

**KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

FİZİK ANABİLİM DALI

**BAZI ELEMENTLER VE BİLEŞİKLERİNİN FLORESANS PARAMETRELERİ
VE $Fe_ySe_{1-x}Te_x$ SÜPERİLETKEN İNCE FİLMLEİN YAPISAL ANALİZİ**

DOKTORA TEZİ

Canan AKSOY

HAZİRAN 2012

TRABZON

KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

FİZİK ANABİLİM DALI

**BAZI ELEMENTLER VE BİLEŞİKLERİNİN FLORESANS PARAMETRELERİ
VE $Fe_ySe_{1-x}Te_x$ SÜPERİLETKEN İNCE FİLMLEİN YAPISAL ANALİZİ**

Fizikçi Canan AKSOY

**Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünde
"DOKTOR (FİZİK)"
Unvanı Verilmesi İçin Kabul Edilen Tezdir.**

**Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 15.05.2012
Tezin Savunma Tarihi : 19.06.2012**

Tez Danışmanı : Prof. Dr. Engin TIRAŞOĞLU

Trabzon 2012

Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Ana Bilim Dalında

Canan AKSOY tarafından hazırlanan

**BAZI ELEMENTLER VE BİLEŞİKLERİNİN FLORESANS PARAMETRELERİ
VE Fe_ySe_{1-x}Te_x SÜPERİLETKEN İNCE FİLMLEİN YAPISAL ANALİZİ**

**başlıklı bu çalışma, Enstitü Yönetim Kurulunun 22 / 05 / 2012 gün ve 1457 sayılı
kararıyla oluşturulan jüri tarafından yapılan sınavda**

DOKTORA TEZİ

olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

Başkan : Prof. Dr. Süleyman ÖZÇELİK

Üye : Prof. Dr. Engin TIRAŞOĞLU

Üye : Prof. Dr. Halit KANTEKİN

Üye : Prof. Dr. Ekrem YANMAZ

Üye : Doç. Dr. Gökhan APAYDIN

Prof. Dr. Sadettin KORKMAZ

Enstitü Müdürü

ÖNSÖZ

Doktora tezi olarak sunduğum ‘Bazı Element, Bileşik ve Demir Tabanlı Süper iletken İnce Filmlerin Fiziksel Parametreleri’ adlı çalışmada element, bileşik ve ince filmlerin EDXRF ölçümleri Karadeniz Teknik Üniversitesi Fizik Bölümü Atom ve Molekül Fiziği laboratuvarında, ince film üretilmesi ve yüzey analizleri İngiltere Oxford Üniversitesi Malzeme Bölümü laboratuvarlarında yapılmıştır.

Doktora sürecinde, danışman hocam sayın Prof. Dr. Engin TIRAŞOĞLU’na bana sunduğu imkanlar ve cesaret verici destekleri için en içten saygı ve minnetlerimi sunarım.

Çalışmalarım boyunca bana her türlü imkanı sağlayan ve hayallerimi gerçekleştirme olanak sağlayan K.T.Ü. Fizik Anabilim Dalı Başkanı sayın Prof. Dr. Ekrem YANMAZ’a teşekkür eder saygılarımı sunarım.

K.T.Ü. Fizik Bölümünde gerekli yardımı ve ilgiyi esirgemeyen sayın Prof. Dr. Ali İhsan KOBYA’ya, ileri görüşleriyle bana yön veren Doç. Dr. Gökhan APAYDIN’a, yardımlarından ve sabrından dolayı Yrd. Doç. Dr Erhan CENGİZ’e ve yurt dışında yaptığım deneysel çalışmalarında bana yardımcı olan doktora öğrencisi, değerli arkadaşım Meltem SAYDAM ‘a teşekkürü bir borç bilirim.

Ayrıca İngiltere Oxford Üniversitesi Malzeme Bölümümü’nde bulunduğum süre içerisinde bana her konuda yardımcı olan danışmanlarım Prof. Chris M. R. GROVENOR ve Dr. Susannah SPELLER’a ve ayrıca bütün üniversite çalışanlarına, Oxford Üniversitesi’nde çalışmam için belli bir süre maddi imkan sağlayan Karadeniz Teknik Üniversitesi Erasmus koordinatörlüğüne teşekkürlerimi sunarım.

Doktora tezi olarak sunduğum bu çalışmanın gerçekleşmesinde ve doktora öğrenimimin her aşamasında değerli görüş ve yardımlarını esirgemeyen çok değerli hocalarıma ve arkadaşlarıma teşekkür ederim.

Bütün hayatım boyunca beni her zaman maddi, manevi destekleyen ve sevgileriyle bana güç veren biricik aileme sonsuz teşekkür ederim.

