### KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

### FİZİK ANABİLİM DALI

# Sn ve In ELEMENTLERİNİN OLUŞTURDUĞU ALAŞIMLARIN X-IŞINI FLOURESANS PARAMETRELERİ ÜZERİNE ALAŞIM ETKİSİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Hüseyin GÜDÜMEN

HAZİRAN - 2017 TRABZON



# KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünce

Unvanı Verilmesi İçin Kabul Edilen Tezdir.

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih :/Tezin Savunma Tarihi::/

Tez Danışmanı :

Trabzon

### KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

başlıklı bu çalışma, Enstitü Yönetim Kurulunun / / gün ve sayılı kararıyla oluşturulan jüri tarafından yapılan sınavda YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

	••	
T	T I I	· • •
.mri	<b>ve</b>	eri
Juii	0,0	

Başkan	:	
Üye	:	
Üye	:	

Prof. Dr. Sadettin KORKMAZ Enstitü Müdürü

### ÖNSÖZ

Yüksek lisans tezi olarak K.T.Ü Fen Bilimleri Enstitüsü'ne teslim edilen bu çalışmamın her aşamasında önerilerini, desteğini ve yardımını esirgemeyip bana her türlü desteği sağlayan çok değerli hocam ve danışmanım Sayın Prof. Dr. Engin TIRAŞOĞLU'na en içten saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarım boyunca her türlü imkanı sağlayan K.T.Ü Fizik Anabilim Dalı başkanımız Sayın Prof. Dr. Belgin KÜÇÜKÖMEROĞLU'na teşekkür eder saygılarımı sunarım.

Fizik bölümünde gerekli yardımı ve ilgiyi esirgemeyen hocalarım Sayın Prof. Dr. Gökhan APAYDIN'a ve Doç. Dr. Erhan CENGİZ'e teşekkürü bir borç bilirim.

K.T.Ü Of Teknoloji Fakültesi öğretim üyesi Yrd. Doç. Dr. Canan AKSOY'a tezimin her aşamasında göstermiş olduğu yardım ve ilgiden dolayı teşekkür ederim.

Ayrıca maddi ve manevi destekleri ile bana her zaman destek olan başta babam ve annem olmak üzere tüm aileme, hayatımın vazgeçilmezi Nazlı MERT'e, değerli arkadaşım Zekeriya KARAAHMET'e en içten dileklerim ile saygı, teşekkür ve minnetlerimi sunarım.

> Hüseyin GÜDÜMEN Trabzon 2017

### TEZ ETİK BEYANNAMESİ

Yüksek Lisans Tezi olarak sunduğum "Sn ve In Elementlerinin Oluşturduğu Alaşımların X-ışını Flouresans Parametreleri üzerine alaşım etkisi" başlıklı bu çalışmayı baştan sona kadar danışmanım Prof. Dr. Engin TIRAŞOĞLU'nun sorumluluğunda tamamladığımı verileri/örnekleri kendim topladığımı, deneyleri/analizleri ilgili labaratuvarlarda yaptığımı, başka kaynaklardan aldığım bilgileri metinde ve kaynakçada eksiksiz olarak gösterdiğimi, çalışma süresince bilimsel araştırma ve etik kurallara uygun olarak davrandığımı ve aksinin ortaya çıkması durumunda her türlü yasal sonucu kabul ettiğimi beyan ederim. 06/06/2017

Hüseyin GÜDÜMEN

# İÇİNDEKİLER

### <u>Sayfa No</u>

ÖNSÖZ	III
TEZ ETİK BEY.	ANNAMESİIV
İÇİNDEKİLER	V
ÖZET	VIII
SUMMARY	IX
ŞEKİLLER DİZ	inix
TABLOLAR Dİ	ZİNİXI
SEMBOLLER D	İZİNİXII
1.	GENEL BİLGİLER
1.1	Giriş1
1.2	Elektromanyetik Radyasyonun Madde ile Etkileşmesi3
1.2.1.	Elektromanyetik Radyasyonun Soğurulması4
1.2.1.1.	Fotoelektrik Olayı
1.2.1.2.	Çift Oluşumu6
1.2.2.	Elektromanyetik Radyasyonun Saçılması7
1.2.2.1.	Koherent Saçılma
1.2.2.2.	İnkoherent Saçılma
1.2.2.2.1.	Compton Saçılması9
1.3.	Soğurma Katsayıları ve Soğurma Kıyıları 10
1.4.	Karakteristik X-Işınlarının Oluşumu ve Enerji Seviyeleri12
1.5.	Floresans Verim ve Coster-Kronig Geçişleri15
1.6.	Atomun Uyarılması
1.6.1.	<sup>241</sup> Am Radyoizotop Kaynağı
1.7.	Alaşımlar

1.8.	Alaşım Etkisini Açıklamada Kullanılan Bazı Temel Kavramlar	22
1.8.1.	Metalik Bağ	22
1.8.2.	Hibritleșme	23
1.8.3.	Perdeleme Etkisi	24
1.8.4.	Kovalent Karakterli Metal Bağları	24
1.8.5.	Elektronegatiflik	25
2.	YAPILAN ÇALIŞMALAR	26
2.1.	Foton Dedektörlerinin Genel Karakteristikleri	26
2.1.1.	Yarıiletken Dedektörler	27
2.1.2.	Yarıiletken Dedektörlerin Fiziksel Özellikleri	28
2.2.	Rezolüsyon (Ayırma Gücü)	31
2.3.	Sayma Sistemi	36
2.3.1.	Yüksek Voltaj Kaynağı	36
2.3.2.	Ön Yükseltici	37
2.3.3.	Yükseltici	37
2.3.4.	Analog Dijital Dönüştürücü	38
2.3.5.	Çok Kanallı Analizör (MCA)	38
2.4.	Dedektör Verimi	38
2.4.1.	Dedektör Verimliliğinin Ölçülmesi	39
2.4.2.	I <sub>0</sub> Gε'nin Tayini	41
2.4.3.	Ultra-LEGe Dedektörün Verim Eğrisinin Tayini	42
2.5.	Numunelerin Hazırlanması	43
2.6.	Numunelerin Kütle Azaltma Katsayıları ve Soğurma Düzeltmesi Faktörleri	44
2.7.	Deney Geometrisi, Numunelerin Uyarılması ve Karakteristik	-
28	X-ışınlarının Sayılması K X-ışını Siddet Oranları Eluoresans Verimleri ve Eluoresans Tesii	46 r
2.0.	Kesitleri Hesaplanması	47

3.	BULGULAR	19
3.1.	Numunelerin Uyarılmasıyla Elde Edilen X-ışınları ve Spektrumları4	19
3.2.	K X-ışını Şiddet Oranları, Fluoresans Tesir Kesitleri ve	
	Fluoresans Verim Değerleri	50
4.	SONUÇLAR	53
5.	ÖNERİLER	56
6.	KAYNAKÇA	57

ÖZGEÇMİŞ



### Yüksek Lisans Tezi

### ÖZET

### Sn ve In ELEMENTLERİNİN OLUŞTURDUĞU ALAŞIMLARIN X-IŞINI FLOURESANS PARAMETRELERİ ÜZERİNE ALAŞIM ETKİSİ

### Hüseyin GÜDÜMEN

Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı Danışman: Prof. Dr. Engin TIRAŞOĞLU 2017, 58 Sayfa

Bu çalışmada  $Sn_x In_y Bi_6$  alaşımlarında bulunan Sn ve In elementlerinin K tabakası fluoresans tesir kesiti ve fluoresans verimi,  $K_\beta/K_\alpha$  X-ışını şiddet oranı, EDXRF tekniği kullanılarak araştırıldı.

Numuneler 241-Am radyoizotop halka kaynağından yayımlanan 59.5 keV enerjili γışınları ile uyarıldı ve numuneden yayımlanan karakteristik K X-ışınları, rezolüsyonu 5.9 keV'de 150 eV olan Ultra-LEGe dedektörü ile sayıldı.

Bu çalışmada elde edilen değerler teorik değerlerle karşılaştırıldı ve  $K_{\alpha}$  ile  $K_{\beta}$  tesir kesiti değerlerinin Sn elementi için yüzdelik dilim arttıkça arttığı, In elementi için ise yüzdelik dilim azaldıkça arttığı gözlemlenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Alaşım Etkisi, Fluoresans Tesir Kesiti, Fluoresans Verim, K X-ışını Şiddet Oranı

### Master Thesis

#### SUMMARY

# ALLOYING EFFECT on The X-RAY FLUORESCENCE PARAMETERS of $Sn_x In_v Bi_6$ ALLOYS

### Hüseyin GÜDÜMEN

Karadeniz Technical University The Graduate School of Natural and Applied Sciences Physics Graduate Program Supervisor: Prof. Dr. Engin TIRAŞOĞLU 2017, 58 Pages

In this work, K-shell flourescence cross-sections yield,  $K_{\beta}/K_{\alpha}$  X-ray intensity ratios investigated by using EDXRF technique.

Samples were excited using 59.5 keV  $\gamma$ -ray from an Am-241 radioactive circle source, the emitted X-rays were counted using a ULTRA LeGe detector with resolution 150 Ev at 5,9 keV.

Experimental results compared with theoretical results and it was found that  $K_{\alpha}$  and  $K_{\beta}$  X-ray production cross-section values are increasing with because of increasing percentage slice in Sn element and because of decreasing percentage slice in In element.

Key Words: Alloying effect, Fluorescance Cross-Section, Fluorescence Yield, K Shell Intensity Ratios

# ŞEKİLLER DİZİNİ

### <u>Sayfa No</u>

Şekil 1: Elektromanyetik radyasyonun madde ile etkileşmesi4
Şekil 2: Fotoelektrik olay; a) Etkileşmeden önce b) Etkileşmeden sonra
Şekil 3. Çift oluşumu olayı7
Şekil 4. Compton saçılması 10
Şekil 5. Sn20In80Bi6 alaşımı için gelen foton enerjisinin fonksiyonu olarakverilen fotoelektrik, koherent, inkoherent saçılma tesir kesitleri ve soğurma kıyıları
Şekil 6. Karakteristik X-ışınlarının oluşumu
Şekil 7. Atomlardaki elektron geçişleri ve karakteristik X-ışını yayımlanması 14
Şekil 8. <sup>241</sup> Am elementinin bozunma şeması (Beling, Newton ve Rose, 1952)21
Şekil 9. (a) Yerdeğiştirme alaşımı (b) Örgüler arası alaşım (c) Başka örgüden türeyen yerdeğiştirme alaşımı (Tunalı ve Özkar,2005)
Şekil 11. Düzlem p-tipi yüksek saflıkta Ge dedektör
Şekil 12. Dedektörlerin ayırma güçleri (Karabulut, 2015)
Şekil 13. Dedektör ve bölümleri
Şekil 14. X- ışınları fluoresans ölçüm sistemi diyagramı
Şekil 15. <sup>241</sup> Am radyoaktif kaynağı kullanılarak elde edilen $I_0G\epsilon$ 'nin enerji ile değişimi . 43
Şekil 16. X-ışınları fluoresans (EDXRF) ölçümleri için deney geometrisi
Şekil 17. Sn35In65Bi6 alaşımındaki Sn ve In elementleri ait K X-ışını spektrumları 49

# TABLOLAR DİZİNİ

## <u>Sayfa No</u>

Tablo 1. X-ışını diyagram çizgilerinin eski (Siegbahn) ve yeni (IUPAC) gösterimleri	15
Tablo 2. XRF analizinde numune uyarılmasında kullanılan radyoizotop kaynaklar ve önemli karakteristikleri (Tekbıyık,2005)	19
Tablo 3. I <sub>0</sub> G $\varepsilon$ değerlerinin $K_{\alpha}$ enerjilerine göre değişim değerleri	42
Tablo 4. XRF parametreleri ölçülen numunelerin özellikleri	44
Tablo 5. Sn ve In alaşımlarının $K_{\alpha}$ tesir kesiti değerlerinin karşılaştırılması	50
Tablo 6. Sn ve In alaşımlarının $K_{\beta}$ tesir kesiti değerlerinin karşılaştırılması	51
Tablo 7. Sn ve In alaşımlarının $K_{\beta}/K_{\alpha}$ değerlerinin karşılaştırılması	51
Tablo 8. Sn ve In alaşımlarının fluoresans verim değerlerinin karşılaştırılması	52
Tablo 9. Deneysel hata kaynağı ve miktarları	55

### SEMBOLLER DİZİNİ

DTA	: Diferansiyel Termal Analiz
E	: Gelen fotonun enerjisi
E <sub>b</sub>	: K tabakasındaki bağlanma enerjisi
E <sub>e</sub>	: K tabakasındaki sökülen elektronun enerjisi
$E_{\gamma}$	: Gelen fotonun enerjisi
E'	: Çıkan fotonun enerjisi
F	: Fono faktörü
FWHM	: Bir pulsun yarı maksimumdaki tam genişliği
F(x,Z)	: Atomik form faktörü
F <sub>ij</sub>	: X-ışınlarının yayımlanma kesri
fij(A,R)	: Işımalı-ışımasız Coster-Kronig geçiş ihtimaliyeti
HPGe	: Yüksek saflıkta germanyum
Ι	: Geçen ışının şiddeti
Io	: Gelen ışının şiddeti
$I_{Ki}/I_{Kj}$	: K X-ışını şiddet oranları (i= $\alpha, \alpha_1, \beta$ )
N <sub>Kx</sub>	: Karakteristik X-ışınlarının dedektörde ölçülen şiddetleri
PE	: Kaynağın bozunma hızı
ppm	: Milyonda bir
R	: Dedektör rezülosyonu
r <sub>e</sub>	: Klasik elektron çapı
t	: Maddenin kalınlığı
LEGe	: Düşük enerji germanyum
V	: Ortalama genişlik
Z	: Atom numarası
μ	: Lineer soğurma katsayısı
μ/ρ	: Toplam soğurma katsayısı
arphi/ ho	: Fotoelektrik kütle soğurma katsayısı
$\kappa/ ho$	: Çift oluşum kütle soğurma katsayısı
Φ	: Koherent saçılma açısı

$\sigma_R$	: Atom başına toplam koherent saçılma tesir kesisi
$\sigma_K$	: K kabuğu için fotoelektrik tesir kesiti
$\sigma_{K}(E)$	: Toplam K kabuğu X-ışını iyonizasyon tesir kesiti
$\sigma_{C}$	: İnkoherent saçılma tesir kesiti
$\sigma(\mathbf{x},\mathbf{Z})$	: Atomik saçılma tesir kesiti
$\sigma_c^{\ z}$	: Z atom numaralı element için tesir kesiti
$\omega_i$	: L alt kabuğu fluoresans verim
$\omega_K$	: K tabakasına ait fluoresans verim
W	: Yarı maksimumdaki puls genişliği
WDXRF	: Dalgaboyu ayırımlı X-ışını floresans
ε(E)	: E enerjili bir foton için dedektör verimi
Ω	: Katı açı
β(E)	: E enerjisinde yayımlanan ışınlar için soğurma düzeltmesi faktörü
ρD	: Birim alan başına düşen madde miktarı

### **1. GENEL BİLGİLER**

### 1.1 Giriş

X-ışını floresans (XRF) spektroskopisi, atom ve moleküllerin fiziksel ve kimyasal yapılarını belirlemede kullanılan etkili spektroskobik yöntemlerden birisidir. Bu yöntem tahribata yol açmadan hızlı ve çok elementli analizler yapmaya uygundur. Ayrıca, çok küçük miktarlarda bile olsa bir sıvıda ya da katıda yüksek dedeksiyon duyarlılığı ile elementlerin eş zamanlı olarak ölçülmesine olanak sağlar (Cengiz, 2011). Bu yöntemin temelinde X-ışınlarının soğurulması, saçılması ve yayımlanması esası vardır. Atom üzerine gelen yüksek enerjili foton, proton, elektron veya iyon demetlerinin atom tarafından önce soğurulması daha sonra ise yayımlanması sırasında iç yörüngeden elektron koparılmış olur. Koparılan elektrondan geriye kalan boşluk daha üst seviyedeki kabuklar aracılığı ile doldurulur, örneğin K kabuğunda oluşan boşluk L kabuğundan hatta yasaklı olmayan geçişler doğrultusunda M, N ve O kabuklarından geçişler ile de doldurulabilir. Atomda oluşan bu boşlukların doldurulma sırasında iç ve dış kabuklar arasındaki enerji farkından kaynaklanan bir foton yayımlanır ve bu foton karakteristik X-ışını olarak adlandırılır. Yayımlanan bu ışınlar kabuklar arası geçişlere bakılarak  $K_{\alpha}$  [K-L1,2,3],  $K_{\beta}$  [K-M2,3N2,3] gibi sembollerle ifade edilir. Karakteristik X-ışınlarının her elementte farklı özellik göstermesi sebebiyle atomik parametre ölçümlerinde farklılıklar arz edecektir. Elementlere ait atomik parametrelerin, özellikle tesir kesiti parametresinin ( $\sigma_{K,L}$ ) doğru olarak tespit edilmesi, başta atom ve molekül fiziği, sağlık fiziği ve XRF yöntemi kullanılarak örneklerin kalitatif ve kantitatif analizlerinde oldukça önemlidir. Ayrıca, elementlerin K, L ve M kabuklarına ait floresans tesir kesitleri ve floresans verim değerlerinin bilinmesi; bilimsel araştırmalarda özellikle nükleer santrallerde ve diğer nükleer tesislerde radyasyondan korunma, radyoaktif maddelerin muhafazası, uzay çalışmalarında, hatta cep telefonlarının kullanımı ve üretilmesinde kullanılmaktadır. Bununla birlikte medikal uygulamalarda, tıpta biyolojik doku analizinde, radyasyon terapisinde doktor ve hasta sağlığı için, plastik materyallerde, polimerlerde, mineral içeren ve içermeyen bileşiklerin incelenmesinde, içeriği bilinmeyen maddelerin konsantrasyon analizi ve yapısal özelliklerinin belirlenmesinde, atom ve moleküllerde elektron yoğunluğu ve kütle yoğunluğu, kütle soğurma katsayısı azalması gibi sabitlerin elde edilmesinde ve buna benzer bir çok alanda geniş bir şekilde kullanılmaktadır (Apaydın, 2006).

