

elektronun menzili genellikle çok küçüktür. Bu yüzden fotoelektron enerjisinin ortam tarafından tamamen soğurulduğu kabul edilir.

2.4.2. Koherent saçılma

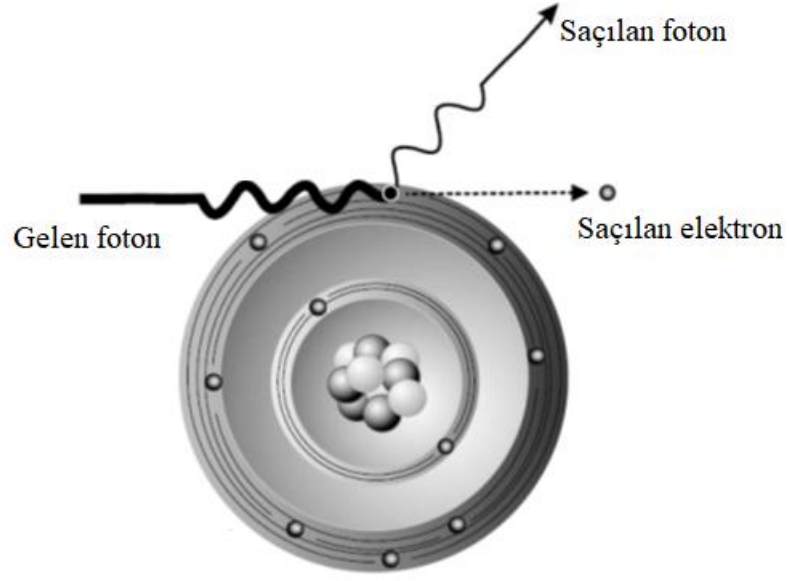
Bu etkileşimde radyasyonun dalgaboyunda bir değişiklik olmaz, yalnızca yönü değişir. İki tip koherent saçılma vardır, Thomson saçılması ve Rayleigh saçılması. Thomson saçılmasında etkileşme bir elektronla Rayleigh saçılmasında ise atomun tüm elektronları ile olur. Koherent saçılma, fotonun atoma sağlam bir şekilde bağlanan elektronlarca yayılmasıdır. Bu olay, nüfuz eden bir fotonun kendisine bağlı herhangi bir elektrona nüfuz ettiğinde, elektronun söz konusu atomdan ayrılmasına yetecek miktarda enerji elde edemediği durumlarda oluşmaktadır. Bu sebeple foton enerjisi az olduğunda ve büyük Z'li ağır elementlerde sıklıkla oluşmaktadır.

Düşük enerjili radyasyon bir atomun elektronlarıyla etkileşirse iyonizasyona sebep olmaz. Radyasyon atomun elektronlarını sadece titreştirir. Herhangi bir enerji transferi olmadığı için bu saçılma türünde sadece radyasyonun yönü değişir.

2.4.3. Compton saçılması

Fotonun madde ile etkileşmesinde en iyi anlaşılan mekanizmalardan birisi Compton saçılmasıdır. Bu olay fotonun serbest bir elektronda esnek saçılmasıdır. Elektronlar madde içinde bağlı durumdadır. Eğer fotonun enerjisi elektronun bağlanma enerjisinden yüksek ise, bağlanma enerjisi göz ardı edilip elektronun serbest olduğu kabul edilir.

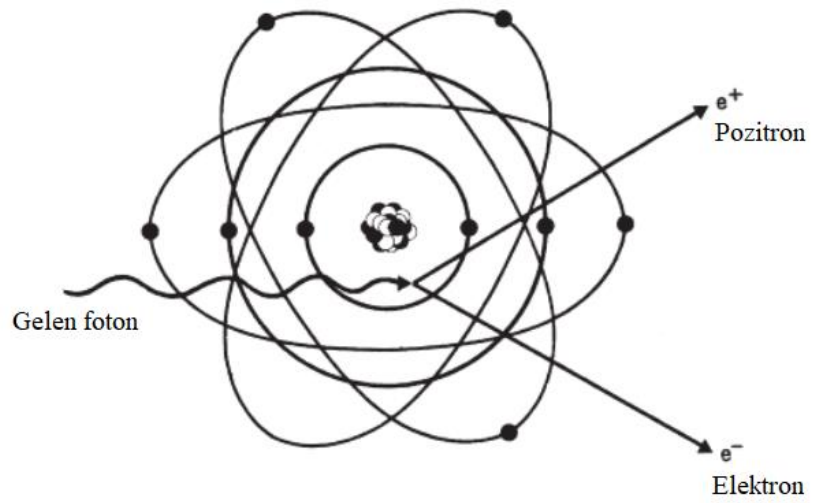
Serbest bir elektron üzerine $h\nu$ enerjili, $h\nu/c$ momentumlu foton düştüğünde, foton daha düşük frekansta saçılmakta ve p momentumuna sahip elektron ortamdan yayınlanmaktadır. Fotonun saçılma açısı fotondan elektrona aktarılan enerji miktarına bağlıdır. Compton saçılması Şekil 2.3'de verilmiştir.



Şekil 2.3. Compton saçılması

2.4.4. Çift oluşum

Enerjileri $2m_0c^2$ 'den (m_0c^2 elektronun durgun kütle enerjisidir) daha büyük olan fotonların yüksek atom numaralı bir maddeyle etkileşmeleri durumunda gelen fotonun tamamen yok olduğu ve yerine bir elektron-pozitron çiftinin oluştuğu olaya çift oluşum olayı denir. Bu olay Şekil 2.4'de gösterilmiştir.



Şekil 2.4. Çift oluşum

Foton yeterli enerjiye sahip olduğunda, madde tarafından soğurulur ve zıt elektrik yüklü parçacıklar meydana getirir. Kısaca, çift oluşum fotonun elektron-pozitron çiftine dönüşmesidir. Bu olay, momentum korunumunu sağlamak için üçüncü bir cismin varlığında meydana gelir. Pozitronun kütlesi elektronun kütlesine eşit olduğundan, elektron-pozitron çift oluşumu için eşik enerjisi $h\nu \approx 2m_e c^2 = 1.02 \text{ MeV}$ olacaktır.

2.5. X-Işını Soğurma Katsayıları

I_0 şiddetli bir foton t kalınlığında bir malzemeden geçtiğinde fotonun şiddetinde bir azalma meydana gelir, bu durum soğurucunun kalınlığı ile orantılıdır.

$$dI = -\mu I dt \quad (2.2)$$

$$\frac{dI}{I} = -\mu dt \quad (2.3)$$

şeklinde formüleleştirilebilir. Negatif işaret fotonun maddeyi geçerken fotonun şiddetinde azalma olacağını gösterir. Eşitlik 2.3 sonlu bir t kalınlığı üzerinden integralini alırsak,

$$\int_{I_0}^I \frac{dI}{I} = - \int_0^t \mu dt \quad (2.4)$$

$$\ln I - \ln I_0 = -\mu t \quad (2.5)$$

$$I = I_0 e^{-\mu t} \quad (2.6)$$

eşitliği elde edilir. Bu ifade “Lambert kanunu” olarak bilinmektedir. Bu kanun birim kalınlıkta maddeyi geçen elektromanyetik radyasyon şuasının şiddetindeki soğrulmanın materyalin kalınlığıyla üstel olarak azalacağını ifade etmektedir. Burada I_0 gelen şuanın şiddeti ve I ise t kalınlığını geçen şuanın şiddetidir. μ niceliği lineer soğrulma katsayısı olarak bilinir ve birim yüzeyde birim kalınlık başına soğrulma kesrini verir.

$$\mu = \frac{\ln(I_0/I)}{t} \quad (2.7)$$

Kütle soğurma katsayısı ise birim alanda birim kütle başına düşen azalmayı gösterir. μ_m ile gösterilir. Soğurucu maddenin yoğunluğu ρ ise kütle soğurma katsayısı

$$\mu_m = \frac{\mu}{\rho} = \frac{\mu}{\frac{m}{V}} = \frac{(InI_0/I)}{\frac{m}{At}} = \frac{(InI_0/I)}{\frac{m}{A}} \quad (2.8)$$

ifadesi ile hesaplanabilir.

Kütle soğurma katsayısının değeri, soğurucu materyalin fiziksel özelliğine bağlı olmadığından dolayı lineer soğurma katsayısından çok daha önemlidir. Kütle soğurma katsayısı direkt olarak soğurucu materyalin tabiatını yansıtır. Bu nedenle lineer katsayısından kütle soğurma katsayısını ölçmek çok daha uygundur.

2.6. Kalitatif ve Kantitatif Analiz

Kalitatif analiz, bir numunenin hangi element veya bileşiklerden meydana geldiğini inceleyen bir yöntemdir. Kantitatif analiz ise bir numunede belirli bir bileşenin ne kadar olduğunu gösteren bir metottur. Numunedeki bileşenin miktarı, bileşenin kütlesi, konsantrasyonu veya nispi bolluğu cinsinden ifade edilebilir. İki tür analiz genellikle birlikte kullanılır. Bir numunenin kalitatif ve kantitatif analizi çeşitli yöntemler kullanılarak yapılabilir. Bunlar genel olarak fiziksel ve kimyasal yöntemlerdir. Fiziksel yöntemlerde ışığın soğurulması, yoğunluk, manyetik duyarlılık gibi fiziksel bir özellik ile analiz etme metotlarıdır. Fiziksel yöntemler şu şekilde sıralanabilir:

*Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR)

*Atomik Emisyon Spektroskopisi (AES)

* Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

*Eser element analizi

*X-ışını Floresans Spektroskopisi (XRF)

*İndüksiyonla Birleşmiş Plazma Atomik Emisyon Spektroskopisi (ICP-AES)

*İndüktif Eşleşmiş Plazma-Kütle Spektroskopisi (ICP-MS)

Kimyasal metotlar ise kimyasal reaksiyonları içeren metotlardır. Bunlar:

*Titrasyon (hacimsel analiz)

*Gravimetrik analiz

*Çeşitli ıslak kimya testleri

*Yanma analizi

*İnert gaz füzyonu

Genellikle fiziksel ve kimyasal yöntemler birbiriyle örtüşür. Ayrıca nicel analizde matematikten yararlanılır. Verileri analiz etmede istatistikler özellikle kullanışlıdır.

Kantitatif analiz için birincil araç, kütleyi kesin olarak ölçmek için kullanılan analitik terazi veya ölçektir. Analitik kimya için, tipik bir terazi kütleyi miligramın 0,1'ine kadar ölçer. Mikroanalitik çalışma için yaklaşık bin kat hassasiyet gerekmektedir. Bir numunenin tamamının veya bir kısmının miktarının bilinmesi birkaç nedenden dolayı önemlidir. Bunlar şu şekilde sıralanabilir.

- 1) Herhangi bir kimyasal reaksiyon gerçekleştiriyorsanız, kantitatif analiz, ne kadar ürün bekleyeceğinizi tahmin etmenize ve gerçek veriminizi belirlemenize yardımcı olur.
- 2) Bazı reaksiyonlar herhangi bir bileşenin konsantrasyonu kritik bir seviyeye ulaştığında gerçekleşir. Örneğin, radyoaktif bir malzemede numunenin kendiliğinden fisyonu uğraması için yeterli miktara ulaştığını gösterebilir.
- 3) Kantitatif analiz, besin seviyelerini ölçmek ve dozajın doğru bir şekilde hesaplanmasını sağlamak için kullanıldığından, gıda ve ilaçların formülasyonu ve test edilmesinde çok önemlidir.
- 4) Bir numunenin safsızlığının belirlenmesinde de kritiktir. Kalitatif analiz, örneğin bir oyuncağın boyasındaki kurşun varlığını belirleyebilirken, kantitatif analiz, ne kadar konsantrasyon olduğunu tespit eder.

- 5) Tıbbi testlerde bir hastanın sağığı hakkında bilgi için kantitatif analize ihtiyaç vardır. Örneğın kantitatif analiz teknikleri, kandaki kolesterol seviyelerini veya plazmadaki lipoproteinlerin oranını veya idrarla atılan protein miktarını belirleyebilir.
- 6) Bir mineralin kantitatif testleri, o minerali belirli bir element veya bileşığı elde etmek için çıkarmanın pratik olup olmadığını belirlemede kullanılabilir.