Canan AKSOY
Trabzon 2012

TEZ BEYANNAMESİ

Doktora tezi olarak sunduđum ‘‘Bazı Elementler ve Bileşiklerin Floresans parametreleri ve $Fe_ySe_{1-x}Te_x$ Süperiletken İnce Filmlerin Yapısal Analizi’’ başlıklı bu çalışmayı baştan sona kadar danışmanım Prof. Dr. Engin TIRAŞOĐLU’nun sorumluluđunda tamamladıđımı, verileri kendim topladıđımı, deneyleri ve analizleri ilgili laboratuarlarda yaptıđımı, başka kaynaklardan aldıđım bilgileri metinde ve kaynakçada eksiksiz olarak gösterdiđimi, çalışma sürecinde bilimsel araştırma ve etik kurallara uygun olarak davrandıđımı ve aksinin ortaya çıkması durumunda her türlü yasal sonucu kabul ettiđimi beyan ederim. 15/05/2012

Canan AKSOY

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa No</u>
ÖNSÖZ	III
TEZ BEYANNAMESİ.....	IV
İÇİNDEKİLER.....	V
ÖZET	VIII
SUMMARY	IX
ŞEKİLLER DİZİNİ	X
TABLolar DİZİNİ.....	XII
SEMBOLLER DİZİNİ	XIII
1. GENEL BİLGİLER.....	1
1.1. Giriş.....	1
1.2. γ -Işınlarının Maddeyle Etkileşmesi.....	5
1.2.1. Elektromagnetik Radyasyonun Soğurulması	6
1.2.1.1. Fotoelektrik Olayı.....	6
1.2.1.2. Çift Oluşumu	7
1.2.2. Elektron-Foton Sağanağı:.....	8
1.2.3. Elektromagnetik Radyasyonun Saçılması	9
1.2.3.1. Koherent Saçılma	9
1.2.3.2. İnkohherent Saçılma.....	9
1.2.3.3. Compton Saçılması.....	10
1.3. Karakteristik X-Işınlarının Oluşumu.....	11
1.3.1. X-ışınlarının Temel Özellikleri	11
1.3.2. X-Işınlarının Üretilmesi	13
1.4. Floresans Verim ve Coster-Kronig Geçişleri	15
1.5. Tesir Kesiti	17
1.6. Radyoizotop Kaynaklar	19
1.6.1. Gama Radyasyonu veya Gama Işını (γ) ;.....	20
1.6.2. X ışınları (Röntgen ışınları).....	20
1.6.3. Am Radyoizotop Kaynağı	22
1.7. X-Işını Kırınımı	22

1.8.	Kimyasal Etkiyi Açıklamada Kullanılan Bazı Temel Kavramlar	24
1.8.1.	Bağ Enerjisi	24
1.8.2.	Bağ Uzunlukları	25
1.8.3.	Kimyasal Bağlar ve Bağ Çeşitleri	25
1.8.4.	İyonik Bağ	25
1.8.5.	Kovalent Bağ	26
1.8.6.	Metalik Bağ	27
1.9.	Bağ Teorileri.....	27
1.9.1.	Valans Bağ Teorisi (VBT)	27
1.9.2.	Kristal Alan Teorisi (KAT)	28
1.9.3.	Ligand Alan Teorisi (LAT)	28
1.9.4.	Moleküler Orbital Teori (MOT).....	28
1.9.5.	Elektronegatiflik	29
1.9.6.	İyonlaşma Enerjisi	30
1.9.7.	Koordinasyon Sayısı.....	30
1.9.8.	Oksidasyon Sayısı	31
1.9.9.	Hibritleşme	31
2.	YAPILAN ÇALIŞMALAR	32
2.1.	İnce Film ve Üretim Teknikleri.....	32
2.1.1.	Kimyasal Banyo Depolama Yöntemi.....	34
2.1.2.	PVD (Fiziksel Buharlaştırma)	34
2.2.	$Fe_ySe_{1-x}Te_x$ Süperiletken İnce Filmlerin Üretilme Süreci.....	35
2.3.	SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu)	41
2.4.	Enerji Ayrımlı X-ışını Floresans Spektroskopisi	42
2.4.1.	Ultra-LEGe Yarıiletken Detektörü ve Çalışma Prensibi.....	44
2.4.2.	Sayma Sistemi	46
2.4.3.	Yüksek Voltaj Kaynağı	46
2.4.4.	Ön Yükseltici.....	47
2.4.5.	Analog Dijital Dönüştürücü	47
2.4.6.	Çok Kanallı Analizör.....	47
2.4.7.	Detektör Verimi.....	47
2.4.7.1.	Detektör Verimliğinin Ölçülmesi.....	48
2.5.	K ve L Kabuklarının X-Işını Üretim Tesir Kesiti Teorik Hesabı.....	50