Bir moleküldeki atomun enerji seviyeleri ve elektronik geçişleri üzerine kimyasal etkiler, genellikle atomdan yayımlanan karakteristik X-ışını şiddetindeki değişime göre yorumlanmaktadır (Brunner vd., 1982). Kimyasal etki, valans elektronlarının, iç kabuk enerji seviyeleri üzerindeki etkisi vasıtasıyla karakteristik X-ışını spektrumları üzerinde değişikliğe sebep olmaktadır. Bağa giren atomun valans elektronun birinin atomdan uzaklaşması perdeleme etkisinde bir azalmaya sebep olur, bunun sonucunda geriye kalan elektronlar atoma daha sıkı bağlanırlar ve enerji seviyelerinde içeriye doğru bir kayma meydana gelir. Atomun en iç kabukları bile bu durumdan etkilenmektedir. Bu değişim seviyeler arasındaki elektronik geçişlerde dolayısıyla karakteristik X-ışını spektrumları üzerinde önemli değişiklikleri ortaya çıkarmaktadır. Kimyasal etkiler valans elektronları L kabuğunda bulunan hafif elementlerde daha fazladır ve bu elementler için K X-ışınları üzerine kimyasal etkiler incelenebilir. Daha yüksek atom numaralı elementlerde ise L Xışınları üzerine kimyasal etkilerin, K X-ışınları üzerine kimyasal etkilerden daha büyük olduğu gözlenmektedir. N baş kuantum sayısı büyüdükçe enerji seviyeleri arasındaki fark azaldığından değerlik elektronlarının bulunduğu seviyelere yakın diğer seviyeler bu durumdan daha çok etkilenirler. L X-ışını üzerine kimyasal etkiler daha karmaşık ve yorumlanması daha zordur (Tekbıyık,2005).

X-ışını spektroskopisinde, elementlere ait karakteristik X-ışını şiddet oranları, fluoresans tesir kesitleri, fluoresans verimler ve Coster-Kronig geçiş ihtimaliyetleri yaygın bir şekilde çalışılmaktadır. Yapılan çalışmaların çoğunda, elementlerin farklı alaşımlar için bulunan değerler, serbest atomlara ait teorik değerlerle karşılaştırılmalı olarak verilmiş ve alaşım etkileri dikkate alınmamıştır. K X-ışınları ile ilgili olarak,  $K_{\beta}/K_{\alpha}$  şiddet oranlarına üzerine alaşım etkisi çalışılmış (Mukoyama vd., 1986; Arndt vd., 1982; Küçükönder vd., 1993) ve sonuçları alaşımların simetrisine, oksidasyon sayısına, atomun perdeleme etkisine, değerlik durumundaki elektronların bağ ve konfigürasyonlarındaki değişimlere göre yorumlanmıştır. K X-ışınlarını deneysel olarak çalışan araştırmacılar numuneleri uyarmak için çeşitli metotlar kullanmışlardır. Numuneler X-ışını tüpüyle,  $\gamma$ - ışınlarıyla,  $\alpha$ parçacıklarıyla, elektronlarla, protonlarla ve ağır iyonlarla bonbardıman edilerek K tabakası karakteristik X-ışınları ölçülmüştür. Bunların dışında bazı araştırmacılar tarafından elektron yakalanması sonucunda yayımlanan X-ışınlarının K tabakası şiddet oranları da çalışılmıştır. Bu çalışmada Sn, In ve Bi 'un değişik oranlardaki karışımından oluşan beş farklı alaşım elementlerinin XRF parametreleri çalışılmıştır. Alaşım içinde bulunan bu elementlerin kimyasal özelliklerinin X-ışını ile uyarılması sonucunda tesir kesiti, floresans verim ve şiddet oranlarındaki değişimler araştırılmıştır.

Çalışmamızda 59,5 keV enerjili foton yayımlayan 50 mCi'lik <sup>241</sup>Am radyoaktif halka kaynağı kullanılarak numuneler uyarılmış ve Sn, In ve Bi karışımı alaşımların fluoresans tesir kesiti, fluoresans verim ve X-ışını şiddet oranları hesaplanmıştır. Ayrıca 59,5 keV enerjili foton yayımlayan 50 mCi'lik <sup>241</sup>Am radyoaktif halka kaynağı için Ultra-LEGe dedektörünün verim eğrisi tespit edilmiştir.

### 1.2 Elektromanyetik Radyasyonun Madde ile Etkileşmesi

Elektromanyetik radyasyon bir madde ile etkileşmesi sonucunda madde içerisine giren ışınım atomun çekirdeği ve serbest veya bağlı haldeki elektronları ile farklı etkileşimler yapar bu etkileşimler sonucunda yüklü parçacıklara bir kinetik enerji aktarılır. Etkileşimlerinden birincisi enerjinin bir kısmının kaybedildiği (inkoherent veya compton) veya enerji kaybının olmadığı (koherent) saçılma olayı, diğer bir etkileşim ise enerjinin tamamen soğurulması ile oluşan fotoelektrik olay ve çift oluşumudur.

Kalınlığı x olan bir madde üzerine elektromanyetik radyasyon gönderildiğinde, madde içerisine giren radyasyonun madde ile etkileşmesinin kompleks bir sonucu olarak çıkan radyasyonun şiddetinde bir azalma gözlenir (Şekil 1). Bu azalma olayında materyalin kalınlığı, atom numarası ve gelen elektromanyetik radyasyon fotonunun yönü ile etkileşeceği ikincil parçacığın yönü arasındaki açı farklılığı da etkendir. Bunun bir sonucu olarak soğurucu maddenin kalınlığı yeterli bir büyüklüğe ulaşırsa gelen parçacıklar bütün enerjilerini kaybeder ve herhangi bir enerji çıkışı gözlemlenmez.

Şiddeti  $I_0$  olan bir gama ışınlarının kalınlığı x (cm), toplam kütle soğurma katsayısı  $\mu$  ( $cm^2/g$ ) ve yoğunluğu  $\rho$  ( $g/cm^3$ ) olan bir madde ile etkileşmesi sonucundaki şiddeti;

$$I = I_0 \exp(-\mu \rho x) \tag{1.1}$$

ile verilir.



Şekil 1: Elektromanyetik radyasyonun madde ile etkileşmesi

### 1.2.1. Elektromanyetik Radyasyonun Soğurulması

Elektromanyetik radyasyonun madde içerisinde soğurulması sırasında meydana gelen farklı olaylardan en baskın olanları fotoelektrik olay ve çift oluşumudur.

### 1.2.1.1. Fotoelektrik Olayı

Fotoelektrik etki, bir foton ile atomun bağlı bir elektronu arasındaki etkileşimdir. Bu etkileşimin sonucu olarak fotonun tüm enerjisi elektron tarafından soğurulur ve elektron serbest hale geçer. Bu olaya fotoelektrik olay, serbest hale geçen elektrona da fotoelektron denir. K tabakası elektronlarından birinin fırlatılmasıyla sonuçlanan bir fotoelektrik olay Şekil 2'de şematik olarak gösterilmiştir.

K tabakasından sökülen elektronun enerjisi Tfe,

$$E_e = E_\gamma - E_b \tag{1.2}$$

şeklinde ifade edilir.



Şekil 2: Fotoelektrik olay; a) Etkileşmeden önce b) Etkileşmeden sonra

Burada E $\gamma$ , gelen fotonun enerjisi,  $E_b$  ise K tabakasının bağlanma enerjisidir. Fotonun enerjisi elektronun bağlanma enerjisine ne kadar yakın ise fotonun soğurulma ihtimaliyeti o kadar büyüktür. Foton enerjisi elektronun bağlanma enerjisinden daha küçük olduğunda fotoelektrik olayın meydana gelme olasılığı azalır.

Fotoelektrik olayın meydana gelme olasılığı fotoelektrik tesir kesiti veya fotoelektrik soğurma katsayısı olarak tanımlanır. Fotonun enerjisi elektronun bağlanma enerjisine ne kadar yakın ise fotonun soğurulma ihtimali o kadar büyük olur. Foton enerjisi elektronun bağlanma enerjisinden daha küçük olduğunda fotoelektrik olayın meydana gelme olasılığı azalır. Z atom numaralı bir madde ve Eγ enerjili bir foton için fotoelektrik etkileşme tesir kesiti;

$$\tau = sabit. Z^{4,5}. E_{\nu}^{-3} \tag{1.3}$$

denklemiyle ifade edilmektedir. Bu denklem yüksek atom numaralı elementlerin fotonların soğurulmasında daha etkin olduğunu gösterir. Foton enerjisine bağlılık da fotoelektrik etkinin düşük enerjilerde baskın fakat yüksek enerjilerde ihmal edilebilir olmasının sebebidir (Debertin ve Helmer, 1988).

K kabuğunda meydana gelen boşluk, atomun üst tabaka elektronları tarafından doldurulur. Bunun sonucu olarak iki tabakanın bağlanma enerjileri arasındaki fark kadar enerjiye sahip bir foton yayımlanır ve bu foton karakteristik X-ışını olarak adlandırılır. Bu

5

karakteristik X-ışını, tüm enerjisini kaybedinceye kadar tekrar fotoelektrik etkileşme yapabilir ya da enerjisini atomun dış kabuklarındaki elektronlardan birisine verir ve elektronu atomdan sökerek yok olur. Bu olaya Auger olayı, sökülen elektrona da Auger elektronu denir.

### 1.2.1.2. Çift Oluşumu

Çift oluşumu, bir çekirdek ile bir foton arasındaki etkileşimdir. Çekirdeğin etki alanına giren foton yok olur ve bir elektron-pozitron çifti oluşur. Bu etkileşimin sonucu olarak çekirdek herhangi bir değişikliğe maruz kalmamasına rağmen, onun varlığı çift oluşumunu gerçekleştirmek için gereklidir (Tsoulfanidis, 1995). Elektron ve pozitronun kütleleri birbirine eşit fakat zıt işaretlidir. Aynı zamanda bu olay çekirdek etrafında oluştuğundan hiçbir korunum ilkesi bozulmuş olmaz. Yani hem yük hem çizgisel momentum ve hem de toplam enerji korunmuş olur. Çift oluşumu olayının gerçekleştirilebilmesi için fotonun enerjisi, elektronun durgun enerjisinin (1,022 MeV) iki katından daha büyük olmalıdır.

$$T_{e^{-}} + T_{e^{+}} = E_{\gamma} - (mc^{2})_{e^{-}} - (mc^{2})_{e^{+}} = E_{\gamma} - 1,022 \, MeV$$
(1.4)

denklemi ile verilir. Bir elektron-pozitron çiftinin oluşumu için gerekli olan bu enerji, elektron ve pozitron arasında paylaşılır. Şekil 3'de bir X-ışını fotonun çekirdeğin Coulomb alanında bir pozitron ve bir elektrona dönüşmesi olayı gösterilmiştir. Çift oluşumu olayının sonunda meydana gelen elektron ve pozitron komşu atomlar tarafından yavaşlatılır ve pozitron son olarak bir elektronla reaksiyona girerek yok olur. Eğer bu olay, pozitronun kinetik enerjisinin tümü tamamen kaybolduktan sonra meydana gelirse yaklaşık  $m_0c^2 =$ 511 keV enerjili iki foton oluşturulacaktır. Momentumun korunması için bu iki foton birbirine göre zıt yönlerde yayımlanır.

X-ışını flüoresans tekniğinde uyarma için genellikle 1,02 MeV'den daha küçük enerjili fotonlar kullanıldığından çift oluşum olayının meydana gelmesi bu çalışmada söz konusu değildir.



Şekil 3. Çift oluşumu olayı

### 1.2.2. Elektromanyetik Radyasyonun Saçılması

Elektromanyetik radyasyonun madde ile etkileşmesi olaylarından bir diğeri de saçılmadır. Saçılma olayını saçılan ışının enerjisine göre koherent saçılma ve inkoherent saçılma olmak üzere iki guruba ayırabiliriz. Koherent saçılmada elektronlar ve fotonlar arasındaki çarpışma rastgeledir. Bu tip saçılma serbest veya bağlı elektronlarla meydana gelir ve elektronların zayıf bir şekilde bağlı olduğu düşük atom numaralı elementlerde yüksek oranda meydana gelir. İnkoherent saçılma ise esnek olmayan saçılmanın bir sonucudur ve elektronların sıkıca bağlı olduğu yüksek atom numaralı elementlerde yüksek oranda meydana gelir (Tertian ve Claisse, 1982).

#### 1.2.2.1. Koherent Saçılma

Koherent saçılma gelen fotonun enerjisinde ve fazında bir değişiklik olmadan meydana gelen saçılma olarak tanımlanır. Koherent saçılmada gelen ve saçılan fotonların fazları arasında bir ilişki vardır. Atom tarafından saçılan radyasyonun toplam şiddeti her bir elektron tarafından saçılan radyasyonun genliklerinin toplamından yararlanılarak bulunur. Koherent saçılmaya örnek olarak Thomson, Delbrück, Rayleigh ve Nükleer Rezonans saçılmalar verilebilir. Atom tarafından saçılan radyasyonun şiddetini bulmak için her bir bağlı elektron tarafından saçılan radyasyonun genliklerinin toplamı alınır.

Atom başına toplam koherent saçılma tesir kesiti,

$$\sigma_R^Z = \pi r_e^2 \int_0^{\pi} [F(x, Z)]^2 \left(1 + \cos^2 \Phi\right) \sin \Phi d\Phi$$
(1.5)

ile verilmektedir. Burada F(x, Z), teorik elektron dağılımları (Hartree-fock veya Thomas-Fermi modelleri) kullanılarak teorik olarak hesaplanan ve saçılan dalga ile Z orbital elektronları arasındaki faz farkını ifade eden atomik form faktörü;  $\Phi$ , koherent saçılma açısı; x ise dalga boyu ve açıya bağlı bir parametredir. Gelen demet yönünde herhangi bir faz farkı söz konusu olmadığı için, bu yöndeki saçılma şiddeti en büyüktür. Saçılma genliği bir elektronun Z katıdır ve saçılma şiddeti  $Z^2$  ile orantılıdır. Diğer yönlerde saçılan şiddetler daha düşüktür ve koherent saçılma açısının artan değerleri için azalan  $[F(x, Z)]^2$ niceliğine orantılıdır. (Tertian ve Claisse, 1982).

### 1.2.2.2. İnkoherent Saçılma

İnkoherent saçılma, gelen foton ile saçılan fotonun enerjilerinin birbirinden farklı olduğu saçılmadır. İnkoherent saçılmada gelen foton ile saçılan fotonun dalga boyları ve fazları dikkate alınmadan, gelen fotonun enerjisine, saçılma açısına ve Z atom numarasına bağlı olarak hesaplanabilir.

 $\Phi$  açısında serbest bir elektronun inkoherent saçılma tesir kesiti Klein-Nishina denklemiyle verilir.

$$\frac{d\sigma_c}{d\Omega} = \frac{r_e^2}{2} \left(\frac{hv'}{hv}\right)^2 \left(\frac{hv}{hv'} - \frac{hv'}{hv} - \sin^2\varphi\right)$$
(1.6)

Burada  $\sigma_c$ , inkoherent saçılma için tesir kesiti;  $\Omega$ , katı açı ve  $r_e = e^2/mc^2$  klasik elektron yarıçapıdır.

Toplam saçılma tesir kesiti ise;

$$\sigma_c^{\ z} = \pi r_e^{\ 2} \int_0^{\pi} S(x, Z) H(\alpha, \phi) \sin\phi d\phi$$
(1.7)

olarak verilir. Burada  $\sigma_c^{Z}$ , Z atom numaralı element için tesir kesiti; S(x, Z), inkoherent saçılma fonksiyonudur. İnkoherent saçılma fonksiyonu atom içindeki elektronlardan saçılan dalgalar arasındaki faz farkını açıklar. Ayrıca buradaki  $H(\alpha, \phi)$  ise;

$$H(\alpha,\phi) = [1 + \alpha(1 - \cos\phi)]^{-2} \left[1 + \cos^2\phi + \frac{\alpha^2(1 - \cos\phi)^2}{1 + \alpha(1 - \cos\phi)}\right]$$
(1.8)

formülü ile verilir.

İnkoherent saçılma; Compton saçılması, Nükleer saçılma ve Raman saçılması olmak üzere üç guruba ayrılır. Bu saçılmaların en etkin olanı Compton saçılmasıdır (Tertian ve Claisse, 1982).

### 1.2.2.2.1. Compton Saçılması

Compton saçılması bir elektron ile bir foton arasındaki direk etkileşimdir. Foton enerjisinin bir kısmını elektrona transfer eder ve geliş doğrultusundan sapar. Bu sırada gelen fotonla etkileşen elektron yörüngesinden koparak belli bir açıyla saçılır. Saçılan elektrona geri tepen elektron veya Compton elektronu denir. Compton saçılması, fotoelektrik olayın aksine dış tabaka elektronlarında daha baskındır ve Compton saçılması, elektronun bağlanma enerjisinin gelen fotonun enerjisi yanında ihmal edilecek kadar küçük olduğu durumlarda etkili olarak gözlenir. Compton elektronun verilen enerji

$$T_c = E_{\gamma} - E_{\gamma'} \tag{1.9}$$

bağıntısından elde edilir. Burada  $E_{\gamma}$  gelen fotonun enerjisi,  $E_{\gamma'}$  saçılan fotonun enerjisidir. (9) denkleminde momentum ve enerjinin korunumu ile ilgili eşitlikler kullanılarak saçılma açısı  $\theta$ ' nin fonksiyonu olarak saçılan fotonun enerjisi hesaplanır.

$$E_{\gamma'} = \frac{E_{\gamma}}{1 + (1 - \cos\theta)E_{\gamma}/m_0 c^2}$$
(1.10)

Burada  $m_0c^2$  elektronun durgun kütle enerjisidir (511 keV). (9) ve (10) denklemlerini kullanarak elektronun kinetik enerjisi elde edilir:

$$T = \frac{(1 - \cos\theta)E_{\gamma}/m_0 c^2}{1 + (1 - \cos\theta)E_{\gamma}/m_0 c^2}E_{\gamma}$$
(1.11)

Çarpışmadan sonra elektronun ve fotonun, maksimum ve minimum enerjisi radyasyon ölçümleri için önemlidir.  $\theta = \pi$  olduğu zaman saçılan foton minimum enerjiye, elektron maksimum enerjiye sahip olur.  $\theta = 0$  olduğu zaman ise saçılan foton maksimum enerjiye, elektron minimum enerjiye sahip olur ve bu saçılmanın olmadığını gösterir. Buradan saçılan fotonun minimum enerjisinin sıfırdan büyük olduğu sonucuna varılır. Dolayısıyla, Compton saçılmasında gelen fotonun bütün enerjisini elektrona vermesi imkânsızdır (Tsoulfanidis, 1995). Şekil 4'te Compton olayı verilmektedir.