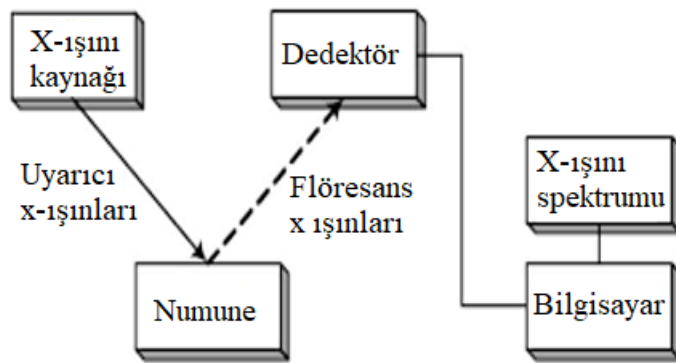
3. MATERYAL ve YÖNTEM

3.1. X-Işını Flöresans Spektroskopisi

X-ışını floresan teknolojisi (XRF), birçok malzeme türünün kimyasal bileşiminin belirlenmesi için en basit, en doğru ve en ekonomik analitik yöntemlerden biridir. Tahribatsız ve güvenilir, çok az numune hazırlama gerektirir ve katı, sıvı ve toz numuneler için uygundur. XRF, alt ppm düzeyinde algılama limitleri sağlar; ayrıca eş zamanlı ölçüm alınmasına olanak sağlar.

XRF, malzemelerin temel bileşimini belirlemek için kullanılan tahribatsız bir analitik tekniktir. XRF analizörleri, bir birincil X-ışını kaynağı tarafından uyarıldığında bir numuneden yayılan flüoresan (veya ikincil) X-ışınlarını ölçerek numunenin kimyasını belirler. Bir numunede bulunan elementlerin her biri, o belirli element için benzersiz olan bir dizi karakteristik flüoresan X-ışınları üretir; bu nedenle XRF spektroskopisi, malzeme bileşiminin kalitatif ve kantitatif analizi için mükemmel bir teknolojidir.

Tipik bir x-ışını flöresans spektrometre, bir primer radyasyon kaynağı (genellikle bir radyoizotop kaynak veya x-ışını tüpü) ve numuneden yayımlanan karakteristik x-ışınlarını saymak için kullanılan bir dedektör ve sayma sisteminden oluşur. Tipik bir x-ışını flöresans düzeneği Şekil 3.1'de gösterilmiştir.



Şekil 3.1. Tipik bir x-ışını flöresans düzeneği

XRF tekniđi ok eřitli uygulamalarda kullanılır:

- *atom ve moleköl alıřmalarında
- *magmatik, tortul ve metamorfik petrolojide arařtırmalarda
- *zemin arařtırmalarında
- *madencilikte
- *imento üretiminde
- *seramik ve cam imalatında
- *metalurjide (kalite kontrol)
- *evresel alıřmalarda (örneğin, hava filtrelerindeki partiköl madde analizleri)
- *petrol endüstrisinde (örneğin, ham petrollerin ve petrol ürünlerinin kükört ieriđi)
- *jeolojik ve evresel alıřmalarda saha analizinde

XRF tekniđinin bazı avantajları vardır. Bunlar:

- *Kimyasal atık olmadan basit, hızlı ve güvenli numune hazırlama.
- * Tahribatsız analitik teknik.
- * Numunelerin hazırlanması kolaydır ve minimum miktarda numune ile analiz yapılabilir
- * Aynı anda oklu element analizi yapılabilir.
- * Spektrumlar analitin kimyasal durumundan hemen hemen bađımsızdır.(katı, sıvı, toz, pellet, ince film)
- * Spektrel analizler kolay ve basittir.
- * Analizler yüksek hassasiyet ve dođruluktur.
- * Günlük yeniden kalibrasyona gerek yoktur.
- * Ekipmanların taşınması kolaydır.

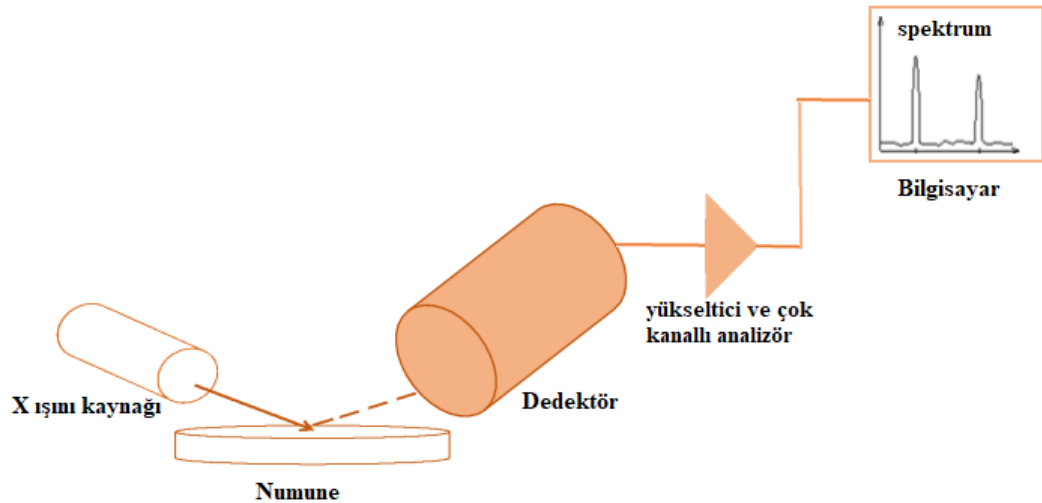
XRF tekniğinin avantajları yanında bazı dezavantajları da vardır.

- *Hafif elementler için sınırlı hassasiyete sahiptir.
- *İnter element etkileri (matris) önemlidir ve düzeltme yapılması gerekebilir.
- *Ortalama bir dedeksiyon limiti vardır.
- *Ekipmanlar oldukça pahalıdır.

3.2. Enerji Ayırmalı X-Işını Spektrometresi (EDXRF)

Bir enerji dağılımlı x-ışını flöresans spektrometresi, numuneden yayılan X-ışınlarının farklı enerjilerini doğrudan ölçer. Her enerjideki X-ışınlarının nispi sayılarını sayarak ve çizerek bir XRF spektrumu üretilir.

Enerji dağıtıcı detektörün prensibi, yarı iletken bir malzemede elektron-hol çiftlerinin üretilmesine dayanır. Gelen X-ışını enerjisi, detektör malzemesi tarafından emilir ve bir veya daha fazla elektron hol çiftinin oluşmasına neden olur. Bu gerçekleştiğinde, elektronlar detektörden çekilir ve ortaya çıkan akım, X-ışını enerjisiyle doğrudan ilişkili olan elektron hol çiftlerinin sayısı ile orantılıdır. Bu analiz işlemi çok yüksek oranda tekrarlanır ve sonuçlar enerji kanallarına göre sıralanır.



Şekil 3.2. EDXRF analiz düzeneği

Enerji ayrımlı spektrometrelerde sayma sistemi ön yükseltici, ana yükseltici, analog sayısal dönüştürücü ve çok kanallı analizörden oluşur. Ön yükseltici detektörden gelen yükü voltaj pulsuna çevirir. Daha sonra bu pulsar ana yükselticide lineer olarak büyütülür ve analog sayısal dönüştürücüye gönderilir. Analog sayısal dönüştürücüde ise bu pulsar detektör üzerine gelen ışımlar enerjileri ya da frekanslarıyla orantılı olacak şekilde bir sayıya çevrilir.

Çok kanallı analizörde ise sayıya dönüştürülmüş olan pulsar uygun kanallara yerleştirilir. Dolayısıyla detektörün çıkış devresinde bulunan uygun kanallar ile bu ışımlar enerjilerine göre gruplara ayrılır ve bilgisayar hafızasına kaydedilir. Aynı enerjili karakteristik x-ışınları bir tepe oluşturur ve numuneye ait spektrum bilgisayar ekranında oluşur. EDXRF analiz sisteminin şeması Şekil 3.2'de görülmektedir.

3.3. HPGe Detektörler

X-ışınlarını ölçmek için genellikle katıhal sayaçları tercih edilirler. Yarıiletkenlerin düşük sıcaklıkta iyi yalıtkan özellik göstermelerinden dolayı sıvı azot sıcaklığında kullanılırlar. Özellikle düşük enerji bölgesinde yer alan karakteristik x-ışınlarının enerjileri birbirlerine daha yakındır bu yüzden bu karakteristik x-ışınlarının şiddetlerini ölçmek için uygun rezolüsyona sahip ve dedektör verimi iyi olan Si(Li), Ge(Li) ve HPGe gibi dedektörler daha çok tercih edilirler.

Detektöre gelen fotonlar altın elektrot ve ölü tabakayı geçerek Ge atomlarını uyarır. Böylece + ve – iyon çiftleri meydana gelir. Bu olaylar sonucunda fotonlar enerjilerinin çoğunu fotoelektronlara aktarmış olurlar. Elektron-hol çiftlerinin oluşumu fotoelektronların enerjileri bitene kadar devam eder. Uygulanmış olan ters beslem sebebiyle ortaya çıkan elektrik alan elektron-hol çiftlerini toplar. Ters beslemeden dolayı boşluklar p-tipi, elektronlar ise n-tipi bölgeye doğru hareket ederler. Sonuçta detektöre gelen foton enerjisi ile orantılı sayıda elektron-hol çifti meydana gelir. Dedektör seçilirken elektron hol çifti başına düşen enerjinin küçük olmasına yani verimin büyük olmasına dikkat edilir. Dedektör hacmi içerisinde foton enerjisi ile orantılı elektrik sinyalleri üretilir ve bu sinyaller ön yükseltici, ana yükseltici ve analizöre giderler.

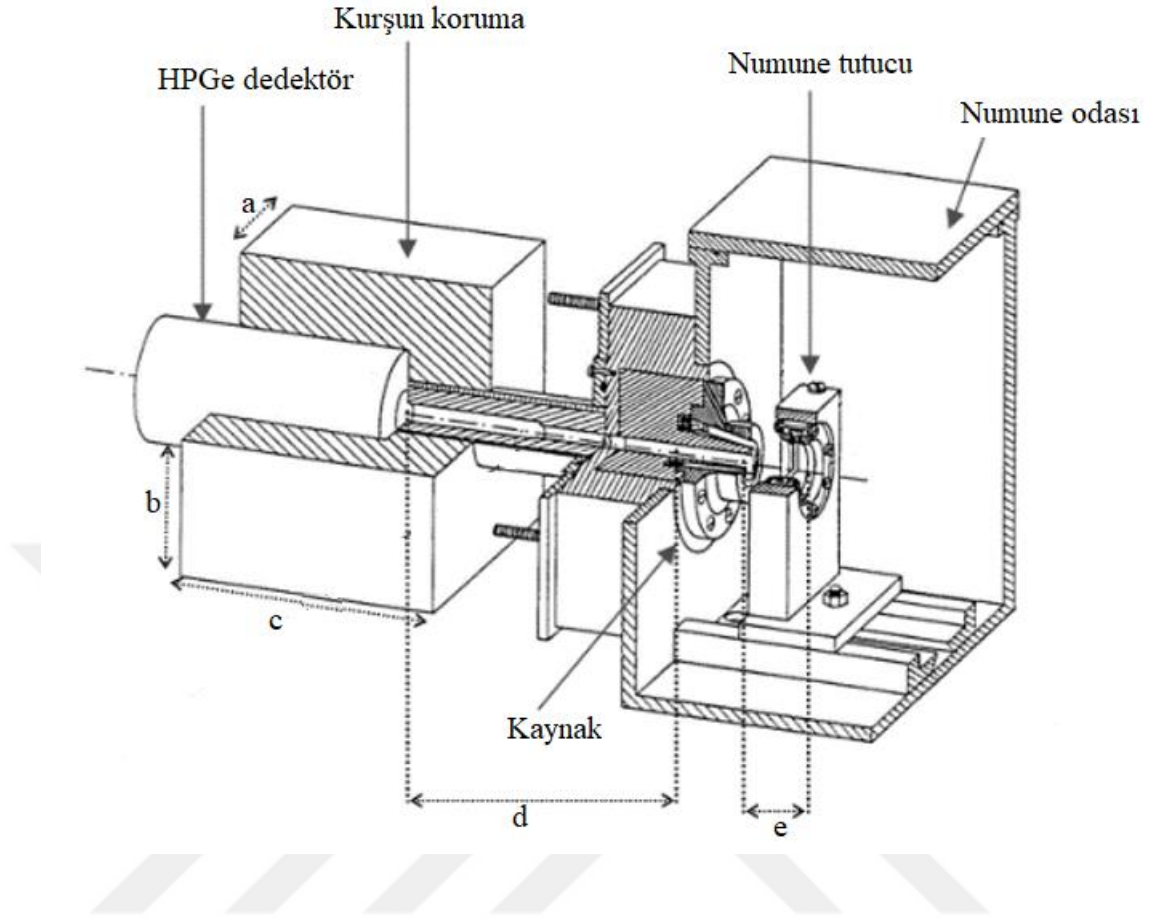
Yarıiletken dedektör seçilirken rezolüsyonu ve sayma verimliliğine dikkat edilmelidir. Birkac yüz keV üzerindeki ışınları saymak için NaI ve Ge dedektörler daha çok tercih edilirler. Ancak Ge dedektörler NaI detektörlere göre daha iyi rezolüsyona sahiptirler. Rezolüsyonun iyi olması yalnızca yakın aralıklı piklerin sayılmasına yardımcı olmakla kalmaz, aynı zamanda geniş bir spektrumda üst üste binmiş zayıf kaynakların ayırık enerjilerinin saptanmasına da yardımcı olur.