2.6.	K ve L X-ışını Şiddet Oranı Teorik Hesabı.....	53
2.7.	Deney Geometrisi.....	53
2.8.	Kimyasal Numunelerin Hazırlanması	54
2.9.	Numunelerin Uyarılması ve Sayılması.....	55
2.10.	K ve L Kabuğu X-ışını Üretim Tesir Kesiti Deneysel Hesabı.....	59
2.11.	Soğurma Düzeltmesi Faktörü.....	60
2.12.	K ve L Kabuğu Floresans Verimi Deneysel Hesabı.....	62
2.13.	K ve L X-ışını Şiddet Oranı Deneysel Hesabı	63
3.	BULGULAR	65
3.1.	Fe _y Se _(1-x) Te _x İnce filmleri ile İlgili Bulgular	65
3.1.1.	XRD ve SEM/EDX Sonuçları	65
3.1.1.1.	Düşük Sıcaklık Direnç Ölçümleri	68
3.1.2.	Isıl İşleme Tabi Tutulan Fe _y Se _(1-x) Te _x Filmler.....	69
3.2.	Bazı Element, Bileşik ve İnce Filmler İçin Elde Edilen Fiziksel Parametreler	73
3.2.1.	Tesir Kesiti İfadesi ile İlgili Bulgular.....	73
3.2.2.	Floresans Verim İfadesi ile İlgili Bulgular	75
3.2.3.	Şiddet Oranı İfadesi ile İlgili Bulgular	77
4.	SONUÇLAR VE TARTIŞMA.....	80
5.	ÖNERİLER	85
6.	KAYNAKLAR.....	86

ÖZGEÇMİŞ

Doktora Tezi

ÖZET

BAZI ELEMENTLER VE BİLEŞİKLERİNİN FLORESANS PARAMETRELERİ VE
Fe_ySe_{1-x}Te_x SÜPERİLETKEN İNCE FİLMLEİN YAPISAL ANALİZİ

Canan AKSOY

Karadeniz Teknik Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı
Danışman: Prof. Dr. Engin TIRAŞOĞLU
2012, 95 Sayfa

Bu çalışmada Zr, Sb, Ta, W elementleri ve bu elementlere ait bazı bileşikler için K ve L kabuğuna ait X-ışını floresans tesir kesitleri, floresans verim ve şiddet oranları deneysel olarak ölçüldü. Bunun yanı sıra Radyo Frekans (RF) tekniğiyle üretilen süperiletken Fe_ySe_{1-x}Te_x ince filmlerin yüzey analizi XRD, texture XRD, SEM, direnç sıcaklık ölçümleri MPMS sistemleri, X-ışını şiddet oranları EDXRF ile ölçüldü. Numunelerin K ve L kabuğunu uyarmak için 50 mCi'lik bir ²⁴¹Am radyoaktif kaynağından yayımlanan 59.543 keV'lik gama ışınları kullanıldı. Numunelerden yayımlanan karakteristik K ve L X-ışınları, rezolüsyonu 5.9 keV'da 150 eV olan Ultra-LEGe dedektörü ile sayıldı. Elde edilen deneysel değerler, hesapladığımız teorik değerler ve literatürde mevcut teorik, yarı-deneysel ve deneysel değerler ile karşılaştırılmıştır. Bu değerler arasında gözlemlenen farklılıklar, kimyasal etkiye ve çoklu iyonizasyon etkisine göre açıklanmıştır.

Anahtar Kelimeler: Floresans Tesir Kesiti, Floresans Verim, Şiddet Oranı, Kimyasal Etki, Çoklu İyonizasyon Etkisi, RF Sputtering ve Süperiletken İnce Film

Phd. Thesis

SUMMARY

FLUORESANS PARAMETERS OF SOME ELEMENTS AND THEIR COMPOUNDS
AND STRUCTURAL ANALYSIS OF SUPERCONDUCTING $Fe_ySe_{1-x}Te_x$ THIN FILMS

Canan AKSOY

Karadeniz Technical University
The Graduate School of Natural and Applied Sciences
Physics Graduate Programme
Supervisor: Prof. Engin TIRAŞOĞLU
2012, 95 Pages

In this study, K and L X-ray production cross sections, fluorescence yields, intensity ratios were measured for the element and their compounds of Fe, Se, Zr, Sb, Ta, W and Superconducting $Fe_ySe_{1-x}Te_x$ thin films were fabricated by using Radio Frequency (RF) sputtering. Their structural properties were analysed by XRD, texture XRD, SEM, MPMS and XRF. 59.543 keV gamma photons emitted by an annular 50 mCi ^{241}Am radioactive sources were used to excite the K and L shells of the sample, respectively. The K and L X-ray emitted from the samples were counted by an Ultra-LEGe detector with a resolution of 150 eV at 5.9 keV. The obtained values were compared with theoretically calculated values and the other theoretic, semi-empirical and empirical values in the literature. The differences between these values were explained according to chemical effect and multiply ionization effect.