Şekil 4. Compton saçılması

### 1.3. Soğurma Katsayıları ve Soğurma Kıyıları

Maddeye ait lineer soğurma ( $\mu$ ) katsayısından başka atomik soğurma katsayısı ( $\mu_a$ ), kütle soğurma katsayısı ( $\mu/\rho$ ) ve molar soğurma katsayısı ( $\mu_{mol}$ ) olmak üzere üç farklı soğurma katsayısı vardır. Üzerine X-ışını demeti gönderilen maddenin atomlarıyla gönderilen ışın arasında başlıca fotoelektrik, saçılma ve elektron çifti meydana gelmesi olayları meydana gelir ve bu olaylar demetin şiddetinde bir azalmaya neden oldukları için meydana gelen bu olayların tesir kesitlerinin toplamı, toplam soğurma katsayısını verir. Toplam soğurma katsayısı;

$$\frac{\mu}{\rho} = \frac{\varphi}{\rho} + \frac{\sigma}{\rho} + \frac{\kappa}{\rho}$$
(1.12)

şeklinde ifade edilir. (10) denkleminde ( $\varphi/\rho$ ) fotoelektrik kütle soğurma katsayısı, ( $\sigma/\rho$ ) saçılma kütle soğurma katsayısı, ( $\kappa/\rho$ ) da çift oluşum kütle soğurma katsayılarıdır. Toplam fotoelektrik kütle soğurma katsayısı ( $\varphi/\rho$ ), atomun enerji seviyelerine bağlı olarak;

$$\left(\frac{\varphi}{\rho}\right)_{E} = \left(\frac{\varphi}{\rho}\right)_{E,K} + \left(\frac{\varphi}{\rho}\right)_{E,LI} + \left(\frac{\varphi}{\rho}\right)_{R,LII} + \left(\frac{\varphi}{\rho}\right)_{E,LIII} + \dots$$
(1.13)

şeklinde ifade edilebilir. En genel olarak bu ifade;

$$\left(\frac{\varphi}{\rho}\right)_{E} = \sum_{i} \left(\frac{\varphi}{\rho}\right)_{E,i} \tag{1.14}$$

şeklinde yazılabilir. Burada  $(\phi/\rho)_{Ei}$ , i. elektron seviyesinin (i=K, L<sub>I</sub>, L<sub>II</sub>, L<sub>II</sub>, L<sub>II</sub>, ...) E enerjisine sahip bir foton için fotoelektrik kütle soğurma katsayısını göstermektedir. Fotoelektrik etkileşme ihtimaliyeti, atoma gelen X-ışınının enerjisi elektronun bağlanma enerjisine ne kadar yakın ise o kadar yüksektir. Bu nedenle bir atomda bir elektron seviyesine ait X-ışınları soğurma olasılığının en büyük değeri, o seviyeye ait elektronların bağlanma enerjilerine eşit X-ışınlarıyla bombardıman edildiği zamandır.

Bir element atomunun bir seviyesinden bir elektron koparmak için gerekli minimum foton enerjisi, o element atomunun o seviyesinin soğurma kıyısı olarak bilinir. Her elementin seviyelerinin değişik uyarılma enerjileri olduğu gibi değişik soğurma kıyıları da vardır. Bir atomun K kabuğu için bir (K<sub>ab</sub>), L kabuğu için üç (L<sub>Iab</sub>, L<sub>IIab</sub>, L<sub>IIIab</sub>), M kabuğu için beş, N kabuğu için yedi soğurma kıyısı vardır. Her element için soğurma kıyısı enerjisi, dış yörüngelerden iç yörüngelere gittikçe artar. Şekil 5'te Sn<sub>20</sub>In<sub>80</sub>Bi<sub>6</sub> alaşımı için gelen foton enerjisinin fonksiyonu olarak verilen fotoelektrik, koherent, inkoherent saçılma tesir kesitleri ve soğurma kıyıları verilmiştir. Anlaşılacağı gibi bir soğurma kıyısından sonra uyarıcı foton enerjisi devamlı düşürülecek olursa soğurma katsayısında ani bir düşme meydana gelir ve bir sonraki soğurma kıyısına doğru soğurma katsayında tekrardan düzenli bir artış meydana gelir (Apaydın, 2002).



Şekil 5.  $Sn_{20}In_{80}Bi_6$  alaşımı için gelen foton enerjisinin fonksiyonu olarak verilen fotoelektrik, koherent, inkoherent saçılma tesir kesitleri ve soğurma kıyıları

### 1.4. Karakteristik X-Işınlarının Oluşumu ve Enerji Seviyeleri

X-ışınları Alman fizikçi Wilhem Conrad Röntgen (1845-1923) tarafından tesadüfen siyah kağıtla kaplı bir boşaltma tüpünün yakınında bulunan baryum platinocyanide kristallerinin boşalıp ışın yayımladığını bulmasıyla 1895 yılında keşfetmiştir ve bu keşfi ona 1901'de Nobel Ödülünü kazandırmıştır.

Elektromagnetik spektrumda X-ışınları bölgesi, yüksek frekanslı gama ışınları bölgesiyle düşük frekanslı ultraviyole ışınları bölgesi arasında bulunur ve frekansı yaklaşık 10<sup>18</sup> Hz civarındadır. X-ışınları oldukça kısa dalga boylu, yüksek frekanslı ve yüksek enerjili ışınlardır ve bu özelliklerinden dolayı, kurşun muhafaza hariç, birçok materyale nüfuz edebilir. X-ışınları, yüksek enerjili elektronların yavaşlatılması veya atomlardaki farklı seviyeler arasında atomik elektronların geçişlerinden meydana gelirler. Yüksek enerjili elektronların bir hedefe gönderilerek bu hedef madde içinde adım adım yavaşlatılmasıyla oluşan X-ışınlarına, sürekli X-ışınları veya Bremsstrahlung ışınları adı verilmektedir. Sürekli X-ışını spektrumu veren olaylara örnek olarak iç dönüşüm elektronları,  $\beta$  ışınları, Compton geri tepme elektronları ve Auger elektronlarını verebiliriz.



Şekil 6. Karakteristik X-ışınlarının oluşumu

Klasik atom modeli; orbitallerde veya kabuklarda gruplanmış elektronlarla, pozitif yüklü protonlar ve yüksüz nötronlardan oluşmaktadır. En içteki kabuktan başlayarak dışa doğru K, L, M kabuğu ve benzeri olarak adlandırılırlar. L kabuğunun  $L_I, L_{II}$  ve  $L_{III}$  olmak üzere 3 alt kabuğu, M kabuğunun  $M_I$ ,  $M_{II}, M_{III}, M_{IV}$  ve  $M_V$  olmak üzere 5 alt kabuğu vardır. K kabuğu 2, L kabuğu 8 ve M kabuğu 18 elektron içerebilir. Elektronun enerjisi bulunduğu kabuğa ve ait olduğu elemente göre değişiklik gösterir. Bir atom yeterli enerjiye sahip elektronlar ve X-ışını fotonlarıyla etkileştiği zaman atomdan elektron koparabilirler. Kopan elektron ile kabuk içerisinde bir boşluk meydana gelir ve atom daha yüksek enerjili ve kararsız bir duruma gelir. Atom eski haline geri dönmek ister ve bunu boşalan kabuktaki boşluğu üst kabuklardan, örneğin K kabuğundaki boşluğu L kabuğundan, elektron geçişleri ile doldurur bu sırada kabuklar arasındaki enerji fazlalığı da X-ışınları olarak yayımlanır. Şekil 6 da karakteristik X-ışınlarının oluşumu gösterilmektedir.



Şekil 7. Atomlardaki elektron geçişleri ve karakteristik X-ışını yayımlanması şematik olarak gösterimi

K kabuğundaki boşluk L tabakasındaki elektronlar tarafından doldurulursa oluşan karakteristik X-151111 Ka, diğer üst tabaka elektronları tarafından doldurulursa oluşan karakteristik X-1 $sinna K_{\beta}$  X-1sinn adı verilir. Eğer kabuklarda coklu yüksek orbitaller vedüşük bağlanma enerjili elektronlar var ise, bu orbitallerden bazı düşük enerjili kabuklara elektronların geçişlerinden  $\alpha_1, \alpha_2$  ve  $\beta_1, \beta_2$  şeklinde gösterilen adlandırılmalar kullanılır. K ve L kabuğu bitişik enerji kabuklarıdır buna bağlı olarak K $\alpha$  geçişleri K $_{\beta}$  geçişlerinden daha yoğundur. Ancak, atom numarası artıkça Ka geçiş ihtimaliyeti azalır. Yayımlanan Xışınlarının enerjisi, boşluk bulanan kabuğun enerjisi ile boşluğu dolduran elektronun bulunduğu kabuğun enerjisi arasındaki farka bağlıdır ve her bir atomun enerji seviyesi kendine özgüdür. Bu nedenle yayımlanan radyasyon atom için ayırt edici bir özelliktir. Atom oluşan farklı boşluklar ve boşluğu dolduran kabuklara bağlı olarak birden fazla enerji yayımlayabilir. Yayımlanan çizgilerin toplamı element için karakteristiktir ve aşağı yukarı elementin parmak izidir (Brouwer, 2003). Şekil 7'de ise atomlardaki elektron geçişleri ve karakteristik X-ışını yayımlanması şematik olarak verilmiştir. Tablo 1'de K kabuğundaki boşluğun üst ana kabukların alt kabuklarındaki elektronlarla doldurulmasıyla yayımlanan fotonlar Siegbahn ve International Union of Applied and Pure Chemistry (IUAPC) gösterimlerine göre verilmiştir.

Sieghbahn	IUPAC	Sieghbahn	IUPAC	Sieghbahn	IUPAC	Sieghbahn	IUPAC
Kα1	K-L <sub>III</sub>	Lı	L <sub>III</sub> -M <sub>I</sub>	L <sub>β17</sub>	L <sub>II</sub> -M <sub>III</sub>	Lη	L <sub>II</sub> -M <sub>I</sub>
Κα2	K-L <sub>II</sub>	$L_{\alpha 1}$	L <sub>III</sub> -M <sub>V</sub>	$L_{\gamma 1}$	L <sub>II</sub> -N <sub>IV</sub>	L <sub>λ</sub>	L <sub>III</sub> -M <sub>I</sub>
$K_{\beta 1}$	K-M <sub>III</sub>	L <sub>a2</sub>	L <sub>III</sub> -M <sub>IV</sub>	L <sub>y2</sub>	L <sub>I</sub> -N <sub>II</sub>	Ls	L <sub>III</sub> -M <sub>III</sub>
<b>Κ</b> <sub>β2</sub> ′	K-N <sub>III</sub>	$L_{\beta 1}$	L <sub>II</sub> -M <sub>IV</sub>	L <sub>y3</sub>	LI-NIII	Lt	L <sub>III</sub> -M <sub>II</sub>
$K_{\beta 2}''$	K-N <sub>II</sub>	L <sub>β2</sub>	L <sub>III</sub> -N <sub>V</sub>	L <sub>γ4</sub>	LI-OIII	L <sub>U</sub>	L <sub>II</sub> -N <sub>IV</sub>
Κ <sub>β3</sub>	K-M <sub>II</sub>	L <sub>β3</sub>	L <sub>I</sub> -M <sub>III</sub>	L <sub>γ4′</sub>	L <sub>I</sub> -O <sub>II</sub>	L <sub>v</sub>	L <sub>II</sub> -N <sub>VI</sub>
Κ <sub>β4</sub> ′	K-N <sub>V</sub>	L <sub>β4</sub>	L <sub>I</sub> -M <sub>II</sub>	L <sub>γ5</sub>	L <sub>II</sub> -N <sub>I</sub>	$M_{\alpha 1}$	M <sub>V</sub> -N <sub>VII</sub>
$K_{\beta4}''$	K-N <sub>IV</sub>	L <sub>β5</sub>	L <sub>III</sub> -O <sub>IV,V</sub>	L <sub>y6</sub>	L <sub>II</sub> -O <sub>IV</sub>	Μ <sub>α2</sub>	M <sub>V</sub> -N <sub>VI</sub>
						$\mathbf{M}_{\boldsymbol{eta}}$	$M_{IV}$ - $N_{VI}$
Κ <sub>β5</sub> ′	K-M <sub>V</sub>	L <sub>β6</sub>	L <sub>III</sub> -N <sub>I</sub>	L <sub>y8</sub>	L <sub>II</sub> -O <sub>I</sub>	Μγ	M <sub>III</sub> -N <sub>V</sub>
		L <sub>β7</sub>	L <sub>III</sub> -O <sub>I</sub>				
Κ <sub>β5</sub> "	K-M <sub>IV</sub>	$L_{\beta7}'$	L <sub>III</sub> -	Ly8'	L <sub>II</sub> -O <sub>6</sub>	$\mathbf{M}_{\xi 1}$	M <sub>V</sub> -N <sub>III</sub>
		L <sub>β9</sub>	N <sub>VI,VII</sub>				
			LI-MV				
Κ <sub>β5</sub> ‴	K-N <sub>III</sub>	$L_{\beta 10}$	L <sub>I</sub> -M <sub>IV</sub>	L <sub>γ13</sub>	L <sub>I</sub> -P <sub>II</sub>	Μξ2	M <sub>IV</sub> -N <sub>II</sub>
		L <sub>β15</sub>	L <sub>III</sub> -N <sub>VI</sub>	Lγ13'	LI-PIII		

Tablo 1. X-ışını diyagram çizgilerinin eski (Siegbahn) ve yeni (IUPAC) gösterimleri

### 1.5. Floresans Verim ve Coster-Kronig Geçişleri

Bir atomun herhangi bir kabuğunda veya alt kabuğunda meydana gelen boşluğun ışımalı geçişle doldurulma olasılığına flüoresans verim denir. Floresans verim ω atom numarası arttıkça artar ve atom numarası Z>78 olan elementlerin K kabuğundaki verimleri 95% daha fazladır (Bertin,1975). K tabakasından meydana gelen boşluğun üst tabakalardan gelen bir elektron ile karakteristik X-ışını yayımlayarak doldurulması olasılığı K tabakasına ait fluoresans verim olarak adlandırılır ve

$$\omega_K = \frac{I_K}{\eta_K} \tag{1.15}$$

bağıntısıyla verilir. Burada  $I_K$  numuneden yayımlanan karakteristik X-ışınlarının sayısı;  $\eta_K$  ise K tabakasında oluşturulan boşluk sayısıdır. Ayrıca flüoresans verim;  $\Gamma_R(L_iX) L_i$  (i=1,

2, 3) alt tabakalar arasındaki geçişlere göre ışımalı seviye genişliği ve  $\Gamma(L_i)$ ,  $L_i$  seviyesi için toplam seviye genişliği olmak üzere,

$$\omega_i = \frac{\Gamma_R(L_i X)}{\Gamma(L_i)} \tag{1.16}$$

şeklinde de ifade edilmektedir. Bu bağıntıda X ise  $X = L_j$ , j>i ile verilir. Daha yüksek seviyedeki atomik kabuklar için fluoresans verimi tanımlamak iki sebepten dolayı daha karmaşıktır:

- K tabakası haricindeki diğer tabakalar birden fazla alt tabakalara ayrılmıştır.
   Ortalama floresans verim bu tabakaların nasıl iyonize olduğuna kuvvetlice bağlıdır.
- K kabuğunun üzerindeki kabukların alt kabukları arasında Coster-Kronig geçişleri meydana gelebilir (Zschornack,2007).

Bir atomda kabuklar arası geçişler  $\Delta n \neq 0$ ,  $\Delta l = \pm 1$  ve  $\Delta J = \pm 1,0$  şartlarına bağlı olup, bu şartları sağlamayan geçişlere yasaklı geçişler denir.  $\Delta n = 0$  olduğu alt tabakalar arasındaki geçişler ya da alt tabakalar arasındaki boşluk transferi, Coster-Kroning geçişleri olarak tanımlanır. j>i olmak üzere i. alt kabukta oluşturulan boşluğun j. alt kabuğa geçme ihtimali  $f_{ij}$  ile gösterilir. Coster-Kronig geçişleri ışımalı  $f_{ij}(R)$  ve ışımasız  $f_{ij}(A)$  olmak üzere iki kısımdan oluşmaktadır ve bu durumda Coster-Kronig geçişleri için;

$$f_{ij} = f_{ij}(R) + f_{ij}(A)$$
(1.17)

bağıntısı yazılabilir.  $f_{ij}(R) \ll f_{ij}(A)$ dır ve  $f_{ij}(R)$ ,  $f_{ij}(A)$ 'ya göre ihmal edilirse

$$f_{ij} = \frac{\Gamma_A(L_i L_j X)}{\Gamma(L_i)} \qquad \qquad \mathbf{x} = \mathbf{M}, \mathbf{N}, \mathbf{O} \mathbf{j} > \mathbf{i} \qquad (1.18)$$

şeklinde verilebilir. Burada  $\Gamma_A$ , Auger kısmı genişliği (Auger geçiş hızlarının toplamı)'dır.