3.4. Deney Sistemi

Bu tez çalışmasında kullanılacak deney sisteminin şematik şekli Şekil 3.3'de gösterilmiştir. İncelenen numuneler, numune odası olarak adlandırılan bir hazne içerisinde bulunan numune tutucuya yerleştirilmiştir. Numunelerin yerleştirildiği numune odası sayesinde hava ortamından gelen etkiler azaltılmış ve en iyi spektrum elde edilmeye çalışılmıştır. Numune odasında bulunan 5 Ci'lik ^{241}Am halka kaynak konik bir kurşun kolimatör içerisine yerleştirilmiştir. Ölçümler sırasında araştırmacıya zarar vermemesi için numune odasındaki kurşun zırhlama yapılmıştır. Bu tez çalışmasında kullanılan HPGe detektörün bazı özellikleri Tablo 3.1'de verilmiştir.

Tablo 3.1. HPGe detektörün bazı özellikleri

Aktif çap	16 mm
Aktif alan	200 mm ²
Dedektörün hassas derinliği (aktif kalınlık)	10 mm
Be pencere kalınlığı	0,12 mm
Besleme gerilimi	-1500 V
Rezolüsyon	5,9 keV'de 182 eV 122 keV'de 488 eV



Şekil 3.3. Deney sistemi (a=6.5 cm, b=6.3 cm, c=13.5 cm, d=11 cm, e=5 cm)

3.5. Numunelerin Hazırlanması

Bu çalışmada seyreltme tekniği kullanılarak on dört farklı numune hazırlanmıştır. Bizmut (Bi) ve Selüloz ($C_6H_{10}O_5$) tozlarını karıştırarak farklı ortalama atom numarasına sahip numuneler elde edilmiştir. Selülozun ortalama atom numarası

$$\bar{Z}_c = \frac{\sum_i n_i Z_i}{n} \quad (3.1)$$

ifadesi ile bulunur. Burada n selülozu oluşturan atomların toplam sayısı, n_i selülozu oluşturan i . elementin atom sayısı, Z_i ise selülozu oluşturan i . elementin atom numarasıdır.

Numuneyi oluşturan selüloz ve bizmutun yüzdece konsantrasyonları ise,

$$C_{b(c)}\% = \frac{m_{b(c)}}{m_b + m_c} \times 100 \quad (3.2)$$

ifadesi ile hesaplandı. Burada m_b bizmutun m_c ise selülozun kütleleridir.

Numunelerin ortalama atom numarası ise

$$\bar{Z}_s = \bar{Z}_b \times C_b + \bar{Z}_c \times C_c \quad (3.3)$$

Burada $\bar{Z}_s$ numunenin ortalama atom numarası, $\bar{Z}_b$ ve $\bar{Z}_c$ bizmut ve selülozun ortalama atom numarası, C_b ve C_c ise bizmut ve selülozun yüzdece konsantrasyonlarıdır. Çalışmada kullanılacak on dört farklı numunenin kütle miktarları, yüzdece konsantrasyonları numune kalınlıkları ve ortalama atom numaraları Tablo 3.2'de verilmiştir.

Tablo 3.2. Hazırlanan numunelerin özellikleri

Numune No	m_b (g)	m_c (g)	C_b (%)	C_c (%)	Numune kalınlığı (g/cm ²)	$\bar{Z}_s$
1	0,357	0,000	1,000	0,000	0,255	83,000
2	0,326	0,025	0,929	0,071	0,227	77,371
3	0,300	0,050	0,857	0,143	0,243	71,703
4	0,276	0,075	0,786	0,214	0,230	66,082
5	0,251	0,101	0,713	0,287	0,233	60,377
6	0,225	0,125	0,643	0,357	0,230	54,796
7	0,200	0,151	0,571	0,429	0,224	49,143
8	0,175	0,175	0,500	0,500	0,214	43,551
9	0,150	0,201	0,428	0,572	0,211	37,855
10	0,125	0,225	0,357	0,643	0,195	32,273
11	0,101	0,250	0,287	0,713	0,193	26,718
12	0,075	0,275	0,215	0,785	0,228	21,044
13	0,051	0,301	0,144	0,856	0,204	15,444
14	0,025	0,325	0,072	0,928	0,214	9,743

3.6. Farklı Şiddet Oranlarının Hesaplanması

Belirli bir dalgaboyundaki toplam saçılma yoğunluğu aşağıdaki gibi ifade edilir (Bertin, 1975).

$$I_{sc} = \frac{I_{coh}}{2(\mu/\rho)_\lambda} + \frac{I_{comp}}{2(\mu/\rho)_\lambda + (\mu/\rho)_{\lambda-\Delta\lambda}} \quad (3.4)$$

ifadede yer alan I_{coh} ve I_{comp} koherent ve Compton piki altında kalan alanları göstermektedir. $(\mu/\rho)_\lambda$ numunenin özel bir dalgaboyundaki (örneğin $K_\alpha, K_\beta, L_\alpha, L_\beta$ vb) kütle soğurma katsayısı ve $(\mu/\rho)_{\lambda-\Delta\lambda}$ ise numunenin uyarıcı foton enerjisindeki kütle soğurma katsayısıdır.

Bu tez çalışmasında toplam saçılma yoğunluğu, numunenin $L_\alpha, L_\beta, K_{\alpha_2}$ ve K_{α_1} 'deki dört farklı dalgaboyunda hesaplanmıştır. Bunlar eşitlik 3.4 ifadesinden faydalanılarak elde edilmiştir. Bunlar:

$$I_{sc(L_\alpha)} = \frac{I_{coh}}{2(\mu/\rho)_{L_\alpha}} + \frac{I_{comp}}{2(\mu/\rho)_{L_\alpha} + (\mu/\rho)_{59,54}} \quad (3.5)$$

$$I_{sc(L_\beta)} = \frac{I_{coh}}{2(\mu/\rho)_{L_\beta}} + \frac{I_{comp}}{2(\mu/\rho)_{L_\beta} + (\mu/\rho)_{59,54}} \quad (3.6)$$

$$I_{sc(K_{\alpha_2})} = \frac{I_{coh}}{2(\mu/\rho)_{K_{\alpha_2}}} + \frac{I_{comp}}{2(\mu/\rho)_{K_{\alpha_2}} + (\mu/\rho)_{59,54}} \quad (3.7)$$

$$I_{sc(K_{\alpha_1})} = \frac{I_{coh}}{2(\mu/\rho)_{K_{\alpha_1}}} + \frac{I_{comp}}{2(\mu/\rho)_{K_{\alpha_1}} + (\mu/\rho)_{59,54}} \quad (3.8)$$

Ayrıca bu tez çalışmasında $(I_{coh} + I_{comp})/(\mu/\rho)_{L_\alpha}$, $(I_{coh} + I_{comp})/(\mu/\rho)_{L_\beta}$, $(I_{coh} + I_{comp})/(\mu/\rho)_{K_{\alpha_2}}$, $(I_{coh} + I_{comp})/(\mu/\rho)_{K_{\alpha_1}}$, $I_{L_\alpha}/I_{sc(L_\alpha)}$, $I_{L_\beta}/I_{sc(L_\beta)}$, $I_{K_{\alpha_2}}/I_{sc(K_{\alpha_2})}$ ve $I_{K_{\alpha_1}}/I_{sc(K_{\alpha_1})}$ şiddet oranları da hesaplanmıştır.

3.7. Kütle Soğurma Katsayılarının Hesaplanması

Farklı şiddet oranları hesaplanırken hesaplamalarda yer alan kütle soğurma katsayıları WinXCom programı ile elde edildi. Her bir element için toplam kütle soğurma

katsayılarını 1 keV'den 100 GeV'e kadar geniş enerji aralığında hesaplayan XCom programının geliştirilmesinden sonra XCom'un Windows'a transfer edilmiş hali olan WinXCom 2001 yılında Gerward ve arkadaşları tarafından geliştirilmiştir (Gerward vd., 2001). WinXCom programı kütle soğurma katsayılarını teorik olarak hesaplayan bir programdır. Bu program bir elementin, bileşiğin ya da karışımın kütle soğurma katsayılarını teorik olarak hesaplanabilmektedir. WinXCom programı tesir kesiti ya da kütle soğurma katsayılarını içeren verileri tablolar halinde Microsoft Excel formatında dışa aktarmayı mümkün kılar. Böylelikle grafik gösterim ve daha fazla veriyi işleme açısından kolaylıklar sunar. WinXCom'un kullanıcı tarafından tanımlanan bileşiklerin karışımları için soğurma verilerini hesaplama olanağı ile radyasyon zırhlama özelliklerinin incelenmesi kullanışlı hale gelmiştir (Singh vd. 2003). WinXCom programının ara yüzü Şekil 3.4'de gösterilmiştir.



Şekil 3.4. WinXCom programı ara yüzü

WinXCom, çok elementli bileşikler için toplam kütle soğurma katsayısını, her bir elementin kütle soğurma katsayılarının karışım kuralına göre hesaplayan bir programdır.

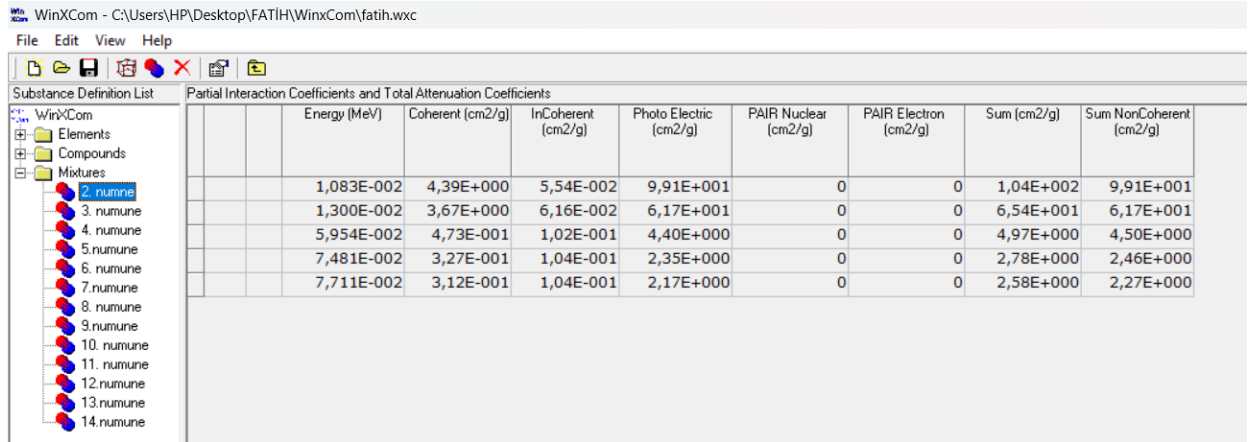
$$\frac{\mu}{\rho} = \sum_i \omega_i \left(\frac{\mu}{\rho} \right)_i \quad (3.9)$$

Burada ω_i i. elementin ağırlık kesrini, $(\mu/\rho)_i$ ise i. elementin kütle soğurma katsayısını göstermektedir. Bir bileşiğe ait olan ağırlık kesri ise eşitlik (3.2) ile hesaplanmaktadır (Hubbell ve Seltzer, 1995).

$$\omega_i = \frac{n_i A_i}{\sum_i n_i A_i} \quad (3.10)$$

bu ifadede A_i , i. elementin atom ağırlığı, n_i ise, i. elementin atom sayısıdır.

Program kullanılırken önce kütle soğurma katsayılarının hesaplanacağı enerji değerleri programa MeV cinsinden manuel olarak girilmiştir. Bu tez çalışması için enerjiler 0,0108,0,013,0,059,0,075 ve 0,077 MeV'dur. Bu çalışmada kullanılan numuneler selüloz yardımıyla seyreltme tekniği kullanılarak hazırlandığı için önce WinXCom programı ara yüzünde yer alan 'New Compound' kısmından selüloz oluşturulmuştur. Daha sonra Tablo 3.2'de verilen bizmut ve selülozun kütlece yüzdeleri sisteme girilerek numuneler programa tanıtılmıştır. Programa girilen enerji değerlerindeki kütle soğurma katsayıları cm^2/g cinsinden elde edilmiştir. Karışım kuralı ile belirlenen enerjilerde kütle soğurma katsayılarının yer aldığı WinXCom programına ait ara yüz Şekil 3.5'de gösterilmiştir.



WinXCom - C:\Users\HP\Desktop\FATİH\WinXCom\fatih.wxc

File Edit View Help

Substance Definition List

- WinXCom
 - Elements
 - Compounds
 - Mixtures
 - 2. numune
 - 3. numune
 - 4. numune
 - 5. numune
 - 6. numune
 - 7. numune
 - 8. numune
 - 9. numune
 - 10. numune
 - 11. numune
 - 12. numune
 - 13. numune
 - 14. numune

Partial Interaction Coefficients and Total Attenuation Coefficients

	Energy (MeV)	Coherent (cm^2/g)	InCoherent (cm^2/g)	Photo Electric (cm^2/g)	PAIR Nuclear (cm^2/g)	PAIR Electron (cm^2/g)	Sum (cm^2/g)	Sum NonCoherent (cm^2/g)
	1,083E-002	4,39E+000	5,54E-002	9,91E+001	0	0	1,04E+002	9,91E+001
	1,300E-002	3,67E+000	6,16E-002	6,17E+001	0	0	6,54E+001	6,17E+001
	5,954E-002	4,73E-001	1,02E-001	4,40E+000	0	0	4,97E+000	4,50E+000
	7,481E-002	3,27E-001	1,04E-001	2,35E+000	0	0	2,78E+000	2,46E+000
	7,711E-002	3,12E-001	1,04E-001	2,17E+000	0	0	2,58E+000	2,27E+000

Şekil 3.5. WinXCom programı ile elde edilen kütle soğurma katsayılarını gösteren ara yüz

Bu tez çalışmasında WinXCom programı kullanılarak seyreltme tekniği ile hazırlanan numunelere ait kütle soğurma katsayıları Tablo 3.3'de verilmiştir.

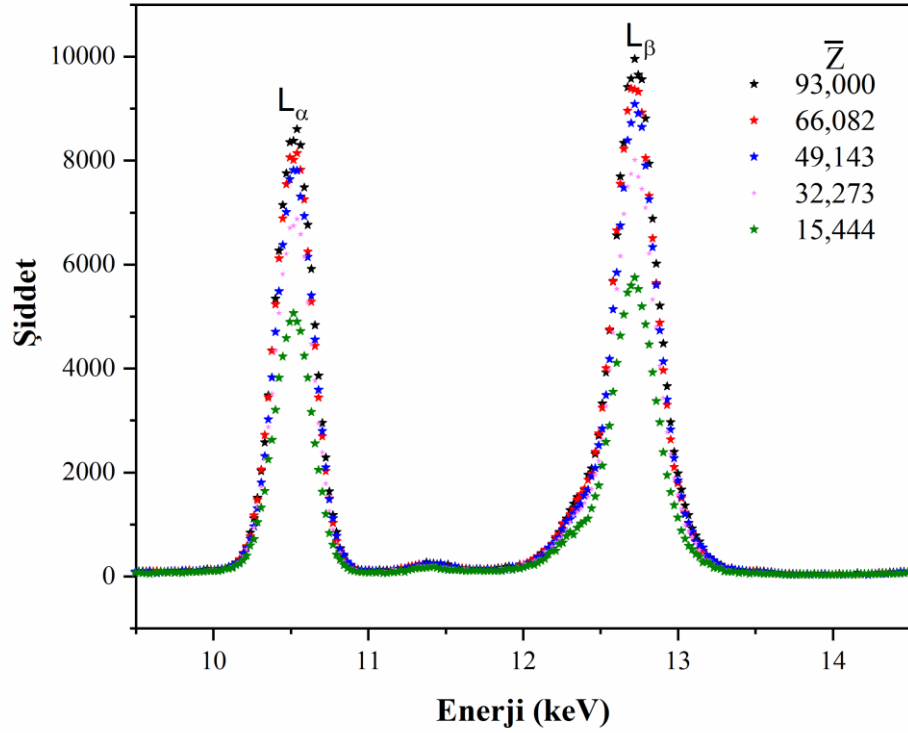
Tablo 3.3. Numunelere ait kütle soğurma katsayısı değerleri (cm²/g)

Numune No	$\bar{Z}_s$	Enerji (MeV)				
		0,0108	0,013	0,059	0,075	0,077
1	83,000	111,190	70,259	5,337	2,983	2,765
2	77,371	103,521	65,405	4,972	2,784	2,581
3	71,703	95,745	60,483	4,602	2,582	2,394
4	66,082	88,076	55,629	4,236	2,383	2,211
5	60,377	80,192	50,638	3,861	2,178	2,022
6	54,796	72,631	45,853	3,501	1,981	1,840
7	49,143	64,854	40,931	3,130	1,779	1,654
8	43,551	57,186	36,077	2,765	1,580	1,470
9	37,855	49,409	31,154	2,395	1,378	1,284
10	32,273	41,741	26,301	2,029	1,179	1,100
11	26,718	34,180	21,515	1,669	0,983	0,919
12	21,044	26,404	16,593	1,299	0,781	0,732
13	15,444	18,735	11,739	0,934	0,581	0,548
14	9,743	10,958	6,817	0,563	0,379	0,362

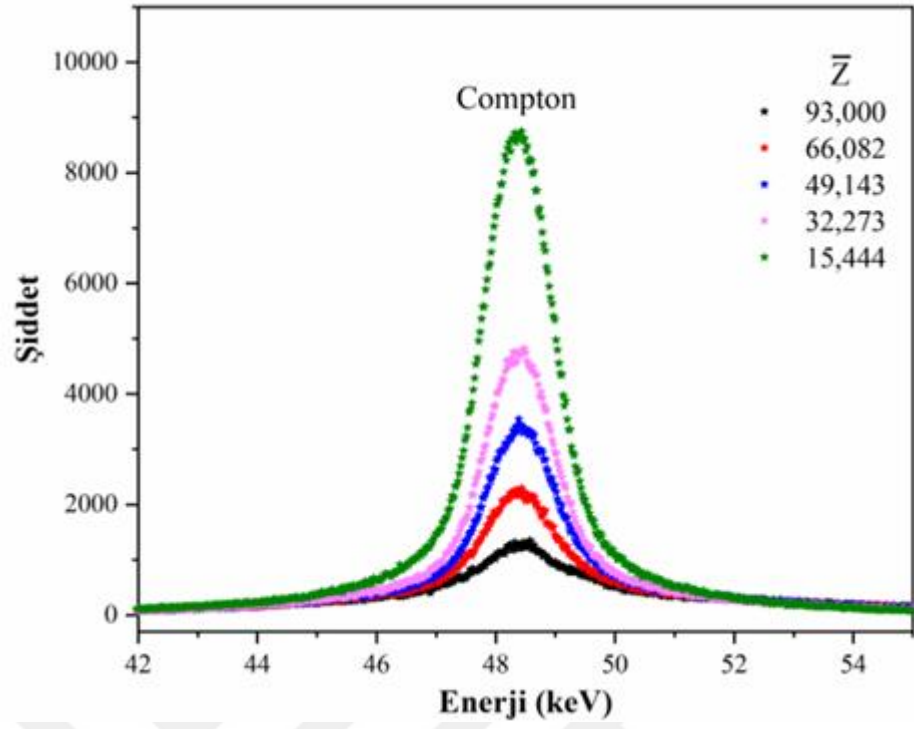
4. ARAŞTIRMA BULGULARI

Bu tez çalışmasında seyreltme tekniği ile bizmut ve selüloz tozları kullanılarak ortalama atom numarası farklı olan on dört farklı numune elde edilmiştir. Farklı şiddet oranlarının ortalama atom numarası ile değişimi incelenmiştir.

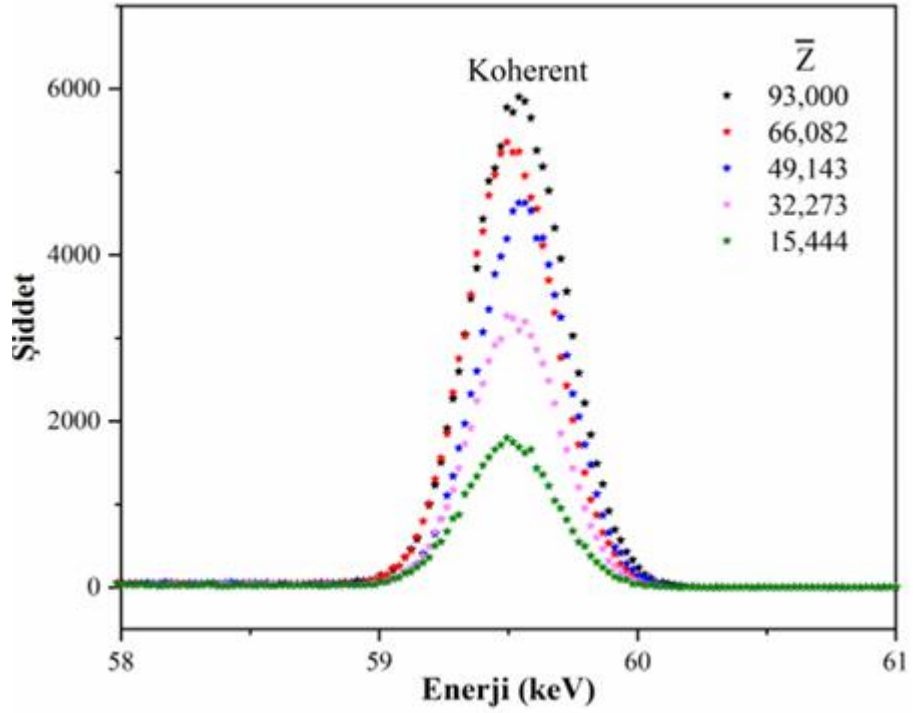
Farklı ortalama atom numarasına sahip numunelere ait L_α ve L_β yayınlanma pikleri, Compton saçılma pikleri ve koherent saçılma piklerinin gösterildiği spektrumlar Şekil 4.1-4.3'de gösterilmiştir.



Şekil 4.1. Bazı ortalama atom numaraları için L_α ve L_β yayınlanma piklerinin spektrumları



Şekil 4.2. Bazı ortalama atom numaraları için Compton saçılma piklerinin spektrumları



Şekil 4.3. Bazı ortalama atom numaraları için koherent saçılma piklerinin spektrumları

Verilen spektrumlar incelendiğinde Şekil 4.1'de yer alan karakteristik piklerin (L_α ve L_β) ve Şekil 4.3'de gösterilen koherent saçılma piklerinin şiddetleri artan ortalama atom numarasıyla artmaktadır. Compton saçılması düşük atom numarasına sahip numunelerde baskın olmasından dolayı Compton saçılma piklerinin şiddetlerinin ise artan ortalama atom numarası ile azaldığı Şekil 4.2'de görülmektedir.

Bu tez çalışmasında ortalama atom numarası 9,743 ile 83,000 arasında olan on dört farklı numunenin farklı şiddet oranları hesaplanmıştır. Örneklerin ortalama atom sayıları birbirine yakın olacak şekilde seçilmiştir. Atom numarasındaki küçük değişikliklerin şiddet oranlarında meydana getirdiği değişiklikler incelenmiştir. Elde edilen numunelerin toplam saçılma şiddet oranları dört farklı enerjide incelenmiştir bu enerjiler bizmut elementinin $K_{\alpha_1}, K_{\alpha_2}, L_\alpha, L_\beta$ enerjileridir. Toplam saçılma şiddet oranlarının ortalama atom numarası ile değişimi Şekil 4.4-4.8'de verilmiştir.

Bu tez çalışmasında seyreltme yöntemi ile elde edilen numunelerin ortalama atom numarası ile $(I_{\text{coh}} + I_{\text{comp}}) / (\mu / \rho)_{L_\alpha}$, $(I_{\text{coh}} + I_{\text{comp}}) / (\mu / \rho)_{L_\beta}$, $(I_{\text{coh}} + I_{\text{comp}}) / (\mu / \rho)_{K_{\alpha_2}}$, $(I_{\text{coh}} + I_{\text{comp}}) / (\mu / \rho)_{K_{\alpha_1}}$ şiddet oranlarının değişimi Şekil 4.8-4.11'de verilmiştir.