### 1.6. Atomun Uyarılması

Atomdan elektron söküp, iyonlaşma meydana getiren her olay bir uyarmadır. Bir madde x-ışınları ile uyarılırsa bu ışınlara primer ışınlar, atom tarafından yayımlanan floresans ışınlara da karakteristik X-ışınları denir. Çalışmanın amacına uygun olacak şekilde şu şekillerde uyarılabilir:

- 1) Elektronlarla,
- 2) Protonlar, döteronlar,  $\alpha$ -parçacıkları ve iyonlarla,
- 3) Radyoizotop kaynaklardan yayımlanan X veya  $\gamma$ -ışınları ile ışınlama
- 4) Analitin soğurma kıyısından daha kısa dalga boylu spektral çizgiye sahip hedef elementlerden yayımlanan ikincil X-ışınları ile ışınlama. Bu ikincil hedefler, Xışını tüpü veya radyoizotop kaynaktan yayımlanan primer fotonlarla uyarılırlar.
- 5) X-ışını tüplerinde yayımlanan primer X-ışınları ile uyarma,
- 6) Synchrotron (Sinkrotron) kaynaklarla uyarma,
- 7) Self-uyarma veya oto-uyarma,

X-ışını spektrometresiyle yapılan ilk çalışmaların hepsinde elektronlarla uyarma yöntemi kullanılmıştır. Klasik X-ışını floresans spektrometrelerinde elektronlarla uyarmanın ısı dağılması problemleri ve yüksek vakum altında çalışma sıkıntısından dolayı kullanışlı olmadığı görülmüştür.

X-ışını foton kaynağı bugünlerde en çok kullanılan uyarıcıdır. Bu kaynak, birincil dalga boyu ayrımlı ve birincil enerji ayırımlı sistemlerde kullanılır. İkincil floresans ışıyıcı tarzı, ikincil hedefli enerji ayırımlı spektrometrelerde kullanılır.  $\gamma$ -kaynağı radyoaktif bir izotoptur. X-ışını analizinde genellikle radyoizotop kaynak kullanılır. Bu kaynaklar ve karakteristikleri Tablo 2'de verilmiştir. Radyoizotop kaynaklar iki tür radyasyon yayımlarlar. Bunlardan birincisi, yüksek enerjili  $\gamma$ -ışınları, ikincisi de karakteristik X-ışınlarıdır.

Radyoizotopların aktivitesi, radyoaktif atomların bozunması ile orantılıdır. Bir kaynağın aktivitesi, saniyedeki bozunma sayısı olarak tanımlanır. Bu Curie olarak adlandırılır. Curie yerine SI birim sisteminde Bekerel (Bq) kullanılır. Bir Curie 2,7.10<sup>-11</sup> Bq'dir. X-ışınları ve  $\gamma$ -ışınlarının her bir parçalanmadaki fotonlarının sayısı Tablo 2'de verilmiştir.

Kaynaklar tarafından yayımlanan X-ışınları sayısı zamanla azalır ve radyoizotopun t süre sonundaki bozunanların sayısı

$$N = N_0 e^{-\lambda t} = N_0 e^{-0.693t/T_{1/2}}$$
(1.19)

eşitliği ile bulunur. Bu denklemde  $\lambda$  bozunma sabiti ve  $T_{1/2}$  radyoizotop için yarı ömürdür. Radyoizotop kaynakların emniyetli bir şekilde kullanımı için uluslararası standartlar vardır. Genellikle ülkelerde sağlık bakanlığı veya atom enerji kurumu tarafından yürütülmektedir. Radyoaktif madde kullanabilmek için kurumlar bu kuruluşlar tarafından verilen lisansa sahip olmalıdır.

 $\gamma$ - kaynağı ve  $\gamma$ -x ışını kaynağının her ikisi de portatif sistemlerde, toplam foton akışı küçük olmasına rağmen, düşük maliyetli ve hacimsel olarak kullanışlı oldukları ve benzeri sebepler ile yaygın olarak kullanılmaktadır. Proton ve Synchrotron kaynaklarının her ikisi de klasik frenleme radyasyonu kaynağından daha iyi hassasiyet sunarlar.

Radyoizotop ve	Bozunma Tipi	Parçacık E Geçiş İht	nerjileri ve timaliyeti	Elektromagnetik Geçişler				
yarı omru		Enerji (Mev)	Geçiş İht.	Foton Enerjisi (Mev)	Foton Yayımlanma İhtimaliyeti			
Am-241	α	5.443	13%	0.060	36%			
(433 yıl)		5.486	85%	Np L X-ışınları (0.020- 0.012)	38%			
Ba-133	EC		100%	0.081 0.356	34.1% 61.9%			
(10.57 yıl)				Cs K X-ışınları (0.030-0.036)	121%			
Co-57	EC		100%	0.014 0.122 0.136	9.2% 85.6% 10.7%			
(0.74 yıl)	EC		100%	Fe K X-ışınları (0.006-0.007)	58%			
Co-60 (5.27 yıl)	β-	0.318 1.491	99.9% 0.1%	1.173 1.333	99.86% 99.98%			
Cd-109 (462 gün)	EC		100%	Ag K X-ışınları (0.022-0.026)	99.4%			
Cs-137 (30.17 yıl)	β-	0.512 1.174	94.6% 5.4%	0.662 Ba K X-ışınları (0.032-0.038)	85.1% 7%			
Fe-55 (2.69 yıl)	EC		100%	Mn K X-ışınları (0.0059-0.0065)	28%			
I-125 (60 gün)	EC		100%	0.035 Te K X-ışınları (0.027-0.032)	6.6% 139%			
Mn-54 (312 gün)	EC		100%	0.835 Cr K X-ışınları	100% 26%			
Na-22 (2.603 yıl)	$\beta^+$ , EC	0.545	90% 10%	0.511 1.275	100%			
Pu-238	β-	5.445 5.499	28.7% 71.1%	0.043 U L X-ışınları (0.011-0.022)	13%			
(87.7 yıl)		Diğerleri	0.2%	U K X-ışınları (0.094-0.115)	<0.01%			

Tablo 2. XRF analizinde numune uyarılmasında kullanılan radyoizotop kaynaklar ve önemli karakteristikleri (Tekbıyık,2005)

### 1.6.1. <sup>241</sup>Am Radyoizotop Kaynağı

Radyoizotop kaynaklar, X-ışını spektrometrik uygulamalarında dört temel özellikleri ile karakterize edilebilirler:

a) Radyoaktif bozunma ve yayımlanan radyasyonun tipi ( $\alpha$ ,  $\beta$  ve  $\gamma$  yayımlama, K veya L elektronu yakalama)

b) Yayımlanan radyasyonun enerjisi,

c) Kaynak aktivitesi,

d) Kaynağın yarı-ömürü,

Radyoaktif bozunma, radyoaktivite özelliğine sahip olan atomların kararsız çekirdeklerinin parçalanmasıyla yeni bir çekirdek oluşması ve atom çekirdeklerindeki bu değişiklikler sonucu radyasyon yayımlanması olayıdır. Sonuç olarak kararsız bir atom, kararlı hale gelinceye kadar bir seri dönüşüme uğrar ve böylece meydana gelen seriye bozunma zinciri denir. Bu bozunma sırasında dışarı  $\alpha$  ve  $\beta$  gibi radyoaktif parçacıklardan ve  $\gamma$ -ışını gibi fotonlardan bir veya birkaçı yayınlanabilir.

<sup>241</sup>Am radyoizotopu, <sup>239</sup>Pu`nun ardışık nötron yakalama reaksiyonlarından oluşan <sup>241</sup>Pu`un beta bozunumundan sonra meydana gelmektedir. Ardışık nötron yakalama ve β bozunumundan sonra oluşan ürünler;

$${}^{239}_{94}Pu \xrightarrow{(n,\gamma)} {}^{240}_{94}Pu \xrightarrow{(n,\gamma)} {}^{241}_{94}Pu \xrightarrow{\beta^-} {}^{241}_{95}Am(\xrightarrow{\alpha} {}^{237}_{93}Np)$$

şeklindedir. Bu radyoaktif çekirdek yapay olarak üretilir ve yarılanma süresi yaklaşık 432 yıl olan kararsız bir izotoptur. Daha sonra <sup>241</sup>Am elementi  $\alpha$  bozunumuna uğrayarak neptünyum radyoaktif çekirdeğine dönüşür ve kararlı bizmut oluşana kadar neptünyum serisi olarak adlandırılan bozunma süreci devam eder. Nötron yakalama, atomik çekirdeğin bir veya daha fazla nötronla çarpıştığı nükleer bir reaksiyon çeşididir ve ağır bir çekirdek oluşturmak için bir araya gelirler. Nötronlar elektriksel yükü olmadığı için yüklü parçacıklara göre çekirdeğin içine kolaylıkla girer.  $\beta^-$  bozunumunda zayıf etkileşme bir nötronu, bir protona dönüştürürken bir elektron ve bir tane antinötrino yayımlanır. Alfa bozunumu ise bir atomik çekirdeğin bir alfa parçacığı yayımladığı bozunma çeşididir ve alfa bozunumuna uğrayan çekirdeğin atom numarası 2 ve kütle numarası 4 azalır. Gama bozunumunda da bir çekirdek yüksek enerji durumundan düşük enerji durumuna elektromanyetik radyasyon yayımlayarak geçer ve çekirdeğin içindeki protonların ve nötronların sayısı değişmez. Şekil 8'de <sup>241</sup>Am radyoizotopunun <sup>237</sup>Np izotopuna dönüşümünü göstermektedir (Sarıtaş, 2014).



Şekil 8. 241 Am elementinin bozunma şeması (Beling, Newton ve Rose, 1952).

### 1.7. Alaşımlar

Bileşik ya da çözelti olarak veya ikiden fazla elementten oluşan metal niteliğinde olan maddelere alaşım denir ve alaşımların bileşimine giren elementler çoğunlukla metallerdir. Metallerin kendi aralarında bileşik oluşturma yetenekleri yoktur ve ancak eritilip bir araya getirilerek bir karışım türünü meydana getirebilirler. Alaşımlar, bir metalin atomları arasında diğer atomların gelişigüzel dağıldığı homojen katı çözeltiler olabilir. Katı çözeltiler, bazen atomların yer değiştirmesiyle, bazen de örgüler arasına atomların yerleşmesiyle meydana gelebilir. Yerdeğiştirme alaşımlarında, çözücü metal atomlarından bazılarının yerini çözünen metal atomları almaktadır (Şekil 9a). Örgüler arası alaşımlarda çözünen metal atomları çözücü metal atomları arasındaki boşluklara yerleşir (Şekil 9b). Bununla beraber söz konusu olan fark belirli bir esasa dayanmaz. Çünkü örgüler arası atomlar da belli bir düzene sahip olabilirler (Şekil 9c). Bundan dolayı düzenli yapıdaki bu alaşımlar başka bir yapının yer değiştirmiş şekli gibi düşünülebilir ve alaşımın yeni bir yapıdaki katı çözelti olarak ele alınması daha doğru bir yaklaşım olur. Katı çözeltinin yeni yapısının başlangıçtaki yapıyla olan ilişkisi çoğunlukla rastlantıdır. İki metalin yer değiştirme alaşımı meydana getirebilmesi için; atom yarıçaplarının birbirine yakın, saf halde örgü yapılarının aynı ve elektropozitifliklerinin benzer olması gerekir. Örnek olarak, sodyum ve potasyum kimyasal yönden birbirine benzemektedir ve ikisi de cisim merkezli kübik yapıdadır. Ancak yarıçapları farklı olduğundan dolayı bu iki metal katı çözelti oluşturmaz. Diğer yandan d blokunun sağında bulunan iki komşu element olan bakır ve nikel benzer elektropozitifliğe sahiptir ve kristal yapıları aynı, atom yarıçapları birbirine yakın olduğundan geniş bir bileşim aralığında alaşım oluştururlar.

(a)						(b)								(c)							
0	0	0	0	0	٠	0	0	0	0	0	0	0	0	С	, <b>-</b>	0	0	0	0	0	0
0	•	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	С	, •	0	0	0	0	0	0
0	0	0	٠	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	С	, <b>-</b>	0	0	0	0	0	0
0	0	0	•	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	С	,	0	0	0	0	0	0
0	•	0	0	0	٠	0	0	0	0	0	0	0	0	С	, <b>-</b>	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	٠	0	0	0	0	0	0	0	0	С	, _	0	0	0	0	0	0

Şekil 9. (a) Yerdeğiştirme alaşımı (b) Örgüler arası alaşım (c) Başka örgüden türeyen yerdeğiştirme alaşımı (Tunalı ve Özkar,2005)

#### 1.8. Alaşım Etkisini Açıklamada Kullanılan Bazı Temel Kavramlar

### 1.8.1. Metalik Bağ

Metalik madde içinde atomları bir arada tutan kuvvet metalik bağ olarak adlandırılır. Genel olarak metal atomların valans elektronlarının bulunduğu en dış kabuk komşu atomların valans elektronların bulunduğu kabukla örtüşür. Sonuç olarak metal atomlarının valans elektronları bir atomdan diğerine hareket eder ve belli bir atoma bağlı değildir.
Bundan dolayı metalik maddelerde valans elektronları, kovalent bağlı maddelerde olduğu gibi yerelleşmemiştir. Yani valans elektronları tüm kristal boyunca serbestçe dolaşabilir. Geride pozitif iyon bırakan elektronların atomları ile valans elektronları arasındaki etkileşme, bileşik ya da metalik kristali bir arada tutan bağlanma kuvvetinin oluşumuna neden olur.

Metalik bağlar iki kısımda incelenir. Birincisi valans elektronlarının metal iyonların sp kabuklarında olduğu durumdur ve bu tür bağlanma oldukça zayıftır. İkincisi ise kısmen dolu d kabuklarına ait valans elektronlarının bağlanmasıdır. Bu tür bağlanma oldukça kuvvetlidir. Metalik madde içinde bu iki tür bağ birlikte bulunsa bile d bağları daha baskın olur.

Basit metaller sp elektronları ile bağlanır. Bu metal atomlarının elektronları, doldurulmamış sp kabuklarındaki birkaç elektron hariç, dolu atomik kabuklarda bulunur. Doldurulmamış kabuklardaki elektronlar metal iyonundan ayrılmıştır ve kristal içinde serbestçe dolanır. Bu elektronlar iletim elektronlarıdır ve metallerde iletkenliğe neden olur. Elektrik alanı uygulandığında valans elektronları daima hareket etme serbestliğine sahiptir. Hareketli valans elektronlarının varlığı ve aynı zamanda metal iyonları arasındaki bağlanma kuvvetinin yöne bağlı olmayışı çoğu metalin yumuşaklık ve dövülebilme özelliklerini açıklar.

#### 1.8.2. Hibritleşme

Atomların elektron yapısı ile molekül geometrileri arasındaki uyuşmazlığı gidermek amacıyla hibritleşme kavramı geliştirilmiştir. Hibrit kelimesi melez anlamındadır. Bu öneriye göre molekülün gerçek yapısındaki bağların oluşumunu açıklayabilmek için, iki veya daha çok sayıda atom orbitalinin birbiriyle karışarak bağ oluşumuna uygun simetride melez orbitaller oluşturduğu düşünülür. Böyle atom orbitallerinin karıştırılarak amaca uygun orbitaller oluşturulmasına hibritleşme ve oluşturulan melez orbitallere de hibrit orbitalleri denir. Hibrit orbitallerinin sayısı kendilerini oluşturan atom orbitallerinin sayısına eşittir. Hibritleşmenin olabilmesi için hibritleşmeye katılan orbitallerin enerjilerinin birbirine yakın olması gerekir. Bu nedenle genellikle baş kuantum sayıları aynı olan orbitaller (2s ve 2p gibi) hibritleşir. Ama bazı hallerde baş kuantum sayısı bir farklı olan orbitaller de (örneğin d orbitalleri) hibritleşmeye katılır. Bu (n-1)d orbitallerinin enerjisinin ns orbitalinin enerjisine oldukça yakın olduğu, bilinen bir gerçektir (Tunalı ve Özkar, 2009).

#### 1.8.3. Perdeleme Etkisi

Perdeleme etkisi çok elektronlu atomlarda, atomun çekirdeği ile bir elektronu arasındaki çekimi tarif etmek için kullanılan bir terimdir. Hidrojen gibi tek elektronlu sistemlerde elektrona etkiyen net kuvvet tam olarak çekirdeğin elektriksel çekim kuvvetine eşittir. Fakat çok sayıda elektron atomik sistemlere eklendiğinde n kabuğundaki herbir elektron hem çekirdeğin hem de iç kabukta bulunan diğer elektronların itme kuvvetlerini hisseder. Bu durum dış kabuk üzerindeki net kuvvetin çok az olmasına yol açar ve bu tür elektronlar çekirdeğe çok sıkı bağlı değildirler. Perdeleme teorisi aynı zamanda valans kabuğuna ait elektronların atomdan kolaylıkla koparılabilme nedenini açıklamaktadır.

Kuantum mekaniksel etkilerden dolayı perdeleme etkisinin boyutunu kesin olarak hesaplamak oldukça zordur çünkü elektronun çekirdeğe göre konumu söz konusu olduğunda elektronun belirtilen konumda bulunma olasılığı bilinmelidir. Etkin çekirdek yükünün gerçek değeri elektronun çekirdeğe göre konumundan ve aynı zamanda elektron elektron itmesinden dolayı dalgalanma halindedir (Aylıkcı, 2009).

#### 1.8.4. Kovalent Karakterli Metal Bağları

Geçiş metallerindeki metalik bağlar doldurulmamış d kabuklarındaki elektronlarla karakterize edilir. d hibrit orbitalleri sp hibrit orbitallerinden daha sıkı bağlıdırlar ve d orbitallerindeki elektronlar iyondan uzaklaşmaz. d orbitalleri komşu atomların d orbitalleri ile bir kovalent bağ oluşturur. Metal atomları valans elektronlarını ne komşu atomlarla paylaşır ne de iyon oluşturmak için elektron kaybeder. Bunun yerine metalin dış enerji seviyeleri örtüşür ve bu yüzden metalik bağlar kovalent bağlara benzerlik gösterir.