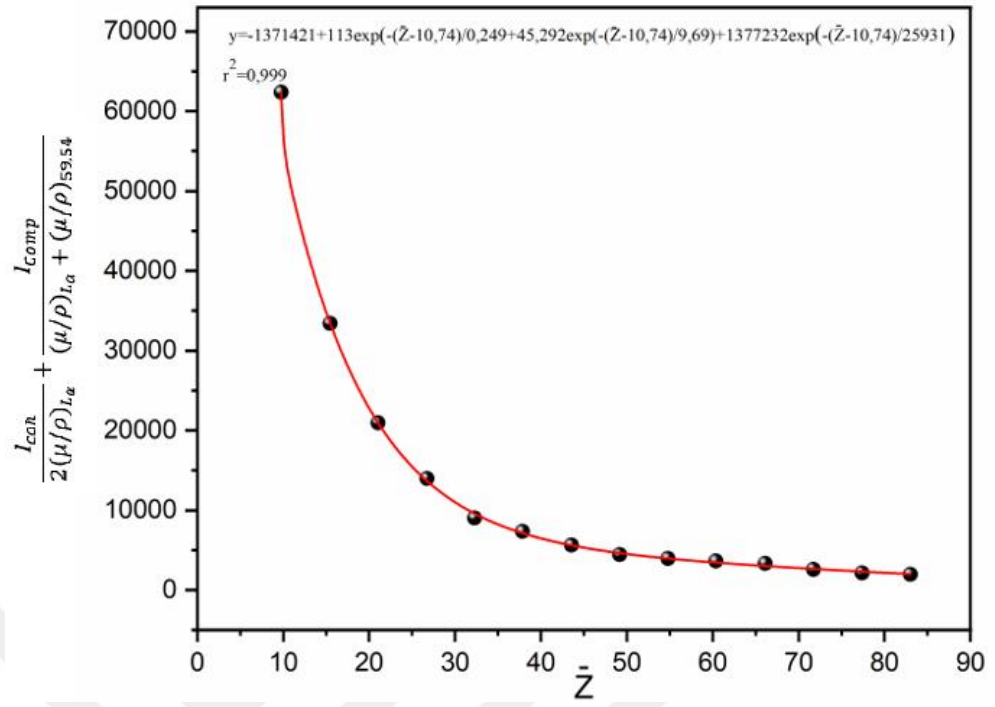
Ortalama atom numarasına bağlı olarak toplam saçılma şiddet oranları için elde edilen veriler Tablo 4.1'de verilmiştir.

Ortalama atom numarasına göre $(I_{\text{coh}} + I_{\text{comp}}) / (\mu / \rho)_{L_\alpha}$, $(I_{\text{coh}} + I_{\text{comp}}) / (\mu / \rho)_{L_\beta}$, $(I_{\text{coh}} + I_{\text{comp}}) / (\mu / \rho)_{K_{\alpha_2}}$, $(I_{\text{coh}} + I_{\text{comp}}) / (\mu / \rho)_{K_{\alpha_1}}$ şiddet oranları için elde edilen veriler Tablo 4.2 ve Tablo 4.3'de verilmiştir.

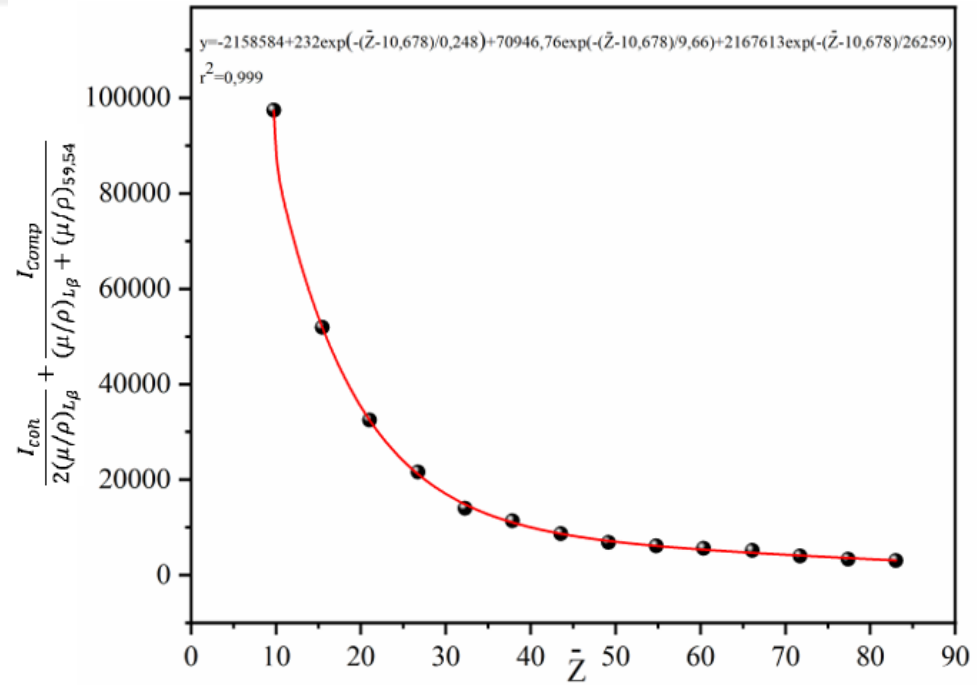
$I_{L_\alpha} / I_{sc(L_\alpha)}$, $I_{L_\beta} / I_{sc(L_\beta)}$, $I_{K_{\alpha_2}} / I_{sc(K_{\alpha_2})}$ ve $I_{K_{\alpha_1}} / I_{sc(K_{\alpha_1})}$ şiddet oranları için elde edilen veriler ise Tablo 4.4'de verilmiştir.

Tablo 4.1. L_{α} , L_{β} , K_{α_2} ve K_{α_1} enerjilerindeki toplam saçılma oranlarının ortalama atom numarası ile değişimi

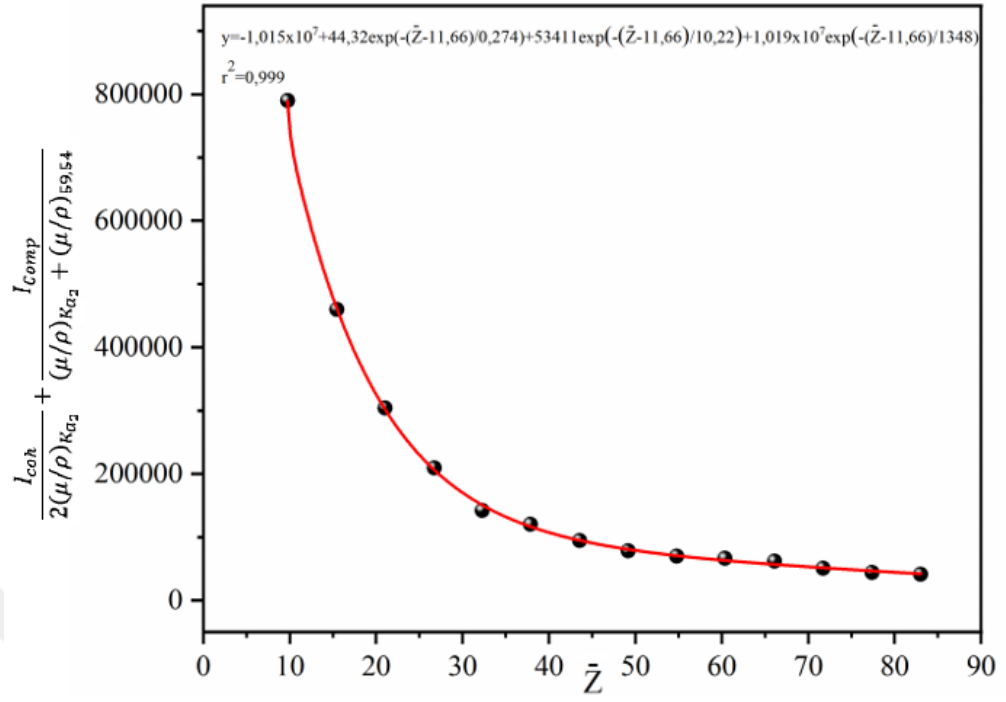
$\bar{Z}_s$	$I_{sc(L_{\alpha})}$	$I_{sc(L_{\beta})}$	$I_{sc(K_{\alpha_2})}$	$I_{sc(K_{\alpha_1})}$
83,000	1983,985	3077,982	38982,852	40966,768
77,371	2150,782	3336,720	41963,941	44077,529
71,703	2575,347	3992,907	48467,441	50797,286
66,082	3334,665	5165,163	59393,254	62035,950
60,377	3641,375	5639,816	63891,974	66665,295
54,796	3950,146	6115,787	67158,823	69926,985
49,143	4434,813	6867,723	74979,201	78031,074
43,551	5623,373	8704,581	91078,862	94511,654
37,855	7330,361	11347,995	115998,137	120168,669
32,273	9048,990	14008,462	137765,377	142333,113
26,718	13972,289	21633,467	203130,095	209193,386
21,044	20966,550	32498,643	296109,888	304325,088
15,444	33406,704	51884,565	449002,902	459955,499
9,743	62359,242	97391,898	774586,504	789740,973



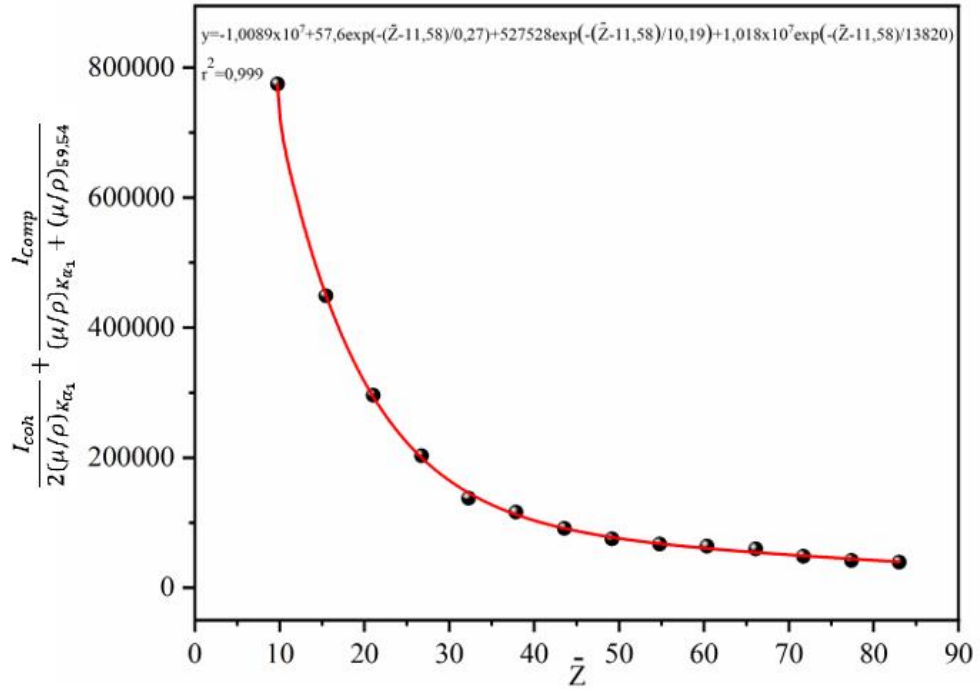
Şekil 4.4. L_α enerjisinde toplam saçılma şiddet oranının ortalama atom numarası ile değişimi



Şekil 4.5. L_β enerjisinde toplam saçılma şiddet oranının ortalama atom numarası ile değişimi



Şekil 4.6. K_{α_2} enerjisinde toplam saçılma şiddet oranının ortalama atom numarası ile değişimi