## **1.8.5. Elektronegatiflik**

Atomların bulundukları kimyasal yapı içerisinde elektronları kendine doğru çekme yeteneği elektronegatiflik olarak bilinir. Başka bir deyişle bir atomun elekektronları çekme gücü elektronegatilik kavramı ile belirlenir. Buna dayanarak elektronegatiflik, bir atomun yalnız başına bulunduğu halden ziyade herhangi bir kimyasal bağ içerisinde ki varlığının daha belirgin olduğu söylenebilir. Bir atomun elektron kazanma eğilimi büyükse, çok elekronegatif olduğu söylenir. Elektron kaybetme eğilimi varsa elektropozitif olduğu söylenir. (Tunalı ve Özkar, 2009)

Kimyasal elementlere ait elektronegatiflik değerlerinin yaygın olarak kullanılan ölçüsü Linus Pauling tarafından belirlenmiştir ve elementleri azalan elektronegatif değerlerine göre tablo haline getirmiştir. Elde edilen tablodan flor elementinin en fazla sezyumun ise en az elektronegatif değerine sahip olduğu görülür. Elektronegatiflik ölçeği atomların farklı kombinasyonları arasındaki bağların enerjilerinin kıyaslanmasıyla belirlenir.

Elektronegatiflik değerleri birbirinden oldukça farklı olan elementler iyonik bileşikleri oluşturular. Alaşımları oluşturan elementler arasında ise çok az elektronegatiflik farkı vardır. (Doğan, 2012)

# 2. YAPILAN ÇALIŞMALAR

#### 2.1. Foton Dedektörlerinin Genel Karakteristikleri

Birçok foton dedektörünün ölçüm esnasındaki çalışma aşamaları birbirine benzemektedir. Burada inceleyeceğimiz dedektörler, gaz dedektörleri. NaI(Tl) sintilatörleri, Ge(Li), HpGe ve Si(Li) yarıiletken dedektörleridir. Bu dedektörlerin çoğu aynı zamanda, elektronları ve ağır yüklü parçacıkları saymakta da kullanılır. Bu dedektörlerin çalışması aşağıdaki alanları içerir.

- 1) Fotoelektrik soğurma, Compton saçılması veya çift oluşumu olaylarıyla foton enerjisinin, elektronların ve pozitronların kinetik enerjisine dönüşümü.
- Elektronlarla uyarma sonucunda, uyarılmış moleküler seviyelerin, elektrondelik çiftlerinin veya elektron-iyon çiftlerinin oluşumu.
- Moleküler seviyelerin deekzitasyonu ile yayımlanan fotonların veya yük taşıyıcılarının ölçümü ve toplanması.

Bir kaynaktan yayılan bir foton spektrumu genellikle her biri tek enerjili olan foton grupları tarafından oluşturulur. Bir dedektör böyle bir çizgi spektrumunu çizgi ve sürekli spektrumun bir bileşimine dönüştürecektir. Çizgi spektrumları gözlenebildiği sürece, bu çizgi spektrumları orijinal fotonların şiddetlerini ve enerjilerini tayin etmede kullanılabilir. Tek enerjili fotonlar için pik üretmede dedektörün kabiliyeti pik verimi ve pik genişliğiyle karakterize edilir. Genişlik genellikle KeV biriminde FWHM olarak tanımlanır. Aynı zamanda rezolüsyon (ayırma gücü) olarak da adlandırılır. Dedektörün pik verimi, tüm foton enerjisi soğurulduğunda uygun pikteki (tam enerji piki) sayımların sayısının kaynaktan yayılan o enerjideki fotonların sayısına oranıdır. Hem pik genişliği hem de pik verimi foton enerjisinin fonksiyonudur.

Yukarıdaki ilk maddede bahsedilen, Fotoelektrik soğurma, Compton saçılması veya çift oluşumu olaylarıyla foton enerjisinin, elektronların ve pozitronların kinetik enerjisine dönüşümünde dedektör materyalinin yoğunluğu, atom numarası ve hacmi önemlidir. Eğer materyal düşük yoğunluk, düşük atom numarası ve küçük hacimdeyse, dedektöre gelen fotonun etkileşme ihtimaliyeti düşük olacak ve dedektörle gelen foton arasında bir etkileşme olursa dedektör tarafından fotonun tüm enerjisinin soğurulma ihtimaliyeti de düşük olacaktır. Bunda dolayı bir çizgi spektrumunu ölçmek için böyle bir dedektörün kullanımı düşük enerjili fotonlarla sınırlandırılabilir. Yüksek enerjili fotonlar için, tek enerjili çizgi spektrumları gözlenmeyebilir bunun yerine sürekli bir spektrum gözlenir. Bunun için, böyle dedektörler gelen fotonları saymak için kullanışlıdır ancak bir enerji spektrumu değerini ölçmede sınırlı kalacaktır.

#### 2.1.1. Yarıiletken Dedektörler

Yarıiletken dedektörler genel olarak iyonizasyon odaları gibi çalışan katı hal cihazlarıdır. Bu dedektörlerde yük taşıyıcısı olarak gaz dedektörlerinden farklı olarak elektron ve delikler kullanılır. Yarıiletken dedektörler gaz dedektörlerine kıyasla bazı avantajlara sahiptirler fakat bu dedektörlerin kiristalleri NaI(Tl) detektörlerinkinden daha düşük atom numarasına sahiptirler ve boyut bakımından daha da küçüktürler. Bu sebeple, fotoelektrik soğurma, compton saçılması veya çift oluşumu olaylarıyla foton enerjisinin, elektronların ve pozitronların kinetik enerjisine dönüşümü işlemine göre bu dedektörler, NaI(Tl) dedektörlerine göre bazı dezavantajlara sahiptirler (Doğan, 2012). Ge ve Si yarıiletken dedektörleri kendi arasında kıyaslarsak Ge yarıiletken dedektörler hem atom numarası hem de yoğunluğu Si' den büyük olduğu için daha fazla avantaja sahiptirler.

Germanyum oldukça düşük bant aralığına sahip olduğu için, bu dedektörler yük taşıyıcıların ısı üretimini kabul edilebilir bir seviyeye azaltmak için (böylece kaçak akımı engellemek için) soğultulmak zorundadırlar. Aksi takdirde gürültü üreten kaçak akım, dedektörün enerji rezolüsyonunu bozar. 77 °K sıcaklığına sahip olan sıvı azot, böyle dedektörleri soğutmak için yaygın olarak kullanılmaktadır.

Bir Si(Li) yarıiletken dedektörü, p ve n tipi bölge arasında silisyum yarıiletken tek kristalinden oluşan ve yalnızca bir yönde akım geçiren bir diyottur. p-tipi silisyum yüksek saflıkta üretilmeye çalışılmaktadır ancak yinede yeterli yüksek saflıkta p-tipi silisyum parça elde etmek zordur. Birçok Si kristalleri tam saf olmamaları sebebiyle, gerekli besleme voltajında önemli kaçak akıma sebep olan dış boşluklar meydana gelir. Bu boşlukları ortadan kaldırmak için n-tipi lityum atomları 350–450°C sıcaklıkta bir elektrik gradyenti altında kristale sürüklenir. Böylece p-tipi silisyumlar lityum atomları ile yük alışverişinde bulunarak yüksek hassasiyette geniş bir intiristik bölge oluşur. Detektör yüzeyinin ince p-tipi tabakası aktif değildir. Dedeksiyon işlemine katkısı olmayan bu tabakaya ölü tabaka denir. Detektörün iki önemli geometrik özelliği alanı ve kalınlığıdır. Sayım için önemli bir faktör olan geometrik verimlilik, detektör alanı arttıkça artar, ancak rezülasyonu azalır. Kalınlığı arttıkça soğurma verimliliği artar, bu defa da yük toplama

zamanı fazlalaşır. İyi rezülasyon için dedektör sığası düşük olmalıdır. 25 mm2 alanlı ve 3 mm kalınlığında bir dedektörün sığası 1,5 pF'tan daha küçüktür.

Gazlı sayıcılar ile yarıiletken dedektörler arasındaki en büyük fark, bir yük taşıyıcı çifti oluşturmak için gerekli ortalama enerjidir. Gazlı dedektörler için bu yaklaşık 30 eV, yarıiletken dedektörler için ise yaklaşık 3 eV'tur. Bu değerlerden yarıiletken dedektörlerde oluşan spektrumların çok daha az istatistiksel genişlemeyle piklere sahip olacağını söyleyebiliriz (Debertin ve Helmer, 1988).

# 2.1.2. Yarıiletken Dedektörlerin Fiziksel Özellikleri

Silisyum ve germanyum gibi yarıiletken malzemelerin bir tek kristalinde tanımlanan atomik elektron durumları, bütün olarak kristalin karakteristiği olan enerji bantlarına genişletilebilir. Herhangi bir uyarma yokken, en dış yörüngede bulunan elektronlar valans bandı olarak adlandırılan bir enerji bandında bulunurlar. Sonraki daha yüksek durum, yasak enerji aralığı olarak bilinen bir enerjiyle valans bandından ayrılan iletim bandına bağlıdır. Eğer safsızlıklar mevcut değilse, yasak enerji aralığı izin verilmeyen enerji durumlarını içermez. Bir elektron, en az yasak bant aralığınınkine eşit olan bir enerjinin ona verilmesiyle, valans bandından iletim bandına geçebilir. İletim bandındaki elektron, uygulanan dış elektrik alanın etkisi altında hareket etmek için serbesttir ve bir elektrotta toplanabilir. Elektronun uyarılmasından kaynaklanan valans bandındaki boşluk veya delik, elektronun yönüne zıt yönde uygulanan elektrik alanının yardımıyla hareket eder. Elektronların ve deliklerin hareket mekanizmaları farklı olduğu için, kristalin içinde hareket eden iki yükün hızı (mobiliteleri) farklı olacaktır.

Bir foton kristalle etkileştiğinde, valans bandında bulunan elektronlar gelen fotonlarla etkileşerek iletim bandına uyarılırlar. Bu birincil elektronlar, eğer yeterince enerjik ise, ilave ikincil elektronlar oluşabilir. Bu ardaşık işlemler boyunca birincil elektron enerjisi, aygıtın elektrotlarında toplanmak için serbest olan birçok elektron-delik çifti üretiminde tüketilir. Bu yükü toplamak için yaklaşık 1000 V/cm'lik bir elektrik alan gereklidir. Her bir dedektör için farklı bir besleme voltajı olabilir. Bu voltaj, bir voltaj düşmesi ihtimalini minimize etmede yeterince küçük, iyi bir yük toplanması ve dolayısıyla iyi bir pik şekillenimini sağlamak için yeterince büyük seçilir.

Pratikte yarıiletken materyal kristal kusursuz veya safsızlıklardan yoksun olmadığından foton dedektörünün işlemesi daha karışıktır. Bor, aliminyum, galyum veya

indiyum gibi üç değerlikli elektronlarla safsızlığın bir etkisi, kristal yapının içine serbest deliklerin girmesidir. Bunlar elektronları alabildiğinden akseptör (alıcı) safsızlıkları olarak adlandırılır. Benzer şekilde, fosfor, arsenik, antimon gibi beş değerlikli elektronlarla safsızlıklar serbest elektronları yapıya sokar. Bunlar elektron verebildiğinden donor (verici) safsızlığı olarak adlandırılır.

Böyle bir kristale uygulanan elektrik alanı, bu deliklerin veya elektronların varlığına dayanan bir elektrik akımıyla sonuçlanır. Bu akımdaki istatistiksel değişmeler, foton etkileşmeleri için pulsların dedekte edilebildiği seviyenin altında bir gürültü seviyesine neden olur. Yarı iletken dedektörler ilk üretildiği zamanlarda, akseptör safsızlıklarının varlığından dolayı meydana gelen gürültü seviyesi herhangi bir fotondan meydana gelen pulsları görülmesini tamamen engelleyebilirdi. Bu kararlı durum akımını kabul edilebilir bir seviyeye indirgemek için kristalin içinde serbest yük taşıyıcılarından yoksun bir intirinsik bölge oluşturmak gerekliydi. Bu germanyum materyaline lityum iyonlarının sürüklenmesiyle yapıldı. Lityum p-tipi kristalin üst yüzeyine bırakıldı ve germanyum kristalinin hacminin tamamına sürüklendi. Arayer donor safsızlığı olan lityum, bir intirinsik bölge oluşturmasıyla akseptör safsızlıklarını dengeleyecektir. Bu Ge(Li) dedektörü olarak adlandırılır. Bu tipin bir düzlem dedektörünün yapısı Şekil 10'da gösterilmektedir. Üst yüzeydeki fazla lityum bir elektrik kontağı gibi görev yapan n<sup>+</sup> tabaka ile sonuçlanır ve karşı yüzeyde dengelenmemiş ince bir tabaka kalır. Böyle bir dedektörde lityum önemli ölçüde oda sıcaklığında sürüklenmeye devam edecektir. Dedektörün bu özelliğinden dolayı, nakliyede dahil olmak üzere, daima soğuk (genellikle sıvı azot sıcaklığı) saklanmalıdır.



Şekil 10. Düzlem Ge(Li) dedektör

Yeterince saf germanyum materyali için arzulanan intirinsik bölge direkt olarak da oluşturulabilir. Bu yapı p-tipi germanyumun bir yüzeyine lityum buharlaştırılmasıyla elde edilir ve kısa bir mesafe zaman periyodu için germanyumun içine difüz edilmesine izin verilir. Bu n<sup>+</sup>-p kavşağına uygulanan bir ters besleme, bir intirinsik bölge oluşturmak için her iki yüzeydeki kavşaktan çoğunluk taşıyıcılarını iter. Serbest taşıyıcıların gerileme işlemi, yüklü atomlar tarafından indüklenen elektrostatik alanın uygulanan dış elektrik potansiyelden kaynaklanan alanı dengeleyene kadar kavşağın her iki tarafında da devam eder. Elektron-delik çiftinin oluşturduğu bölgenin (deplasyon bölgesi) kalınlığı uygulanan alan ve materyaldeki safsızlık konsantrasyonuyla ilgilidir. Şekil 11'de gösterilen bu dedektör, intirinsik veya yüksek saflıkta Ge dedektörü olarak adlandırılır. Ge(Li) dedektörlerinin aksine oda sıcaklığında saklanabilir ve taşınabilir.



Şekil 11. Düzlem p-tipi yüksek saflıkta Ge dedektör

Foton etkileşmeleriyle iletim bandına uyarılan elektronlara ilave olarak, burada termal olarak uyarılan elektronlarda vardır. Uyarmanın bu şekli istatistiksel gürültü (temel sayma) meydana getirir. Bu gürültüyü azaltmak için yarıiletken foton dedektörleri düşük sıcaklıklarda çalıştırılmalıdır. Bu işlemin mümkün olduğu en yüksek sıcaklık, kristal safsızlıklarının ve kusurlarının çokluğu ve tipine bağlıdır ve pratik işlem sıcaklığı sıvı azot sıcaklığıdır (Debertin ve Helmer, 1988).

#### 2.2. Rezolüsyon (Ayırma Gücü)

Dedektörün ayırma gücünü veya pik genişliğini (FWHM) etkileyen faktörler şunlardır:

- a) Yük oluşma işleminin istatistiği
- b) Her bir dedektörün kendisine ait özellikler ve buna ek olarak yük toplama işleminin tamamlanabilirliği
- c) Elektronik gürültü

Pik genişliğine yük oluşma işleminin istatistiğinden gelen katkı her bir dedektör materyaline özgüdür. Tek kristal germanyumda bant genişliği 77 K'de 0,67 eV'tur.

Ge kristalinde serbest elektron-delik çifti oluşturmak için e =2,96 eV'luk bir ortalama enerji gerekmektedir. Bu Si için e=3,76 eV'tur. Ekstra enerji örgü fononlarının oluşumunda harcanır. Burada çiftlerin ortalama sayısı N= $E_{\gamma}/e$  olsa da farklı uyarma tipleri arasındaki foton enerjisinin bölünmesi, çiftlerin sayısında bir istatistik dağılıma neden olur. Böylece pulsların genliklerinin istatistiksel bir dağılımı dedektör hacminde tamamen soğurulan tek enerjili foton grupları tarafından üretilir. Eğer her bir çift bağımsız olarak oluşturulursa, Poisson istatistiği uygulanabilir ve N'nin dağılımının standart sapması N<sup>1/2</sup> olur. Buna karşın elektron-delik çiftlerinin oluşumunun istatistiği Poisson değildir. Fano tarafından sunulan teoriye göre çiftlerin sayısında gözlenen ortalama karekök sapma (F.N)<sup>1/2</sup> olarak tanımlanır. Burada F Fano faktörüdür. Bu ifadeden gözlenen pik genişliğine katkı aşağıdaki gibi olur.

$$w_i = 2,355(F.E_{\gamma}.e)^{1/2}$$
 (2.1)

Fano faktörü her bir dedektör materyali için ölçülmelidir ve bu faktör materyalin kendine has bir özelliğidir. Germanyum ve silisyum için Fano faktörü sırasıyla 0,06 ve 0,08'dir. Yarıiletken dedektörlerin iyi rezolüsyonu F'nin değerinin 1'den küçük olması gerçeğine direkt olarak bağlıdır. Pik genişliğine bu katkı  $E_{\gamma}^{1/2}$  ile artar. Pik genişliğine bir sonraki katkı birincil olarak yük taşıyıcılarının kaybına bağlıdır ve her bir dedektörün karakteristiğidir. Serbest elektronlar ve deliklerin eksik toplanmasından sorumlu olan en önemli işlem yük tuzaklanmasıdır. Bir yük taşıyıcı, safsızlıklar ve kristal kusurlarıyla enerji aralığına giren durumların birine yakalandığında tuzaklanma meydana gelir ve ayrıca uyarma tuzaklanmış yükün serbest kalması için gereklidir ve böylece yükün toplanmasına izin verir. Aynı zamanda bir yük taşıyıcısının tuzaklanması, tuzak durumun enerjisinin, kristal ve standart soğutma metodunun karakteristiği ile sabittir. Elektrik alan ise besleme voltajı ile ilgilidir ve besleme voltajı ayarlanabilir bir büyüklüktür. Artan voltaj yük toplamayı iyileştirdiğinden, dedektör normal olarak maksimum voltaj yakınlarına ayarlanabilir. Yük taşıyıcılarının her bir tipinin yakalanabildiği, hem akseptör hem de donor tuzakları kristalin içinde mevcuttur.