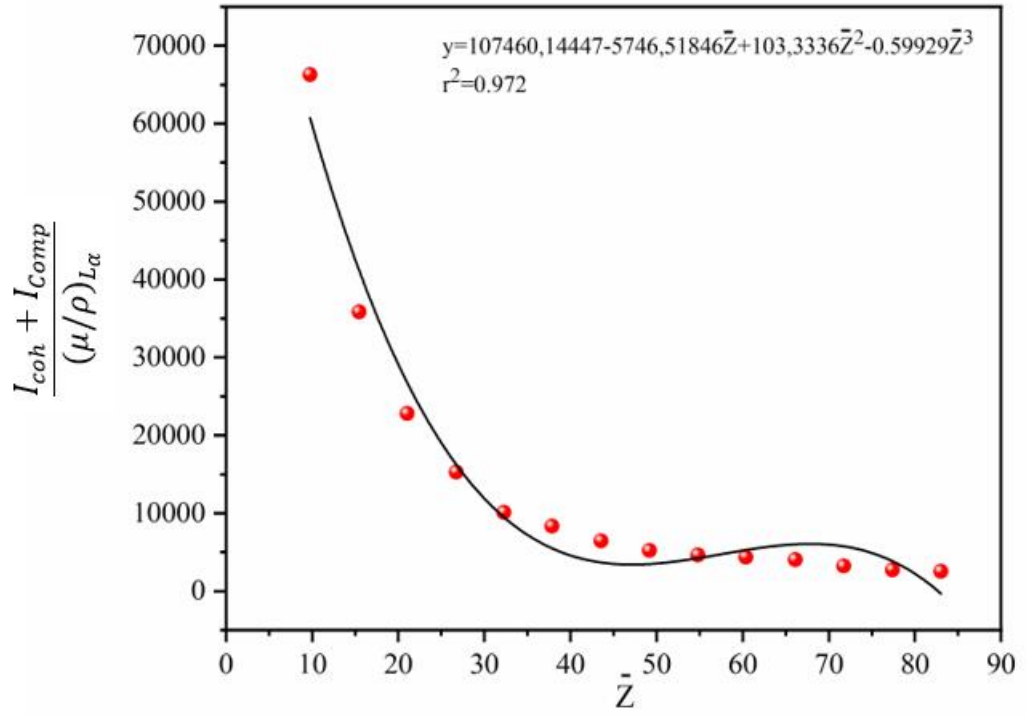
Şekil 4.7. K_{α_1} enerjisinde toplam saçılma şiddet oranının ortalama atom numarası ile değişimi

Tablo 4.2. $(I_{\text{coh}} + I_{\text{Comp}}) / (\mu / \rho)_{L_\alpha}$ ve $(I_{\text{coh}} + I_{\text{Comp}}) / (\mu / \rho)_{L_\beta}$ şiddet oranlarının ortalama atom numarası ile değişimi

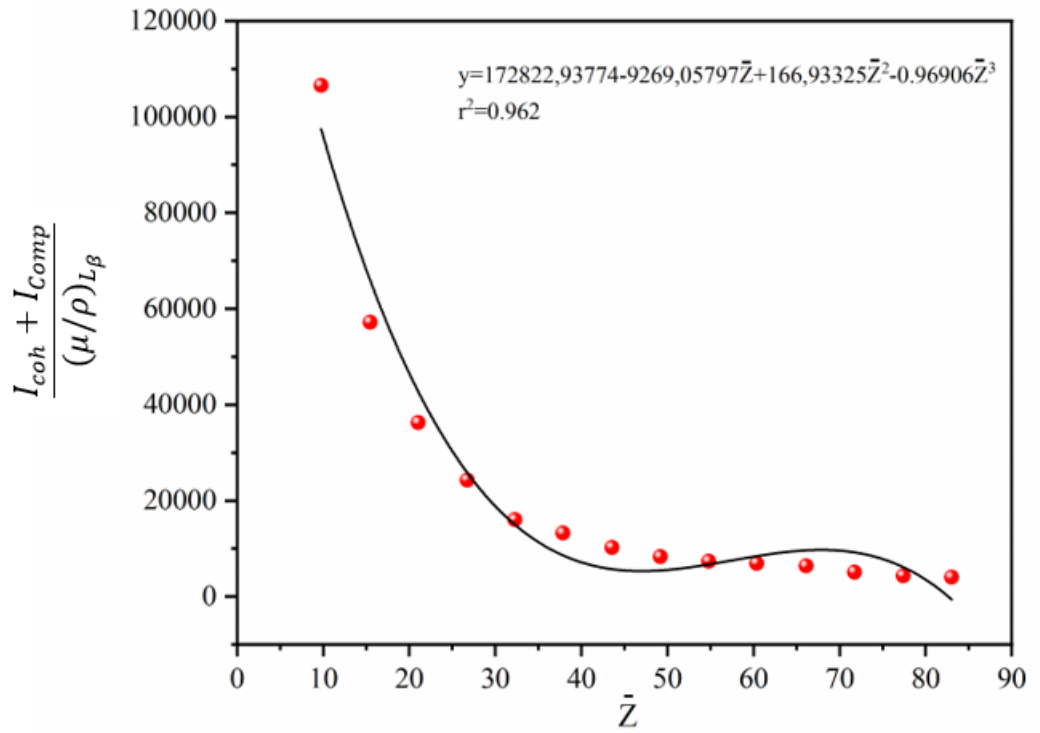
$\bar{Z}_s$	$(I_{\text{coh}} + I_{\text{Comp}}) / (\mu / \rho)_{L_\alpha}$	$(I_{\text{coh}} + I_{\text{Comp}}) / (\mu / \rho)_{L_\beta}$
83,000	2537,279	4015,420
77,371	2741,463	4339,102
71,703	3213,543	5087,052
66,082	4027,876	6377,242
60,377	4365,544	6913,326
54,796	4654,760	7373,145
49,143	5220,306	8271,558
43,551	6468,732	10253,706
37,855	8345,803	13235,994
32,273	10114,83	16052,906
26,718	15291,93	24293,756
21,044	22777,270	36244,805
15,444	35828,250	57181,233
9,743	66272,760	106540,771

Tablo 4.3. $(I_{\text{coh}} + I_{\text{Comp}}) / (\mu / \rho)_{K_{\alpha_2}}, (I_{\text{coh}} + I_{\text{Comp}}) / (\mu / \rho)_{K_{\alpha_1}}$ şiddet oranlarının ortalama atom numarası ile değişimi

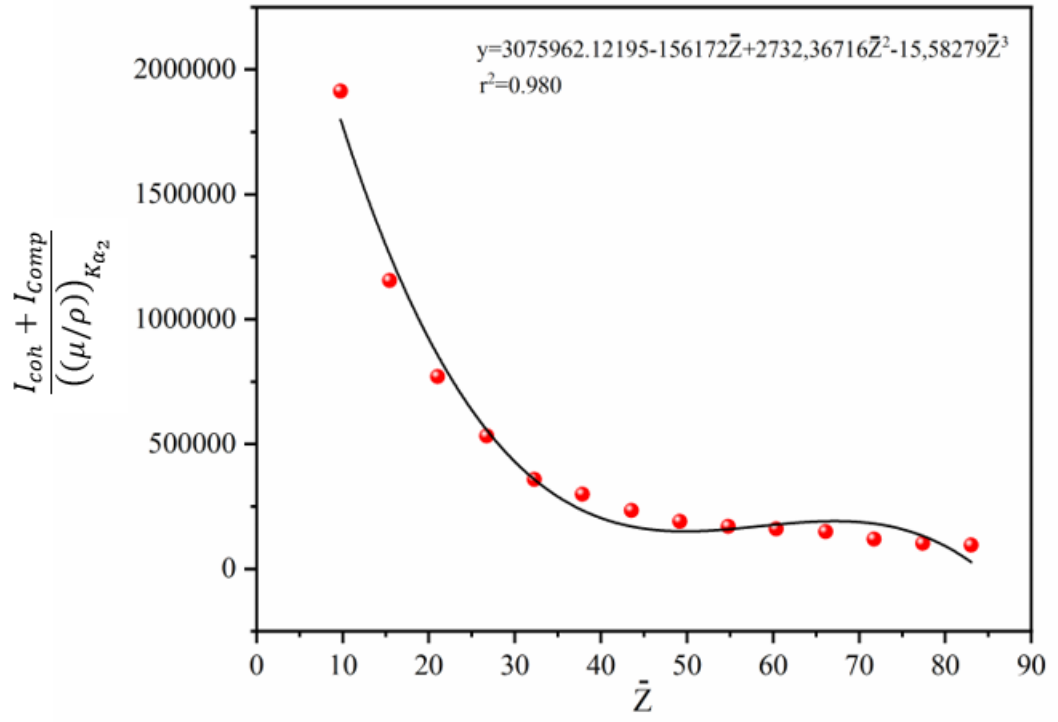
$\bar{Z}_s$	$I_{\text{Comp}}) / (\mu / \rho)_{K_{\alpha_2}}$	$I_{\text{Comp}}) / (\mu / \rho)_{K_{\alpha_1}}$
83,000	94576,799	102047,035
77,371	101947,786	109966,241
71,703	119173,698	128500,497
66,082	148897,221	160483,340
60,377	160751,056	173171,585
54,796	170627,845	183703,963
49,143	190267,667	204698,114
43,551	234097,938	251623,604
37,855	299203,353	321220,714
32,273	358100,555	383848,733
26,718	531930,617	568943,081
21,044	770423,983	821268,870
15,444	1154494,814	1223849,734
9,743	1914108,333	2005846,511



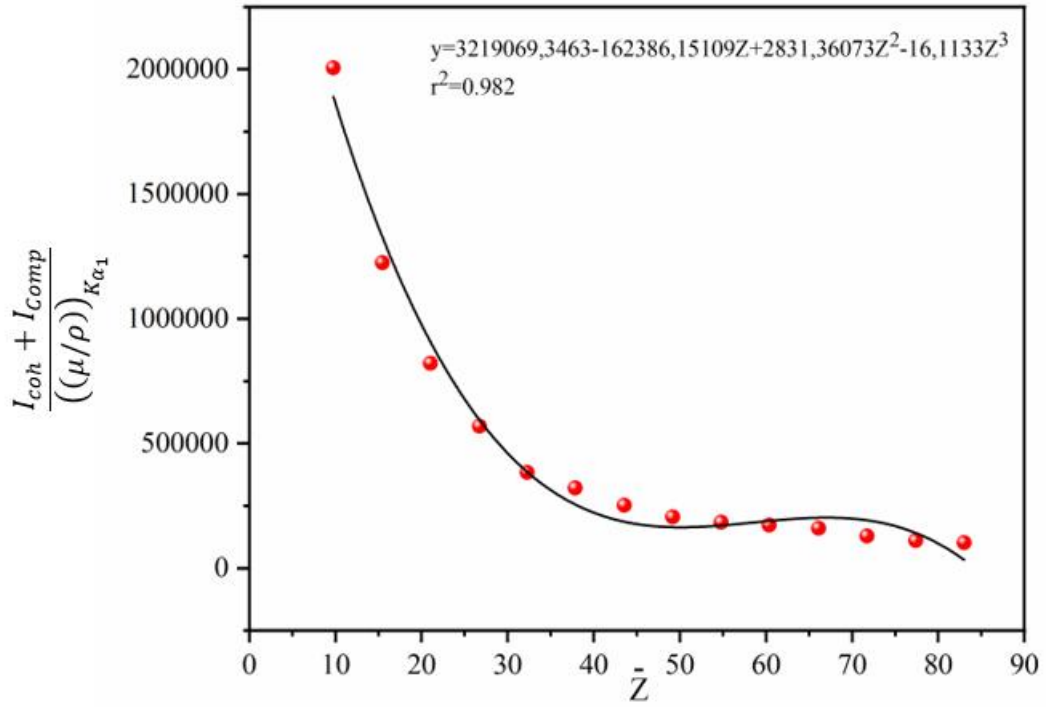
Şekil 4.8. $I_{coh} + I_{comp} / (\mu/\rho)_{L_\alpha}$ şiddet oranının ortalama atom numarası ile değişimi



Şekil 4.9. $I_{coh} + I_{comp} / (\mu/\rho)_{L_\beta}$ şiddet oranının ortalama atom numarası ile değişimi



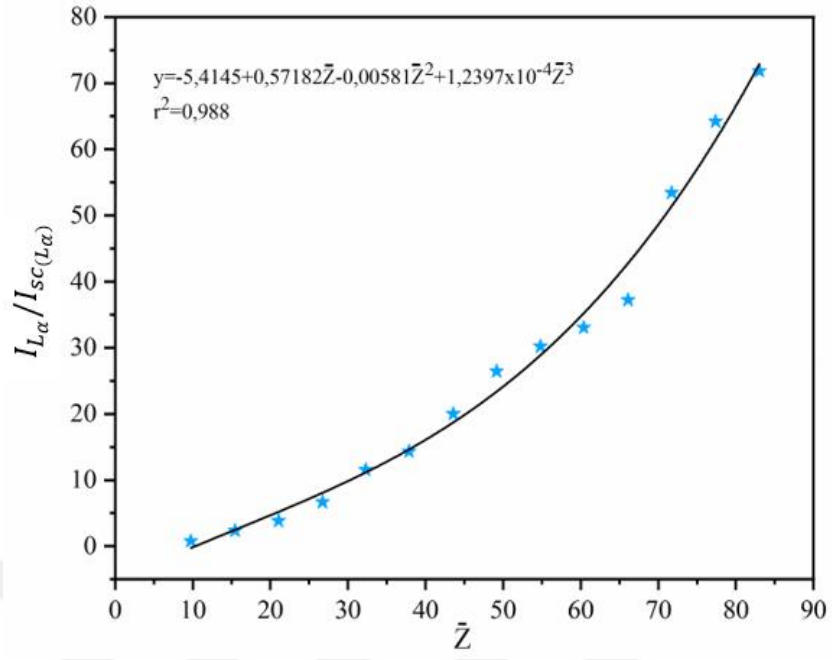
Şekil 4.10. $I_{coh} + I_{comp} / (\mu/\rho)_{K\alpha_2}$ şiddet oranının ortalama atom numarası ile değişimi



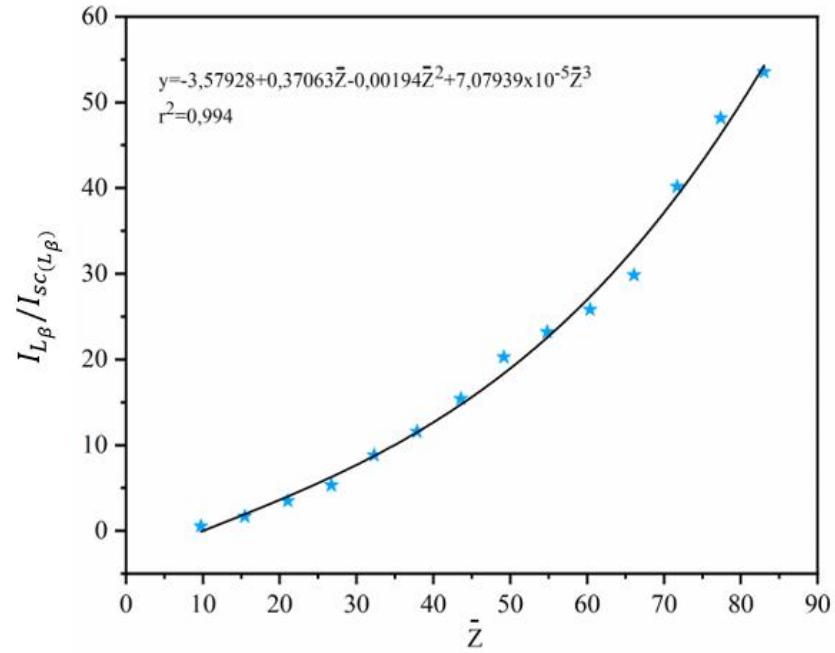
Şekil 4.11. $I_{coh} + I_{comp} / (\mu/\rho)_{K\alpha_1}$ şiddet oranının ortalama atom numarası ile değişimi

Tablo 4.4. $I_{L\alpha}/I_{Sc(L\alpha)}$, $I_{L\beta}/I_{Sc(L\beta)}$, $I_{K\alpha_2}/I_{Sc(K\alpha_2)}$ ve $I_{K\alpha_1}/I_{Sc(K\alpha_1)}$ şiddet oranlarının ortalama atom numarası ile değişimi

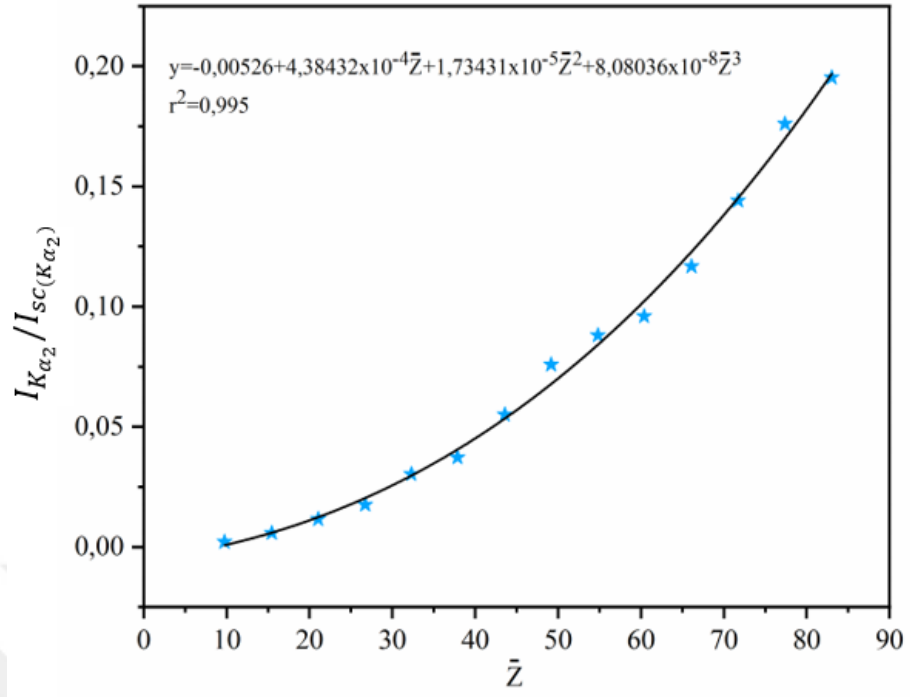
$\bar{Z}_s$	$I_{L\alpha}/I_{Sc(L\alpha)}$	$I_{L\beta}/I_{Sc(L\beta)}$	$I_{K\alpha_2}/I_{Sc(K\alpha_2)}$	$I_{K\alpha_1}/I_{Sc(K\alpha_1)}$
83,000	71,835	53,542	0,195	0,205
77,371	64,218	48,155	0,176	0,185
71,703	53,430	40,161	0,144	0,151
66,082	37,233	29,846	0,117	0,122
60,377	33,064	25,838	0,096	0,100
54,796	30,196	23,212	0,088	0,092
49,143	26,436	20,286	0,076	0,079
43,551	20,031	15,413	0,055	0,057
37,855	14,335	11,579	0,037	0,039
32,273	11,546	8,832	0,030	0,031
26,718	6,665	5,318	0,018	0,018
21,044	3,819	3,507	0,012	0,012
15,444	2,364	1,687	0,006	0,006
9,743	0,768	0,561	0,002	0,002



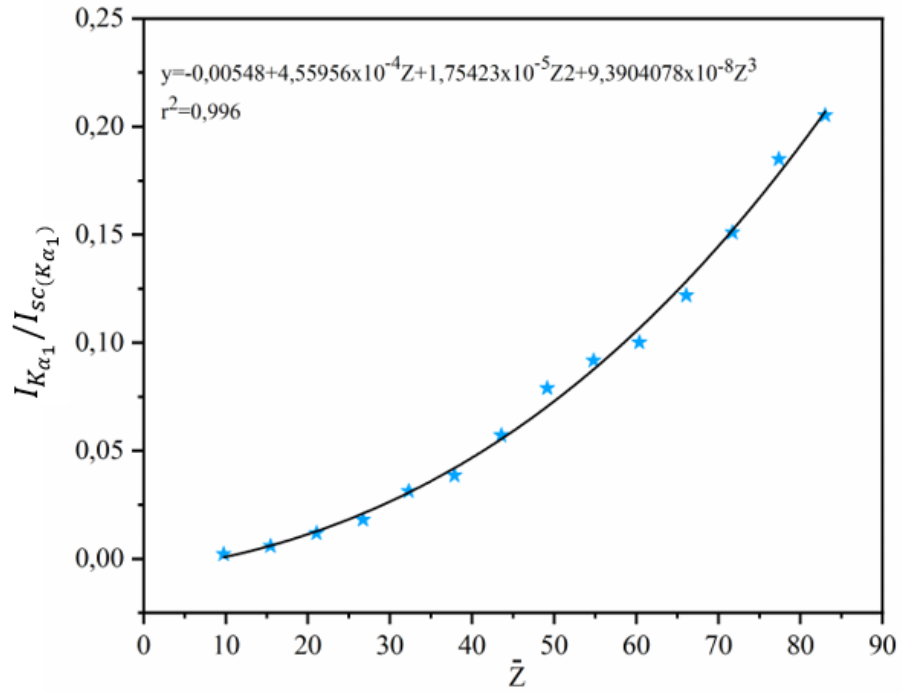
Şekil 4.12. $I_{L_{\alpha}}/I_{sc(L_{\alpha})}$ şiddet oranının ortalama atom numarası ile değişimi



Şekil 4.13. $I_{L_{\beta}}/I_{sc(L_{\beta})}$ şiddet oranının ortalama atom numarası ile değişimi



Şekil 4.14. $I_{K_{\alpha_2}}/I_{sc(K_{\alpha_2})}$ şiddet oranının ortalama atom numarası ile değişimi



Şekil 4.15. $I_{K_{\alpha_2}}/I_{sc(K_{\alpha_1})}$ şiddet oranının ortalama atom numarası ile değişimi

5. TARTIŞMA ve SONUÇ

Bu tez çalışmasında ortalama atom numarası 9,743 ile 83,000 arasında olan on dört farklı numunenin farklı şiddet oranları hesaplanmıştır. Numuneler ortalama atom numaraları birbirine yakın olacak şekilde hazırlanmıştır. Atom numarasındaki küçük değişikliklerin şiddet oranlarında değişiklik meydana getirip getirmediği incelenmiştir. Bu çalışmada farklı şiddet oranlarının ortalama atom numarası ile değişimi belirlenmeye çalışılmıştır.

Toplam saçılma şiddet oranları ($I_{sc(L\alpha)}, I_{sc(L\beta)}, I_{sc(K\alpha_2)}$ ve $I_{sc(K\alpha_1)}$), $(I_{coh} + I_{comp}) / (\mu / \rho)_{L\alpha}$, $(I_{coh} + I_{comp}) / (\mu / \rho)_{L\beta}$, $(I_{coh} + I_{comp}) / (\mu / \rho)_{K\alpha_2}$, $(I_{coh} + I_{comp}) / (\mu / \rho)_{K\alpha_1}$, $I_{L\alpha} / I_{sc(L\alpha)}$, $I_{L\beta} / I_{sc(L\beta)}$, $I_{K\alpha_2} / I_{sc(K\alpha_2)}$ ve $I_{K\alpha_1} / I_{sc(K\alpha_1)}$ şiddet oranlarının ortalama atom numarası ile değişimleri Şekil 4.4-4.15'de verilmiştir. Farklı şiddet oranları üçüncü derece polinomlara ve üstel fonksiyonlara fit edilerek her bir şiddet oranı için bir korelasyon katsayısı (r^2) elde edilmiştir.

Korelasyon katsayısı değişkenler arasındaki ilişkiyi gösteren bir katsayıdır. Korelasyon katsayısı -1 ile +1 arasında değerler alır. Negatif değerler değişkenler arasındaki negatif ilişkiyi gösterirken pozitif değerler de değişkenler arasında pozitif ilişkiyi göstermektedir. Korelasyon katsayısının -1 olması değişkenler arasında mükemmel bir negatif ilişki, +1 olması ise değişkenler arasında mükemmel bir pozitif ilişki olduğunu gösterir. Korelasyon katsayısı 0'a yaklaştıkça değişkenler arasındaki ilişki de giderek azalacaktır.

Bu çalışmada farklı şiddet oranlarının ortalama atom numarası ile değişimleri grafikler halinde verilmiştir. Şekil 4.5-4.15'den görüldüğü gibi tüm korelasyon katsayıları 0,960'dan büyüktür.

Toplam saçılma şiddet oranları için elde edilen korelasyon katsayıları Şekil 4.4-4.7'den görüldüğü gibi 0,999'dur. Toplam saçılma şiddet oranlarının, artan ortalama atom numarası ile azaldığı görülmektedir. Ortalama atom numarası ile $I_{coh} + I_{comp} / (\mu / \rho)_{L\alpha}$, $I_{coh} + I_{comp} / (\mu / \rho)_{L\beta}$, $(I_{coh} + I_{comp}) / (\mu / \rho)_{K\alpha_2}$ ve $(I_{coh} + I_{comp}) / (\mu / \rho)_{K\alpha_1}$ şiddet oranlarının değişimi de Şekil 4.8-4.11'de verilmiştir. Bu değişimlerde toplam saçılma şiddet oranına benzer şekilde artan atom numarası ile azalma göstermektedir. Ayrıca korelasyon katsayıları da sırasıyla 0,972, 0,962, 0,980 ve 0,982'dir.