Toplam pik genişliğinin karesi

$$w^2 = w_i^2 + w_x^2 + w_e^2$$
(2.2)

ile ifade edilir. Burada  $w_i$  her bir dedektör materyaline özgü olan ve yük oluşma istatistiğinden gelen katkıdır.  $w_x$  tuzaklanma gibi dedektör etkilerinden gelen katkıdır.  $w_e$  elektronik devrelerden gelen katkıdır.

Dedektörün rezolüsyonu R,

$$R = \frac{W}{V} \tag{2.3}$$

şeklinde verilir. Bu bağıntıda W yarı maksimumdaki puls genişliği ve V ise ortalama genişliktir. Şekil 12'de W ve V değerleri görünmektedir.



Şekil 12. Dedektörlerin ayırma güçleri (Karabulut, 2015)

Pikin yarı maksimumdaki tam genişliği (FWHM) ise şu şeklinde verilmektedir:

$$FWHM = W_x E \tag{2.4}$$

Rezülosyonu en iyi olan dedektörler yarı iletken dedektörlerdir. Yarı iletken dedektörlerde en fazla Si ve Ge dedektörleri kullanılmaktadır.

Yapılan bu çalışmada, karakteristik X-ışınlarının şiddetleri ölçülmektedir. İncelenen element ve bileşiklerine ait spektrumlar Ultra-LEGe dedektörleri ve buna bağlı elektronik sistem kullanılarak elde edilmiştir. Ultra-LEGe dedektörleri, yaklaşık 200 eV'tan 500-600 eV'a kadar olan enerji bölgesini içine almaktadır. Dedektörün iki önemli özelliği alanı ve kalınlığıdır. Sayım için önemli bir faktör olan geometrik verimlilik, dedektör alanı arttıkça artar. Kullandığımız sayacın aktif alanı 30mm<sup>2</sup> ve kalınlığı 5 mm'dir. Dedektör, en uygun ayırma gücü elde etmek ve gürültüyü azaltmak için sıvı azot sıcaklığında (-196 <sup>0</sup>C) tutulmalıdır. Bunun için dedektör, 30 lt sıvı azot alabilecek bir devar kabına yerleştirilmiştir. Dedektör, dış ortamdan gelebilecek yüzey kirlenmesini önlemek için 30 micron kalınlığında berilyum pencere ile koruma altına alınmıştır.

E enerjili bir foton sayacın aktif bölgesine düştüğünde germanyum atomlarını iyonlaştırır. Foton, enerjisinin tamamını fotoelektronlara verir. Fotoelektron, enerjisi bitinceye kadar yolu boyunca elektron-boşluk çifti meydana getirerek dedektör içinde hareket eder.

Ultra-LEGe dedektöre yaklaşık 500 Volt'luk ters besleme potansiyeli uygulanır. Meydana gelen elektrik alan, fotonların oluşturduğu elektron-boşluk çiftlerini toplar. Ters beslemeden dolayı elektronlar n-tipi bölgeye, boşluklar ise p-tipi bölgeye yönelirler.

p-tipi ve n-tipi bölgelerde elektrik alan vasıtasıyla toplanan yükler, akım pulsundan potansiyel pulsuna dönüştürülür. Deney sisteminde kullanılan elektronik sistem vasıtasıyla potansiyel pulsu, puls yükseklik analizöründe enerjisine karşılık gelen kanala yerleştirilir. Dedektör, Şekil 13'de görüldüğü gibi sıvı azot kabının içine bağlanmış olan bir vakum odasına monte edilmiştir. Böylece dedektörün hassas yüzeyi rutubetten ve diğer kirleticilerden korunmuştur (Debertin ve Helmer, 1988; Ertuğral, 2004).



Şekil 13. Dedektör ve bölümleri

#### 2.3. Sayma Sistemi

Bir dedektör, ön yükseltici, analog sayısal dönüştürücü, puls yükseklik analizörü, osiloskop ve bir yüksek voltaj kaynağı sayma sistemini oluşturmaktadır. Şekil 14 sayma sisteminin şematik gösterimini vermektedir.



Şekil 14. X- ışınları fluoresans ölçüm sistemi diyagramı

# 2.3.1. Yüksek Voltaj Kaynağı

Yüksek voltaj kaynağı, dedektörün çalışması için gerekli olan negatif veya pozitif voltajı sağlar. Dedektörlerin birçoğu yüksek pozitif voltaja gereksinim duyar. Yüksek voltaj kaynağı, giriş voltajının değişebilmesine rağmen çıkış voltajının çok az değişeceği bir biçimde ayarlanır (Tsoulfanidis, 1995).

# 2.3.2. Ön Yükseltici

Sayma sisteminde kullanılan ön yükselticilerin ana görevi, dedektör çıkışı ile sayma sisteminin diğer bileşenleri arasındaki bağlantıyı en iyi seviyede tutmaktır. Bunun yanı sıra ön yükseltici elektronik gürültüyü minumuma indirmek içinde kullanılır.

Detektörden çıkan milivolt mertebesindeki sinyal çok küçük ve zayıftır bunun için sinyal kaydedilmeden önce ön yükseltici kullanarak yeterli büyüklüğe getirilmelidir. Herhangi bir sinyalin bir kablo içinde iletimi, sinyalin belirli bir miktarda azalmasına neden olur. Deektör çıkışındaki sinyal ne kadar zayıf olursa, iletişime etki eden elektronik gürültüde kaybolabilir. Elektronik gürültüde sinyalin kaybolmasını önlemek için ön yükseltici mümkün olduğu kadar dedektörün yakınlarına yerleştirilir. Bundan dolayı ön yükselticinin girişi dedektör ile aynı şekilde soğutulur.

Ön yükseltici sinyale şekil verir yani dedektörden gelen yük pulsunu voltaj pulsuna dönüştürür ve yükseltici ile dedektörün empedansını eşleyerek sinyalin zayıflamasını azaltır (Tsoulfanidis, 1995).

#### 2.3.3. Yükseltici

Bir yükselticinin temel olarak iki ana görevi vardır. Bunlar;

- a) Ön yükselticinin çıkış puls genliklerini ayırt ederek sayılma için uygun seviyelerine yükseltmek.
- b) Pulsları, puls genliği ve X-ışını fotonu arasındaki orantılı ilişkiyi tamamen sürdürerek işleme uygun bir biçime getirmek.

Modern sistemlerde maksimum çıkış pulsunun genliği 2 V'tan 10V'a kadar değişir. Çoğu amplifikatör hem unipolar çıkış (yani, sinyalin ilk kısmı tamamen pozitif veya tamamen negatiftir) hem de bipolar çıkış (yani, sinyal hem pozitif hemde negatif bileşene sahiptir) ile donatılmıştır. En iyi sinyal-gürültü (signal-to-noise) oranını elde etmek için, yükselticinin unipolar çıkışı seçilir. Kullanıcının bilerek seçmesi gereken başka bir yükseltici denetimi puls genişliğini belirleyen ''shaping time'' sabitidir. Bir spektrumdaki pikler için en iyi rezülasyon genellikle sistem daha uzun bir zaman üzerinden gürültünün ortalamasını alabileceği için daha uzun zaman sabitiyle elde edilebilir. Bununla birlikte, daha uzun zaman sabitleri daha fazla rasgele toplanmaya da neden olur. Bundan dolayı, eğer sistem 2.000 s<sup>-1</sup>'lik sayma hızlarında çalıştırılacaksa daha kısa zaman sabitleri kullanılabilir.

## 2.3.4. Analog Dijital Dönüştürücü

Analog sayısal dönüştürücünün (ADC) amacı yükselticiden gelen analog pulsu, onun genliği ile ve dolayısıyla X-ışını fotonunun enerjisiyle orantılı bir tam sayıya çevirmektir. Bu işlemede analogu sayısala dönüştürme işlemi denir. Sayılmış olan her bir puls yüksekliği kadar sayı analizörün hafızasında biriktirilir. Sonuçta bu bilinen bir enerji spektrumu olarak ekrana aktarılır.

# 2.3.5. Çok Kanallı Analizör (MCA)

Çok kanallı analizör sayısal hale getirilmiş pulsları kanallara yerleştirir ve bilgisayar hafızasına kaydeder. Esasında, her bir kanal depolama yapmak için kullanılan bir kutudur ve X-ışını spektrumunda kesin olarak kalibre edilmiş sayısal enerji aralığı olan bir enerji aralığına düşen pulsları sayar. Kalibrasyon işlemi standart kaynaklar kullanılarak ölçüme başlamadan önce yapılır.

#### 2.4. Dedektör Verimi

Enerji ayrımlı X-ışını fluoresans sistemi ile yapılan çalışmalarda dedektör veriminin bilinmesi gerekir. Dedektör verimi, dedektörde sayılabilir büyüklükte puls üreten fotonların sayısının, dedektöre gelen fotonların sayısına oranı ya da dedektörde sayılabilir büyüklükte puls üreten fotonların yüzdesi olarak tanımlanır.

Dedektör verimliliğinin tayini için kalibre edilmiş kaynaklara ihtiyaç vardır. Bu kaynakların bozunmalarında foton yayımlama ihtimali değerleri bilinmelidir. Dedektör verimliliğini etkileyen faktörleri kolimatör faktörü, dedektör maddesi, dedektörün hassas bölgesi, imalat faktörü ve kıyılardan kaçmalar şeklinde sıralayabiliriz.

# 2.4.1. Dedektör Verimliliğinin Ölçülmesi

Dedektör veriminin tayini için genellikle nokta kaynaklar kullanılır. Kaynağın şekli farklı olduğunda, kaynaktan homojen olarak foton yayımlanmayacağı için bu durum dedektörün verimini etkiler. Bu yüzden kaynağın en çok fotonları yaydığı bölgesi dedektörün ortasına gelecek şekilde yerleştirilmeli ve kaynak sabitleştirilmelidir.

Bir dedektörün bir enerjideki verimi, dedektörden sabit bir uzaklıkta bulunan standart kaynaktan birim zamanda dedektöre gelen ve sayılan fotonların sayısı bilinerek tayin edilebilir. Bu şekilde elde edilen verim bütün geometri ve soğurma faktörlerini içine almaktadır.Kullanılan kaynağın verim tayini yapılırken şiddet (I);

$$I = I_0 \exp(-\lambda t) \tag{2.5}$$

bağıntısı ile bulunur. Burada  $I_0$  kaynağın şiddeti,  $\lambda$  bozunma sabiti ve t ise kaynağın imalatından ölçüm alıncaya kadar geçen süredir. Kaynaktan çıkan fotonlar farklı enerjilerde ise yayımlanan fotonların her enerjideki yayımlanma oranı tespit edilmelidir. Tespit edilen enerjideki yayımlanan foton sayısı ( $I_{Ex}$ ),

$$I_{Ex} = [I_0 \exp(-\lambda t)]. W_{Ex}$$
(2.6)

bağıntısıyla verilmektedir. Burada  $W_{E_x}$ ,  $E_x$  enerjisinde yayımlanan fotonların kesridir. (2.5) denkleminden bulunan şiddet, 360°'lik geometrik sayımda olduğundan dedektörün bu enerjideki verimi

$$E_{fEx} = \frac{I_d}{I_{Ex}}$$
(2.7)

eşitliği ile verilir. Bu eşitlikte  $I_d$ , dedektörün ilgili enerjide saydığı fotonların sayısıdır. Deneysel olarak E enerjisindeki fotopik verimliliği şu bağıntıyla hesaplanabilir:

$$\varepsilon(E) = \frac{4\Pi N_E}{\Omega_0 T R P_E}$$
(2.8)

Burada N<sub>E</sub>, T zamanı içinde dedektörde sayılan fotonların sayısı, R ve P<sub>E</sub> ise sırasıyla kaynağın bozunma hızı ve E enerjili fotonun kaynaktan yayımlanma olasılığıdır. Sayma için etkin katı açı  $\Omega_0$  ise,

$$\Omega_0 = \frac{\pi r^2}{(d+Z)^2}$$
(2.9)

denklemiyle verilebilir. Mutlak verimlilik tayininde katı açı düzeltmesi yoktur ve bu yüzden mutlak verimlilik

$$\varepsilon(E) = \frac{N_E}{TRP_E}$$
(2.10)

biçiminde yazılabilir.

Bağıl verimliliğin tayini, kaynaktan gelebilecek hataları ortadan kaldırmak için daha uygun yöntemdir. Dedektör yapısının bozulması, dedektör verimini zamanla değiştireceği de dikkate alınmalıdır. Ultra-LEGe dedektörünün verimlilik eğrisinin tayini yapılırken aşağıdaki sınıflandırma yapılabilir.

- a) Mutlak verimlilik: Sayaçta sayılan fotonların, radyoizotop kaynak tarafından tüm doğrultularda yayımlanan fotonlara oranıdır ve kaynak sayaç uzaklığına bağlıdır.
- b) İntrinsik verimlilik: Sayacın intrinsik bölgesinde sayılan fotonların, bu bölgeye gelen fotonların sayısına oranıdır.
- c) Bağıl verimlilik: Herhangi bir enerjideki sayaç verimliliğinin diğer enerjilerdeki sayaç verimliliğine oranı olarak tanımlanır.
- d) Fotopik (Sayma) verimliliği: Sayaçta, ilgili enerjide sayılabilir büyüklükte puls meydana gelme ihtimaliyetidir.
- e) Radyal verimlilik: Herhangi bir enerjide sayaç verimliliğinin sayaç yarıçapına bağlı olarak değişimini ifade eder (Ertuğral, 2004).

#### 2.4.2. $I_0 G \varepsilon$ 'nin Tayini

Sayılan karakteristik X-ışını şiddeti, uyarıcı radyasyonun şiddetine, geometrik faktörüne, X-ışınlarının sayıldığı dedektörün verimliliğine, elementin miktarına, numune ve hava içerisindeki soğurma faktörüne ve ilgili elementin tesir kesitine bağlıdır. Böylece;

$$\mathbf{N} = \mathbf{I}_0 \cdot \mathbf{G} \cdot \boldsymbol{\varepsilon} \cdot \mathbf{m}_i \cdot \boldsymbol{\beta} \cdot \boldsymbol{\sigma} \tag{2.11}$$

yazılabilir. Bu eşitlikte N, birim zamanda ölçülen karakteristik X-ışınlarının şiddeti, I<sub>0</sub> birim zamanda numuneye gelen foton şiddeti (uyarıcı radyasyon şiddeti), G kaynaknumune ve numune-dedektör kompozisyonuna bağlı geometrik faktör,  $\varepsilon$  X-ışınları enerjisindeki dedektör verimi,  $\sigma$  fotoelektrik tesir kesiti ve  $\beta$  soğurma düzeltmesi faktörüdür. m<sub>i</sub> ise numune içindeki analitik madde miktarı olup,

$$m_i = m.w_i$$
 (2.12)

eşitliğinden hesaplanmaktadır. Burada m, numunenin toplam kütlesini, w<sub>i</sub> ise analitin yoğunluğunu temsil etmektedir.

 $I_0G\varepsilon$  değeri çeşitli aralıktaki elementlerin uyarılması sonucu elde edilen bu elementlere ait karakteristik K X-ışınları yardımıyla ölçülmüştür. Deney süresince  $I_0G$ çarpanını sabit tutmak için geometri değiştirilmemiştir.  $I_0G\varepsilon_K$  değerinin tayininde

$$IG\varepsilon_{Ki} = \frac{N_{Ki}}{\beta_{Ki}.m_{i}.\sigma_{Ki}} \qquad [i = \alpha, \beta]$$
(2.13)

ifadesinden yararlanılmıştır.  $\sigma_{Ki}$  tesir kesiti ise;

$$\sigma_{\mathbf{K}_{i}} = \sigma_{\mathbf{K}} \cdot \omega_{\mathbf{K}} \cdot \mathbf{f}_{\mathbf{K}_{i}} \tag{2.14}$$

eşitliğine göre teorik olarak hesaplanmıştır. Bu eşitlikte  $\sigma_K$ , K tabakasına ait fotoelektrik tesir kesiti olup Scofield'in (Scofield, 1973) tablosundan alınmıştır.  $\omega_{K_i}$ , K tabakası için floresans verim olup Krause'nin (Krause, 1979) tablosundan ve  $f_{K_i}$  (i= $\alpha$ ,  $\beta$ ) ise K tabakasından yayımlanan K<sub> $\alpha$ </sub> veya K<sub> $\beta$ </sub> X-ışını ihtimaliyetleri olup Broll'un makalesinden alınmıştır (Broll, 1986).

# 2.4.3. Ultra-LEGe Dedektörün Verim Eğrisinin Tayini

Deney geometrisi ile birlikte dedektör verimi de değiştiğinden dolayı her deneysel çalışma için dedektör veriminin belirlenmesi gerekir. Dedektör verimi belirlendikten sonra, dedektör verimi yardımıyla şiddet oranları, floresans tesir kesitleri ve floresans verimlerin değerleri bulunur.

Yapılan bu çalışmada 59.5 keV enerjili foton yayımlayan <sup>241</sup>Am radyoaktif halka kaynağı için dedektör verimi I<sub>0</sub>Gɛ, değerlerinin ortalama karakteristik K X-ışınları enerjilerine karşı elde edilen veriler Tablo 3'de bu veriler ile elde edilen grafik Şekil 15'de verilmektedir.