$I_{L\alpha}/I_{sc(L\alpha)}$, $I_{L\beta}/I_{sc(L\beta)}$, $I_{K\alpha_2}/I_{sc(K\alpha_2)}$ ve $I_{K\alpha_1}/I_{sc(K\alpha_1)}$ şiddet oranlarının ortalama atom numarası ile değişimleri incelendiğinde artan atom numarası ile şiddet oranlarında artış gözlemlenmiştir. Elde edilen korelasyon katsayıları (0,988, 0,994, 0,995 ve 0,996) da diğer şiddet oranları için elde edilenlerden daha büyüktür. Elde edilen bu sonuçlar toplam saçılma şiddet oranlarının kalitatif analizlerde kompleks malzemeler için yüksek güvenilirlikle kullanılabileceğini göstermektedir.

Bu tez çalışmasında farklı şiddet oranları, ortalama atom numarasının fonksiyonu olarak çizildi ve en uygun fit eğrileri oluşturuldu. Şekil 4.5-4.12'de verilen korelasyon katsayıları kompleks bir malzemenin etkin/eşdeğer atom numarasını bulmak için kullanılabilecek en iyi şiddet oranları hakkında bilgi sağlamaktadır. Elde edilen fit eğrilerinden de görüldüğü gibi $I_{L\alpha}/I_{sc(L\beta)}$, $I_{K\alpha_2}/I_{sc(K\alpha_2)}$ ve $I_{K\alpha_2}/I_{sc(K\alpha_1)}$ şiddet oranlarının etkin atom numarasının belirlenmesinde kullanılabilecek en iyi spektral oran yöntemleridir.

Bu tez çalışması farklı şiddet oranlarının ortalama atom numarası ile değişimini belirlemeyi amaçlamaktadır. Elde edilen sonuçlar kalitatif analiz için numunenin seyreltilerek hazırlanmasının çok önemli olduğunu göstermektedir. Spektral şiddet oranları ile yapılan kalitatif analiz hem saf elementlere hem de pahalı standart numunelere ihtiyacı ortadan kaldırır. Selüloz kullanılarak seyreltme yöntemi ile hazırlanacak numuneler pahalı standart setlere olan ihtiyacı ortadan kaldırmaya katkı sağlayacaktır. Bu tür çalışmalar teorik ve yarı ampirik olarak etkin atom numarasını bulmak için kullanılan WinXCom ve ANSI gibi veri tabanlarının geliştirilmesine de yardımcı olacaktır.

KAYNAKLAR

- Bertin, E.P. (1975) "Principles and practice of x-ray spectrometric analysis", 2nd ed., **Plenum Press**, New York, 605-614.
- Bovee, K. C. and McGuire, T. (1984). "Qualitative and quantitative analysis of uroliths in dogs: definitive determination of chemical type", **Journal of the American Veterinary Medical Association**, 185(9), 983-987.
- Brenz, F., Linke, S. and Simat, T. (2017). "Qualitative and quantitative analysis of monomers in polyesters for food contact materials", **Food Additives & Contaminants: Part A**, 34(2), 307-319.
- Cengiz, E., Köksal, O., Apaydın, G., Karahan, İ. and Ünal, E. (2019) "Determination of valence electronic structure of Ni in Ni-B alloy coatings using K β -to-K α X-ray intensity ratios", **Applied Radiation and Isotopes**, 144, 24-28.
- Chechko, V. E. (2021). "Qualitative analysis of the clustering in water solutions of alcohols III", **Ukrayins' kij Fyizichnij Zhurnal (Kyiv)**, 66(10), 865-872.
- Cinan, E., Ertuğrul, M., Aygün, B., Sayyed, M. I., Kurucu, Y. and Özdemir, Y. (2021). "Determination of the effect of temperature on relative L X-ray intensity ratio of gadolinium, dysprosium and erbium", **Radiation Physics and Chemistry**, 183, 109389.
- Doomen, R. A., Nedeljkovic, I., Kuitert, R. B., Kleverlaan, C. J. and Aydin, B. (2022). "Corrosion of orthodontic brackets: qualitative and quantitative surface analysis", **The Angle Orthodontist**, 92(5), 661-668.
- Ekinci, N., Gürol, A., Polat, R., Budak, G. and Karabulut, A. (2003). "The qualitative and quantitative analysis of Sarıkamış ore by energy dispersive X-ray fluorescence", **Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry**, 258(1), 163-165.
- Ekinci, N., Astam, N. and Sahin, Y. (2002). "Qualitative and quantitative analysis of the cataract using EDXRF", **Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer**, 72(6), 783-787.
- Fancher, C. M. (2021). "Diffraction Methods for Qualitative and Quantitative Texture Analysis of Ferroelectric Ceramics", **Materials**, 14(19), 5633.
- Faniran, T. S., Nkamba, L. N. and Manga, T. T. (2021). "Qualitative and Quantitative Analyses of COVID-19 Dynamics", **Axioms**, 10(3), 210.
- Ge, J., Liu, Z., Zhi, Z. and Zhao, X. S. (2011). "Qualitative and quantitative thrombin analysis in serum using aptamers and gold nanoparticles through progressive dilution", **Analytical Biochemistry**, 413(1), 75-77.

- Gerward L. Guilbert, N. Jensen, K. B. and Levring, H. (2001). "X-ray absorption in matter Reengineering XCOM", *Radiation Physics and Chemistry*, 60, 23–24.
- Greil, J. D., Joly, B., Chanal, M. and Cluzel, R. (1984). "Qualitative and quantitative analysis of skin flora on hands after "hygienic type" handwashing with a liquid soap and with a detergent bactericidal solution", *Pathologie Biologie*, 32(5).
- Gunasekaran, S., Devi, T. R. and Sakthivel, P. S. (2008). "Qualitative and quantitative analysis on fibrates-A spectroscopic study", *Asian Journal of Chemistry*, 20(6), 4249.
- Hassib, S. T. (1981). "Qualitative and quantitative analysis of uracil anticancer drugs", *Talanta*, 28(9), 685-687.
- He, S. H. and Jiang, H. (2022). "Qualitative and quantitative analysis of some co-existing colorants in some hard candies", *Journal of Food Composition and Analysis*, 109, 104475.
- Huerta, V. D., Sánchez, M. L. F. and Sanz-Medel, A. (2005). "Qualitative and quantitative speciation analysis of water soluble selenium in three edible wild mushrooms species by liquid chromatography using post-column isotope dilution ICP–MS", *Analytica Chimica Acta*, 538(1-2), 99-105.
- Ismail, A. M. and Malhi, N. B. (2000). "L-shell x-ray relative intensities of some heavy elements excited by 20.48 keV x-rays ", *X-Ray Spectrometry*, 29(4), 317-319
- Jelesijevic, T., Jovanović, M., Knežević, M. and Aleksić-Kovačević, S. (2003). "Quantitative and qualitative analysis of Ag-NOR in benign and malignant canine mammary gland tumors", *Acta Veterinaria-Beograd*, 53(5-6), 353-360.
- Koscielniak, P. (2022). "Calibration methods in qualitative analysis", *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 150, 116587.
- Linati, L., Lusvardi, G., Malavasi, G., Menabue, L., Menziani, M. C., Mustarelli, P. and Segre, U. (2005). "Qualitative and Quantitative Structure– Property Relationships Analysis of Multicomponent Potential Bioglasses", *The Journal of Physical Chemistry B*, 109(11), 4989-4998.
- Mititelu, M., Neacșu, S. M., Oprea, E., Dumitrescu, D. E., Nedelescu, M., Drăgănescu, D. and Ghica, M. (2022). "Black Sea Mussels Qualitative and Quantitative Chemical Analysis: Nutritional Benefits and Possible Risks through Consumption", *Nutrients*, 14(5), 964.
- Obata, Y., Bale, H. A., Barnard, H. S., Parkinson, D. Y., Alliston, T. and Acevedo, C. (2020). "Quantitative and qualitative bone imaging: A review of synchrotron radiation microtomography analysis in bone research", *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, 110, 103887.

- Oilo, M., Tvinnereim, H. M. and Gjerdet, N. R. (2009). “Qualitative and quantitative fracture analyses of high-strength ceramics”, *European Journal of Oral Sciences*, 117(2), 187-193.
- Qin, Y., Liu, J., Wang, G. and Zhang, Y. (2013). “Evaluation of indoor air quality based on qualitative, quantitative and olfactory analysis”, *Chinese Science Bulletin*, 58(9), 986-991.
- Ott, J., Burghardt, A., Britz, D., Majauskaite, S. and Mücklich, F. (2021). “Qualitative and Quantitative Microstructural Analysis of Copper for Sintering Process Optimization in Additive Manufacturing Applications”, *Practical Metallography*, 58(1), 32-47.
- Pedro, S. A., Rwezaura, H., Mandipezar, A. and Tchuenche, J. M. (2021). “Qualitative Analysis of an influenza model with biomedical interventions”, *Chaos, Solitons & Fractals*, 146, 110852.
- Porikli, S., Demir, D. and Kurucu, Y. (2008) “Variation of $K\beta/K\alpha$ X-ray intensity ratio and lineshape with the effects of external magnetic field and chemical combination”, *European Physical Journal D*, 47,3, 315-323.
- Porikli, S. (2012) “Chemical shift and intensity ratio values of dyspersium, holmium and erbium L X-ray emission lines ”, *Radiation Physics and Chemistry*, 81(2), 113-117.
- Sakar, E., Gurol, A. and Bastug A. (2017) “Experimental K X-ray intensity ratios of some heavy elements”, *Radiation Physics and Chemistry*, 131, 105-107.
- Singh, H., Singh, K., Sharma, G., Gerward, L., Nathuram, R., Lark, B.S., Sahota, H.S. and Khanna, A., (2003). “Barium and calcium borate glasses as shielding materials for x-rays and gamma-rays”, *Phys. Chem. Glasses*, 44, 5–8.
- Svoboda, K. P., Hay, R. K. and Waterman, P. G. (1990). “Growing summer savory (*Satureja hortensis*) in Scotland: Quantitative and qualitative analysis of the volatile oil and factors influencing oil production”, *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 53(2), 193-202.
- Tang, Y., Si, G., Sun, W., Li, B., Li, D. and Hu, X. (2019). “Analysis of temperature adaptability of qualitative analysis model for liquid multicomponent mixtures”, *Optik*, 198, 163221.
- Tirasoglu, E., Çevik, U., Ertugral, B., Apaydin, G., Ertugrul, M. and Kobya, A. I. (2003). “Chemical effects on $L\alpha$, $L\beta$, $L\gamma$, L_I , and L_{II} X-ray production cross-sections and $Li/L\alpha$ X-ray intensity ratios of Hg, Pb and Bi compound at 59.54 keV”, *The European Physical Journal D*, 26, 231-236.
- Turgut, U. and Ertuğrul, M. (2004). “L X-ray intensity ratios for elements in the range $74 \leq Z \leq 92$ at 31.635 keV”, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B*, 222(3-4), 432-436.

- Tzima, K., Brunton, N. P. and Rai, D. K. (2018). “Qualitative and quantitative analysis of polyphenols in Lamiaceae plants-A review”, *Plants*, 7(2), 25.
- Ugurlu, M., Alim, B. and Demir, L. (2019) “The relationship between the external magnetic field and K X-ray intensity ratios of immiscible $\text{Mo}_x\text{Ag}_{1-x}$ alloys”, *Radiation Physics and Chemistry*, 165, 108396.
- Ugurlu, M., Demir, L. (2020) “Relative K X-ray intensity ratios of the first and second transition elements in the magnetic field”, *Journal of Molecular Structure*, 1203, 127458.
- Vesnin, V. L. (2016). “Qualitative Analysis of Liquid Hydrocarbon Mixtures by Absorption Spectra of Their Vapors”, *Journal of Applied Spectroscopy*, 83(5), 840-844.
- Yalçın, P., Porikli S., Kurucu, Y. and Şahin, Y. (2008) “Measurement of relative L X-ray intensity ratio following radioactive decay and photoionization”, *Physics Letters B*, 663,3, 186-190.
- Yılmaz, R. (2017) “K β /K α X-ray intensity ratios for some elements in the atomic number range $28 \leq Z \leq 39$ at 16.896 keV”, *Journal of Radiation Research and Applied Sciences*, 10, 172-177.
- Yılmaz, R. (2018) “K β /K α X-Ray Intensity Ratios for Cr, Mn, Fe, and Co Excited by 8.735 keV Energy”, *Acta Physica Polonica A*, 133, 5.
- Qin, R., Xu, B., Chen, H., Lu, Q., Li, C., Wang, J. and Wang, L. (2022). “Qualitative and Quantitative Analysis of the Stability of Conductors in Riserless Mud Recovery System”, *Energies*, 15(20), 7657.