	$1 \lor 1 \cdot \cdot$	17		••	1	1 - 1	•
Table 4 late	decerlerinin	ĸ	enerillerine	anre	degigim	deger	OT1
1 a 0 0 0 0 a 0 0 0 0	ucechennin	IN a		2010	uceisiiii	ucech	
		·u		0			

IOGε	K <sub>α</sub>	I0Gε	K <sub>α</sub>	I <sub>0</sub> Gε	$K_{\alpha}$
4,508	7,37x10 <sup>7</sup>	9,871	1,87x10 <sup>8</sup>	22,077	1,74x10 <sup>8</sup>
5,411	1,31x10 <sup>8</sup>	11,202	1,56x10 <sup>8</sup>	23,079	1,89x10 <sup>8</sup>
7,469	1,85x10 <sup>8</sup>	11,901	3,29x10 <sup>7</sup>	25,158	2,07x10 <sup>8</sup>
8,627	1,95x10 <sup>8</sup>	15,733	9,62x10 <sup>7</sup>	27,337	2,26x10 <sup>8</sup>
9,238	$2,06x10^8$	17,427	$1,28 \times 10^{8}$	32,005	2,36x10 <sup>8</sup>

Şekilde Ge K soğurma kıyısı enerjisinden küçük olan enerjilerde verim hesabı;

$$Y = A + B_1 X + B_2 X^2 + B_3 X^3$$
(2.15)

denklemiyle ve Ge K soğurma kıyısı enerjisinden büyük enerjilerde verim hesabı

$$Y = A + B_1 X + B_2 X^2 \tag{2.16}$$

Denklemiyle sağlanmaktadır. Bu denklemlerde A, $B_1$ ,  $B_2$  ve  $B_3$  katsayıları sabit sayılardır.



Şekil 15. <sup>241</sup>Am radyoaktif kaynağı kullanılarak elde edilen  $I_0G\varepsilon$  'nin enerji ile değişimi

# 2.5. Numunelerin Hazırlanması

Bu çalışmada kullanılan alaşım numuneleri Karadeniz Teknik Üniversitesi Of Teknoloji Fakültesi öğretim üyesi Yrd. Doç. Dr. Canan AKSOY tarafından İngiltere Oxford Üniversitesi, Malzeme Mühendisliğinde üretilmiştir. Alaşım numunelerinin yüzdelik konsantrasyonları üniversitemizin Metalurji ve Malzeme Mühendisliği bölümünde SEM/EDX (Scanning Electron Microscopy/Energy Dispersive X-ray Spectroscopy) kullanılarak ölçülmüştür. Tablo 4'de K X-ışını şiddet oranları, fluoresans tesir kesiti ve fluoresans verimlerinin ölçülmesi için kullanılan numuneler ve özellikleri verilmiştir.

Kimyasal Formül	Kütlesi (gr)	Alan ( $cm^2$ )	Yüzdelik	Yüzdelik	Yüzdelik
			değer	değer	değer
			In	Sn	Bi
$Sn_{35}In_{65}Bi_6$	0,1063	0,5915	%66,3	%30,5	%3,2
$Sn_{45}In_{55}Bi_6$	0,1369	0,6237	%64,8	%29,1	%6,07
Sn <sub>65</sub> In <sub>30</sub> Bi <sub>6</sub>	0,3407	0,7654	%60,4	%34,6	%5,0
Sn <sub>20</sub> In <sub>80</sub> Bi <sub>6</sub>	0,3927	1,08	%70,3	%23,4	%6,3
Sn <sub>75</sub> In <sub>25</sub> Bi <sub>6</sub>	0,2932	0,738	%25,13	%73,03	%1,84

Tablo 4. XRF parametreleri ölçülen numunelerin özellikleri

Külçe halinde temin edilen Sn, In ve Bi elementleri yapılmak istenen alaşımın kütle oranları değerlendirilerek 300°C'de bir eritme kabında eritilerek kalıp yardımıyla yaklaşık 0.33-0.7 mm kalınlıklarında 0.9 mm çapında tablet haline getirilmiştir. (Mousavi vd., 2016)

Ölçüm için hazır hale getirilen numuneler Ultra-LEGe yarı iletken dedektör ile ölçülmüştür. Ölçümü yapılan numunelerin teorik olarak floresans tesir kesiti ve şiddet oranları hesaplanmıştır. Daha sonra bu numunelerin pik alan değerleri ve verim eğrisi kullanılarak deneysel olarak floresans tesir kesiti ve şiddet oranları hesaplanıp karşılaştırılmış elde edilen verilerden gelen farklılıklar değerlendirilmiştir.

#### 2.6. Numunelerin Kütle Azaltma Katsayıları ve Soğurma Düzeltmesi Faktörleri

Numunelerin uyarılmasıyla meydana gelen karakteristik X-ışınları numune içinden geçerken numunedeki atomlar tarafından soğurulmaktadır. Bu nedenle dedektör tarafından ölçülen X-ışını şiddeti yayımlanandan farklı olacaktır. Şiddet ölçümlerine dayanan bütün çalışmalarda bu fark, ölçülen X-ışını şiddetinin soğurma düzeltmesi faktörüne bölünmesiyle ortadan kalkmaktadır. Yayımlanan ve ölçülen X-ışını şiddeti arasında,

$$N_{\rm ölç} = N_{\rm yay} \cdot \beta \tag{2.17}$$

şeklinde bir ilişki olmalıdır. Bu eşitlikte  $\beta$ , soğurma faktörü olup enerjiye, numune atomlarına, X-ışınlarının numuneye geliş ve çıkış açıları ile numune kalınlığına bağlıdır. Dolayısıyla numuneden yayımlanan karakteristik X-ışınlarını bulmak için ölçülen X-ışını şiddeti  $\beta$  soğurma faktörüne bölünmelidir. Bu nedenle  $\beta$ 'ya soğurma düzeltmesi faktörü denir ve;

$$\beta_{(i)} = \frac{1 - \exp\left[-\left(\frac{(\mu/\rho)_{(\gamma)}}{\cos\theta_1} + \frac{(\mu/\rho)_{(i)}}{\cos\theta_2}\right)\rho D\right]}{\left(\frac{(\mu/\rho)_{(\gamma)}}{\cos\theta_1} + \frac{(\mu/\rho)_{(i)}}{\cos\theta_2}\right)\rho D} \qquad (i=K,L)$$

$$(2.18)$$

olarak verilmektedir. Bu eşitlikte, sırasıyla  $(\mu/\rho)(\gamma)$  ve  $(\mu/\rho)_{(i)}$  kaynaktan gelen radyasyon ve yayımlanan karakteristik X-ışınları için numunenin toplam kütle azaltma katsayılarıdır.  $\theta_1$  ve  $\theta_2$  sırasıyla kaynaktan gelen radyasyonun ve yayımlanan karakteristik X-ışınlarının numune yüzeyinin normali ile yaptıkları ortalama açılardır. Yaptığımız çalışmada kullanılan deney geometrisine göre  $\theta_1$  geliş açıları sabit tutularak 45<sup>0</sup> ve numuneden çıkan X-ışınlarının numune yüzeyi ile yaptığı açı 90<sup>0</sup> alınmıştır. Birim alan başına düşen madde miktarı  $\rho D$  (g/cm<sup>2</sup>) ise tartılan numune miktarının numune alanına bölünmesiyle ve

$$\mu/\rho = \sum w_i (\mu/\rho)_i \tag{2.19}$$

bağıntısı ile bulunur. Bu ifadede w<sub>i</sub>, i. elementin ağırlık yüzdesi,  $(\mu/\rho)_i$  ise i. elementin E enerjisindeki kütle azaltma katsayısıdır.

Elementlerin ilgili enerjilerindeki toplam kütle azaltma katsayılarının hesaplanmasında Berger ve Hubbel tarafından (Berger vd., 1998) geliştirilen XCOM bilgisayar programı kullanılmıştır. Bu programın veri tabanı, 1–100 GeV enerji aralığında karışım, bileşik veya herhangi bir element için tesir kesiti ve kütle azaltma katsayılarını hesaplamak için kullanılır. XCOM hem standart hem de kullanıma bağlı olarak istenilen enerjide, tesir kesiti ve kütle azaltma katsayılarını verir. Ayrıca fotoelektrik, koherent ile inkoherent saçılma ve çift oluşum gibi kısmi kütle azaltma katsayılarının hesaplanmasını da içerir.

# 2.7. Deney Geometrisi, Numunelerin Uyarılması ve Karakteristik X-ışınlarının Sayılması

Deney geometrisi, ölçümü iki şekilde etkileyebilir. Birincisi, kaynak ve dedektör arasındaki ortam bazı parçacıkları saçabilir ve soğurabilir. İkincisi kaynağın ve dedektörün şekli, boyutu, kaynak ve dedektör arasındaki uzaklık dedektöre gelecek olan parçacıkların oranını belirler (Tsoulfanidis, 1995).

Numuneler deneye hazır hale getirildikten sonra, 50 mCi'lik <sup>241</sup>Am halka kaynağından yayımlanan 59,5 keV enerjili fotonlarla uyarılmışlardır. Radyoizotop halka kaynak seçilirken, kaynağın enerjisinin, numunenin K tabakası soğurma kıyısından büyük olmasına ve aynı zamanda numuneden yayımlanan karakteristik K X-ışınlarının, spektrumun temiz bölgelerine düşmesine dikkat edilmiştir. Bu çalışmada kullanılan tüm numunelerde K X-ışını sayımları 10000 saniyelik gerçek sayma zamanı süresince yapılmıştır.

Uyarma sonucu meydana gelen karakteristik X-ışınlarının sayılmasında, yarı maksimumdaki tam genişliği (rezolüsyonu) 5,9 keV'de 150 eV olan Ultra-LEGe dedektörü kullanılmıştır. Şekil 16'da ölçümlerin alındığı X-ışınları fluoresans (EDXRF) sistemi için deney geometrisi verilmiştir.



Şekil 16. X-ışınları fluoresans (EDXRF) ölçümleri için deney geometrisi

# 2.8. K X-ışını Şiddet Oranları, Fluoresans Verimleri ve Fluoresans Tesir Kesitleri Hesaplanması

Bir elementin karakteristik X-ışını şiddeti genel olarak,

$$I = \frac{N}{\varepsilon \beta}$$
(2.20)

denklemiyle ifade edilebilir. Bu denklemde N, söz konusu olan karakteristik X-ışınına ait pikin net alanı, ε, karakteristik X-ışını enerjisinde dedektör verimi ve β aynı enerjide numuneye ait soğurma düzeltmesi faktörüdür. Denklem 2.20'de verilen şiddet ifadesinden yola çıkarak K X-ışını şiddet oranlarının deneysel olarak hesaplanmasında 2.21 denklemi kullanılmıştır.

$$\frac{I_{\kappa\beta}}{I_{\kappa\alpha}} = \frac{N_{\kappa\beta}}{N_{\kappa\alpha}} \cdot \frac{\varepsilon_{\kappa\alpha}}{\varepsilon_{\kappa\beta}} \cdot \frac{\beta_{\kappa\alpha}}{\beta_{\kappa\beta}}$$
(2.21)

Burada N<sub>Ki</sub> (i= $\alpha$ ,  $\beta$ ) karakteristik X-ışınlarının dedektörde ölçülen şiddetleridir.  $\beta_{Ki}$ (i= $\alpha$ ,  $\beta$ ) karakteristik X-ışınları için soğurma düzeltmesi faktörü olup denklem 2.18 bağıntısından hesaplanmıştır.  $\varepsilon_{Ki}$  (i= $\alpha$ ,  $\beta$ ) ise karakteristik X-ışınları için dedektör verimliliği olup I<sub>0</sub>Gɛ'nin enerjisinin bir fonksiyonu olarak elde edilen fit denkleminde ilgili enerji yerine konularak elde edilmiştir.

K tabakası floresans verim ve floresans tesir kesiti verilerinin değerlendirilmesinde,

$$\sigma_{\text{Ki}=} \sigma_{\text{K.}} \omega_{\text{K.}} f_{\text{Ki}} \qquad (i = \alpha, \beta) \qquad (2.22)$$

$$\sigma_{Ki} = \frac{N_{Ki}}{I_0 G \varepsilon_{Ki} \beta_{Ki} t_i} \qquad (i = \alpha, \beta)$$
(2.23)

$$\omega_{\rm K} = \frac{N_{\rm Ki}}{I_0 G \varepsilon_{\rm Ki} \sigma_{\rm K}^{\rm P} \beta_{\rm Ki} t_{\rm i}} = \frac{\sum \sigma_{\rm Ki}}{\sigma_{\rm K}^{\rm P}} \qquad (i = \alpha, \beta)$$
(2.24)

denklemlerinden yararlanılmıştır. Denklem 2.24'de  $\sigma_{K}^{P}$ , K tabakasına ait fotoelektrik tesir kesiti olup Scofield'in (Scofield, 1973) tablosundan alınmıştır. Denklem 2.22 bağıntısındaki  $\omega_{K}$ , K tabakası için floresans verim olup Krause'nin (Krause, 1979) tablosundan, f<sub>Ki</sub> (i=  $\alpha$ ,  $\beta$ ) K tabakasından K<sub> $\alpha$ </sub> veya K<sub> $\beta$ </sub> X-ışını yayımlanma ihtimaliyeti olup Broll'un makalesinden alınmıştır (Broll, 1986). N<sub>Ki</sub>, ilgili enerjideki piklerin net alanları; I<sub>0</sub> numuneye birim zamanda gelen foton şiddeti; G geometrik faktör;  $\varepsilon_{Ki}$ , K X-ışınlarının enerjisinde dedektör verimi;  $\beta_{Ki}$  soğurma düzeltmesi faktörü;  $\omega_K$ , K tabakasının deneysel fluoresans verimi ve t<sub>i</sub> (g.cm<sup>-1</sup>) numunenin kalınlığıdır.

# **3. BULGULAR**

#### 3.1. Numunelerin Uyarılmasıyla Elde Edilen X-ışınları ve Spektrumları

Bu çalışmada kullanılan numuneler deneye hazır hale getirildikten sonra şiddet oranları, fluoresans tesir kesitleri ve fluoresans verimlerinin hesaplanması için 59,5 keV enerjili foton yayımlayan 50 mCi'lik 241-Am radyoaktif halka kaynağından çıkan ışınlar ile numuneler uyarılmış ve sayılmıştır. Numunelerin uyarılması sonucu meydana gelen K X-ışınlarının sayılmasında, yarı maksimumdaki tam genişliği 5,9 keV'de 150 eV olan Ultra-LEGe dedektörü kullanılmıştır.

Şekil 17'de  $Sn_{35}In_{65}Bi_6$  alaşımındaki Sn ve In elementlerine ait x-ışını spektrumları gösterilmiştir.



Şekil 17.  $Sn_{35}In_{65}Bi_6$  alaşımındaki Sn ve In elementleri ait K X-ışını spektrumları

# 3.2. K X-ışını Şiddet Oranları, Fluoresans Tesir Kesitleri ve Fluoresans Verim Değerleri

Yapılan çalışmada Sn ve In elementleri ve bu elementlerin oluşturduğu bazı alaşımlar için K X-ışını şiddet oranları, fluoresans tesir kesitleri ve fluoresans verim değerleri deneysel olarak 59,5 keV enerjili foton yayımlayan 241-Am radyoaktif halka kaynağı kullanılarak ölçülmüştür.

Sn ve In elementleri ve bu elementlerin oluşturduğu bazı alaşımlar için K X-ışını şiddet oranları, fluoresans tesir kesitleri ve fluoresans verim değerleri Tablo 5, 6, 7, 8'de teorik değerleri ile karşılaştırmalı olarak verilmiştir.

Tablo 5. Sn ve In	alaşımlarının $K_{\alpha}$	tesir kesiti	değerlerinin	karşılaştırılması

Kimyasal Formül	Sn $\sigma_{K\alpha}$ Deneysel $(gr/cm^2)$	Sn $\sigma_{K\alpha}$ Teorik $(gr/cm^2)$	In $\sigma_{K\alpha}$ Deneysel $(gr/cm^2)$	In $\sigma_{K\alpha}$ Teorik $(gr/cm^2)$
$Sn_{20}In_{80}Bi_6$	3,295±0,165	3,890	3,201±0,160	3,708
$Sn_{35}In_{65}Bi_6$	3,332±0,167	3,890	3,228±0,161	3,708
Sn <sub>45</sub> In <sub>55</sub> Bi <sub>6</sub>	3,386±0,169	3,890	3,229±0,161	3,708
$Sn_{65}In_{30}Bi_6$	3,424±0,171	3,890	3,257±0,163	3,708
Sn <sub>75</sub> In <sub>25</sub> Bi <sub>6</sub>	3,468±0,173	3,890	3,271±0,164	3,708

Tablo 6. Sn ve In alaşımlarının  $K_{\beta}$  tesir kesiti değerlerinin karşılaştırılması

Kimyasal Formül	Sn $\sigma_{K\beta}$ Deneysel $(gr/cm^2)$	$\frac{\operatorname{Sn} \sigma_{K\beta}}{\operatorname{Teorik}}$ $(gr/cm^2)$	In $\sigma_{K\beta}$ Deneysel $(gr/cm^2)$	In $\sigma_{K\beta}$ Teorik $(gr/cm^2)$
$Sn_{20}In_{80}Bi_6$	0,628±0,030	0,802	0,648±0,032	0,754
Sn <sub>35</sub> In <sub>65</sub> Bi <sub>6</sub>	0,652±0,032	0,802	0,650±0,032	0,754
$Sn_{45}In_{55}Bi_6$	0,685±0,034	0,802	0,668±0,033	0,754
Sn <sub>65</sub> In <sub>30</sub> Bi <sub>6</sub>	0,714±0,035	0,802	0,695±0,034	0,754
<i>Sn</i> <sub>75</sub> <i>In</i> <sub>25</sub> <i>Bi</i> <sub>6</sub>	0,728±0,036	0,802	0,632 <u>+</u> 0,031	0,754

Kimyasal Formül	$\frac{\mathrm{Sn}}{K_{\beta}/K_{\alpha}}$ Deneysel	Sn K <sub>β</sub> /K <sub>α</sub> Teorik	In $K_{eta}/K_{lpha}$ Deneysel	In K <sub>β</sub> /K <sub>α</sub> Teorik
Sn <sub>20</sub> In <sub>80</sub> Bi <sub>6</sub>	0,1906±0,009	0,2061	0,2025±0,010	0,2027
Sn <sub>35</sub> In <sub>65</sub> Bi <sub>6</sub>	0,1956 <u>±</u> 0,009	0,2061	0,2013±0,010	0,2027
Sn <sub>45</sub> In <sub>55</sub> Bi <sub>6</sub>	0,2024±0,010	0,2061	0,2068±0,010	0,2027
Sn <sub>65</sub> In <sub>30</sub> Bi <sub>6</sub>	0,2084±0,010	0,2061	0,2133±0,011	0,2027
Sn <sub>75</sub> In <sub>25</sub> Bi <sub>6</sub>	0,2098±0,010	0,2061	0,1932±0,009	0,2027

Tablo 7. S<br/>n ve In alaşımlarının  $K_{\beta}/K_{\alpha}$  değerlerinin karşılaştırılması

Tablo 8. Sn ve In alaşımlarının fluoresans verim değerlerinin karşılaştırılması

Kimyasal Formül	Sn ω <sub>K</sub> Deneysel	Sn ω <sub>K</sub> * Teorik	In $\omega_K$ Deneysel	In ω <sub>K</sub> * Teorik
Sn <sub>20</sub> In <sub>80</sub> Bi <sub>6</sub>	0,719±0,036	0,860	0,734 <u>+</u> 0,037	0,851
Sn <sub>35</sub> In <sub>65</sub> Bi <sub>6</sub>	0,730±0,037	0,860	0,740 <u>±</u> 0,037	0,851
$Sn_{45}In_{55}Bi_6$	0,746±0,037	0,860	0,743 <u>±</u> 0,037	0,851
Sn <sub>65</sub> In <sub>30</sub> Bi <sub>6</sub>	0,758±0,038	0,860	0,754 <u>±</u> 0,038	0,851
Sn <sub>75</sub> In <sub>25</sub> Bi <sub>6</sub>	0,769±0,038	0,860	0,744 <u>+</u> 0,037	0,851

Teorik\* (Krause, 1979)

#### 4. SONUÇLAR

MRI mıknatısları ve büyük mıknatıslarda genellikle kurşun içerikli süperiletken alaşımlar kullanılmaktadır. Ancak kurşunun zehirli ve toksik yapıda olması çevreye ve insan sağlığına zarar vermektedir. Bu nedenle son zamanlarda bilim insanları kurşun içermeyen ancak kullanım değerleri en az kurşunun elektrik ve manyetik özellikleri kadar verimli olan alaşım lehimler üretmeye çalışmaktadırlar. Yapılan son çalışmalarda (Mousavi vd., 2016; Mousavi vd., 2016; Aksoy vd., 2016; Mousavi vd., 2016; Brittles vd., 2016; Brittles vd., 2015) Sn, In ve Bi alaşımlarından alternatif bir lehim alaşımı olabileceği gözlemlenmiştir. Bu tezde bu çalışmalarda kullanılan kurşun içerikli lehimlere alternatif gösterilen  $Sn_x In_y Bi_6$  alaşımlarında bulunan Sn ve In elementlerinin K tabakası fluoresans tesir kesiti ve fluoresans verimi,  $K_{\beta}/K_{\alpha}$  X-ışını şiddet oranları üzerine alaşım etkisi incelenmiştir. Elde edilen deneysel sonuçlar literatür ve referans teorik değerleri ile birlikte Tablo 5,6,7 ve 8 de verilmiştir.

K ve L kabuğu X-ışını floresans parametrelerindeki değişimlerin fiziksel açıklaması için iki ana durum ele alınmalıdır. Birincisi, bir elementin atomlarından diğer elementlerin atomlarına valans elektronları aktarımı ikincisi, bireysel metal atomları ile valans elektronlarının yeniden düzenlenmesidir (Aylıkcı, 2010))

X-ışını emisyon spektrumlarının, X-ışını yayan atomların kimyasal kombinasyonu ve fiziksel özelliklerinden etkilendiği bilinmektedir. Kimyasal bileşiklerdeki veya alaşımlardaki elementler için X-ışını fluoresans parametrelerinin değişimleri sadece valans elektronik konfigürasyonlarındaki veya yük transfer etkisindeki değişikliklerin bir sonucu olarak değil, aynı zamanda radyasyonlu geçişler, radyasyonsuz geçişler tarafından yönetildiğinden Auger, Coster-Kronig veya süper Coster-Kronig gibi radyasyonsuz geçişlerdeki değişikliklerle de açıklanabilir (Aylıkcı, 2010).

K kabuğu fluoresans parametreleri alaşımı oluşturan elementlerin konsantrasyonlarına bağlı olarak değişiklikler göstermektedir.

Tablo 5'te Sn elementinin saf metal haline göre  $K_{\alpha}$  tesir kesitlerinde  $Sn_{35}In_{65}Bi_6$ alaşımda %14,3,  $Sn_{45}In_{55}Bi_6$  alaşımında %12,9,  $Sn_{65}In_{30}Bi_6$  alaşımında %11,9,  $Sn_{20}In_{80}Bi_6$  alaşımında %15,3,  $Sn_{75}In_{25}Bi_6$  alaşımında %10,8 azalma gözlenmiştir. In elementinin saf metal haline göre  $K_{\alpha}$  tesir kesitlerinde  $Sn_{35}In_{65}Bi_6$  alaşımda %12,9,  $Sn_{45}In_{55}Bi_6$  alaşımında %12,9,  $Sn_{65}In_{30}Bi_6$  alaşımında %12,2,  $Sn_{20}In_{80}Bi_6$  alaşımında %13,6,  $Sn_{75}In_{25}Bi_6$  alaşımında %11,8 azalma gözlenmiştir.  $K_{\alpha}$  tesir kesitlerinde artan Sn konsantrasyonun Sn tesir kesiti değerini kısmen arttırırken, yine azalan In konsantrasyonun In tesir kesiti değerini kısmen arttırdığı gözlenmiştir.

Tablo 6'da Sn elementinin saf metal haline göre  $K_{\beta}$  tesir kesitlerinde  $Sn_{35}In_{65}Bi_{6}$ alaşımda %18,7,  $Sn_{45}In_{55}Bi_{6}$  alaşımında %14,6,  $Sn_{65}In_{30}Bi_{6}$  alaşımında %11,1,  $Sn_{20}In_{80}Bi_{6}$  alaşımında %21,7,  $Sn_{75}In_{25}Bi_{6}$  alaşımında %9,3 azalma gözlenmiştir. In elementinin saf metal haline göre  $K_{\beta}$  tesir kesitlerinde  $Sn_{35}In_{65}Bi_{6}$  alaşımıda %13,8,  $Sn_{45}In_{55}Bi_{6}$  alaşımında %11,4,  $Sn_{65}In_{30}Bi_{6}$  alaşımında %7,8,  $Sn_{20}In_{80}Bi_{6}$  alaşımında %14,1,  $Sn_{75}In_{25}Bi_{6}$  alaşımında %16,2 azalma gözlenmiştir.  $K_{\alpha}$  tesir kesitlerinde olduğu gibi  $K_{\beta}$  tesir kesitlerinde de artan Sn konsantrasyonun Sn tesir kesiti değerini arttırırken, yine azalan In konsantrasyonun In tesir kesiti değerini arttırdığı gözlenmiştir. Bunun nedeni valans durum elektronlarındaki popülasyon değişimi tekli atomun ile valans enerji seviyeleri arasındaki atomların yeniden düzenlenmesi ile açıklanabilir.

Tablo 7'de Sn elementinin saf metal haline göre  $K_{\beta}/K_{\alpha}$  X-ışını şiddet oranları  $Sn_{35}In_{65}Bi_{6}$  alaşımda %1,  $Sn_{45}In_{55}Bi_{6}$  alaşımında %0,  $Sn_{20}In_{80}Bi_{6}$  alaşımında %1 azalma gözlenmiştir ayrıca  $Sn_{65}In_{30}Bi_{6}$  alaşımında %0,  $Sn_{75}In_{25}Bi_{6}$  alaşımında %0 artış gözlenmiştir. In elementinin saf metal haline göre  $K_{\beta}/K_{\alpha}$  X-ışını şiddet oranları  $Sn_{35}In_{65}Bi_{6}$  alaşımda %0,  $Sn_{20}In_{80}Bi_{6}$  alaşımında %0,  $Sn_{75}In_{25}Bi_{6}$  alaşımında %0 azalma gözlenmiştir ayrıca  $Sn_{20}In_{80}Bi_{6}$  alaşımında %0,  $Sn_{75}In_{25}Bi_{6}$  alaşımında %0 azalma gözlenmiştir ayrıca  $Sn_{45}In_{55}Bi_{6}$  alaşımında %0,  $Sn_{65}In_{30}Bi_{6}$  alaşımında %1 artış gözlenmiştir.

 $K_{\beta}/K_{\alpha}$  X-ışını şiddet oranı,  $K_{\beta}$  tesir kesiti oranının  $K_{\alpha}$  tesir kesitine oranına olarak ifade edilmektedir. Yaptığımız çalışmada hem  $K_{\beta}$  tesir kesitinde hem de  $K_{\alpha}$  tesir kesitindeki artışa bağlı olarak şiddet oranında bir değişim görülmemiş ve bulunan sonuçlar deneysel hata oranı içinde kalmıştır.

Tablo 8'de Sn elementinin teorik  $\omega_K$  fluoresans verim değeri  $Sn_{35}In_{65}Bi_6$ alaşımında %15,1,  $Sn_{45}In_{55}Bi_6$  alaşımında %13,2,  $Sn_{20}In_{80}Bi_6$  alaşımında %16,3,  $Sn_{65}In_{30}Bi_6$  alaşımında %11,8,  $Sn_{75}In_{25}Bi_6$  alaşımında %10,6 oranında azalma gözlenmiştir. Çalışmamızda deneysel hata oranının yaklaşık olarak %6 olduğu hesaplanmıştır. Bu hata, K fluoresans parametreleri hesaplamak için kullanılan parametrelerdeki belirsizliklerin kuadratik toplamına eşittir. Bu parametrelerin nerelerden geldiği ve miktarları Tablo 9'da verilmiştir.

Tablo 9.	Deneysel	hata ka	aynağı	ve miktar	ları
----------	----------	---------	--------	-----------	------

Nicelik	Hatanın kaynağı	Hata (%)
$N(K_i)$ (i= $\alpha$ , $\beta$ )	Pik Sayımı	≤ 3
$I_0 G \varepsilon_{K_l}$	İfadede bulunan	≤ 2
	parametrelerden gelen hata	
β	Saçılan ve soğurulan foton	≤ 3
	enerjisinde soğurma düzeltme	
	hatası	
t	Numune ağırlığı ve	≤ 2
	kalınlığından gelen hatalar	

# 5. ÖNERİLER

Bu tezde Sn ve In elementlerin oluşturduğu bazı alaşımlar için Sn ve In elementlerinin K X-ışını şiddet oranları, fluoresans tesir kesitleri ve fluoresans verim değerleri deneysel olarak 59,5 keV enerjili foton yayımlayan 241-Am radyoaktif halka kaynağı kullanılarak ölçülmüş ve bu parametreler üzerine alaşım etkisi araştırılmıştır.

Aynı radyoizotop kaynak veya farklı radyoizotop kaynak kullanılarak kurşun alaşımına alternatif olarak elde edilen lehimlere başka element katkıları yapılarak hem süperiletkenlik özellikleri incelenip hem de X-ışını fluoresans parametreleri incelenebilir.

Numunelerin DTA (Diferansiyel Termal Analiz) kullanılarak faz geçiş sıcaklıkları hesaplanabilir.

SEM/EDX kullanılarak yeni üretilen numunelerin yapısal analizleri yapılabilir. Focal Mikroskop kullanılarak element dağılımı ve boşluklu yapıları incelenebilir.

# 6. KAYNAKÇA

- Aksoy, C., 2012. Bazı Elementler ve Bileşiklerin Floresans parametreleri ve FeySe1-xTex Süperiletken İnce Filmlerin Yapısal Analizi, Doktora Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon.
- Aksoy C., Mousavi T., Brittles G., Grovenor C.ve Speller S., 2016. Lead -free Solders for Superconducting Applications, <u>Ieee Transactions on Applied Superconductivity</u>, 26, 1-1
- Apaydın, G., 2006. 65 ≤Z ≤92 Bölgesinde Bazı Elementlerin K ve L X-ışını Floresans Parametrelerinin Ölçülmesi, Doktora Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon.
- Apaydın, G., 2002. 69 ≤ Z ≤ 92 Bölgesindeki Bazı Elementlerin M Kabuğuna Ait Tesir Kesitlerinin, Ortalama Floresans Verimlerinin Ve Diferansiyel Tesir Kesitlerinin Ölçülmesi, Yüksek Lisans Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon.
- Aylikci, N. K., Tıraşoğlu, E., Karahan, İ.H., Aylikci, V., Eskil, M. ve Bakkaloğlu, Ö. F., 2009. Influence of alloying effect on X-ray fluorescence parameters of Co and Cu in CuCoAg alloy films, <u>Chemical Physics Letters</u>, 475, 135-140.
- Aylıkcı, N.K., Tıraşoğlu E., Karahan İ.H., Aylıkcı V., Cengiz E. ve Apaydın G., 2010. Alloying effect on K shell X-ray fluorescence parameters and radiative Auger ratios of Co and Zn in  $Zn_xCo_{1-x}$  alloys, <u>Chemical Physics Letters</u>, 484, 368-373.
- Aylikci, N. K., Tıraşoğlu, E., Karahan, İ.H., Aylikci, V., Eskil, M. ve Cengiz, E., 2010. Alloying effect on K X-ray intensity ratios, K X-ray production cross-sections and radiative Auger ratios in superolloys constitute from Al, Ni and Mo elements, <u>Chemical Physics</u>, 377, 100-108.
- Beling, J.K., Newton, J.O. ve Rose, B., 1952. The Decay of 241Am, <u>Physical Review</u>, 87, 670-671.
- Bertin, E.P., 1975. Principles and Practice of X-ray Spectrometric Analysis, Plenun press, Newyork-London
- Brittles G., Aksoy C., Grovenor C., Bradshaw T., Milward S. ve Speller S., 2016. Microstructural Properties and Magnetic Testing of Spot Welded Joints between Nb-Ti Filaments, <u>Ieee Transactions on Applied Superconductivity</u>, 16, 1-1
- Brittles G.D., Mousavi T., Grovenor C.R.M., Aksoy C. ve Speller S.C., 2016. Persistent current joints between technological superconductors, <u>Superconductor Science & Technology</u>, 28

Broll, N., 1986. Quantitative X-Ray Fluorescence Analysis, X-Ray Spect., 15, 271-285.

Brouwer, 2003. Theory of XRF, PANalytical B.V., 71.

- Brunner, G., Nagel, M., Hartman, E. ve Arndt, E., 1982. Chemical Sensitivity of the Kβ/Kα X-ray Intensity Ratio for 3d Elements, <u>At. Mol. Opt. Phys.</u>, 15, 4517-4522
- Cengiz, E., 2011. 3. Sıra Geçiş Elementi Bileşiklerinin K ve L X-Işını Floresans Parametreleri, Doktora Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon.
- Debertin, K. ve Helmer, R. G., 1988. Gamma and X-ray Spectrometry with Semiconductor Dedectors, Elsevier Science Publishes, New York, U.S.A., 1-100.
- Doğan, M., 2012. Zn ve Cr Elementlerinin Oluşturduğu Alaşımların X-ışını Fluoresans Parametreleri Üzerine Alaşım Etkisi, Yüksek Lisans Tezi, Karadeniz TeknikÜniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon.
- Ertuğral, B., 2004. K Tabakasından L Tabakasına Boşluk Geçiş İhtimaliyetinin Ölçülmesi ve Hesaplanması, Doktora Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon.
- Krause, M. O., 1979. Atomic Radiative and Radiotionless Yields for K and L Shells, <u>J.</u> <u>Phys. Chem. Ref. Data</u>, 8, 307-327.
- Mousavi T., Darby W., Aksoy C., Davies T., Grovenor C. ve Speller S., 2016. Novel Superconducting Joints for Persistent Mode Magnet Applications, Mrs Bulletin, 1, -1,
- Mousavi T., Aksoy C., Grovenor C. ve Speller S., 2016. Phase Evolution of Superconducting Sn-In-Bi Solder Alloys, Ieee Transactions on Applied Superconductivity, 99, 1-1
- Mousavi T., Aksoy C., Grovenor C.R.M. ve Speller S., 2016 Microstructure and Superconducting properties of Sn-In, Sn-In-Bi alloys as Pb- free superconducting solders, <u>Superconductor Science & Technology</u>, 015012, 29, 1-13
- Scofield, J. H., 1973. Theoretical Photoionization Cross Sections from 1 to 1500 keV, Lawrence Livermore Laboratory (UCRL), No: 513626.
- Scofield, J. H., 1974. Relativistic Hartree-Slater Values for K and L Shell X-ray Emission Rates, <u>Atom. Data and Nucl. Data</u>, 14, 121-137.
- Tertian, R. ve Claisse, F., 1982. Principles of Quantitative X-ray Fluorescence Analysis, Heyden and Son Ltd., London, UK.
- Tsoulfanidis, N., 1995. Measurement and Detection of Radiation, Taylor&Francis, London, U.K., 157-158.

- Tunalı, N. K. ve Özkar, S., 2005. Anorganik Kimya, 5. Baskı, Gazi Kitabevi Tic. Ltd. Şti., Ankara.
- Zschornack, G., 2007. Handbook of X-ray Data. Springer Berlin Heidelberg Press, Newyork.


## ÖZGEÇMİŞ

1990 yılında Gaziantep ilinin Şahinbey ilçesinde doğdu. İlkokul ve lise öğrenimi burada tamamladı. 2009 yılında Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümünü kazandı. Hazırlık senesinin ardından 2014 yılında mezun oldu. Aynı yıl Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü'nde Yüksek Lisans öğrenimine başladı.

Halen Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünün Yüksek lisans eğitimine devam edip orta derecede İngilizce bilmektedir.