Key Words: Fluorescence Cross-Section, Fluorescence Yield, Intensity Ratio, Vacancy Transfer Probability, Chemical Effect, Multiply Ionization Effect, RF sputtering, superconducting thin films.

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa No

Şekil 1. Fotonların şiddetinde soğurucu madde kalınlığına bağlı olarak değişiminin şematik gösterimi.....	5
Şekil 2. X-ışını floresans ışınımı ve Auger elektronu.....	6
Şekil 3. Çift oluşumu olayının şematik gösterilmesi	8
Şekil 4. Compton saçılması'nın şematik gösterilmesi.....	10
Şekil 5. Karakteristik X-ışınlarının oluşumu	13
Şekil 6. Kabuklar arası X-ışınları geçişlerinin şematik gösterimi.	15
Şekil 7. Floresans verimin atom numarasına göre K, L, M kabuklarında fonksiyonel değişimi	16
Şekil 8. Am-241 elementinin deneysel bozunma şeması.....	22
Şekil 9. X-ışınının kırınımı	23
Şekil 10. X ışını kırınım analizörün şeması.....	24
Şekil 11. Fe _y Se _(1-x) Te _x ince filmlerin tetragonal kristal yapısı.....	36
Şekil 12. Püskürtme deneyinin şematik gösterimi.....	37
Şekil 13. Sputtering (Püskürtme) cihazı ve görünen Argon Plasma (HTS Laboratuvarı, Oxford Üniversitesi).....	38
Şekil 14. XRD Laboratuvarı	39
Şekil 15. X'pert texture XRD diyagramında 2θ, ω, ψ, φ eksenleri	39
Şekil 16. X'Pert diffractometre 'de numunenin sistem yerleştirilmesi	40
Şekil 17. X'Pert diffractometre sistemine yerleştirilen	40
Şekil 18. SEM/EDX JMS 3600 Taramalı Elektron Mikroskobu	42
Şekil 19. ED-XRF sisteminin bölümleri.....	43
Şekil 20. Yarı iletken detektörlerde p-n eklemi.....	44
Şekil 21. X-ışınları floresans (EDXRF) ölçümleri için deney geometrisi.....	54
Şekil 22. Sb elementine ait K kabuğu pikleri	56
Şekil 23. Zr elementine ait K kabuğu pikleri.....	57
Şekil 24. TaC bileşiğine ait Ta elementinin L kabuğu pikleri.....	57
Şekil 25. WCl ₆ bileşiğine ait W elementinin L kabuğu pikleri	58
Şekil 26. Fe _y Se _(1-x) Te _x ince filmlerine ait Fe elementi K kabuğu pikleri.....	58

Şekil 27. $Fe_ySe_{(1-x)}Te_x$ ince filmlerine ait Se elementi K kabuğu pikleri.....	59
Şekil 28. $Fe_ySe_{(1-x)}Te_x$ ince filmlerine ait Te elementi K kabuğu pikleri	59
Şekil 29. ^{241}Am radyoaktif kaynağı kullanılarak elde edilen I_0Ge 'nin enerji ile değişimi..	62
Şekil 30. Farklı altlıklarda 315 °C de üretilen $Fe_ySe_{(1-x)}Te_x$ ince filmlerden alınan XRD sonuçları ve altlıklara göre FeSe (001) pikindeki değişim	65
Şekil 31. (a) Farklı altlıklar için 315 °C de (101) pole- figure, (b) (101) ϕ -taraması ile (111) MgO altlık piklerinin kıyaslanması	66
Şekil 32. Sıcaklık değişimi sonucunda Te şiddetindeki değişim.....	67
Şekil 33. 315 °C'de MgO altlığı üzerine yapılan FST ince filmlerin yüzeylerindeki farklı noktalardan alınan EDX sonuçları	67
Şekil 34. 315 °C'de MgO altlığı üzerine püskürtülen FST ince filmin farklı noktalarından alınarak yapılan EDX spektrumu	68
Şekil 35. 315 °C'de ve 325 °C üretilen ince filmlerin direnç geçiş ölçümlerinin sıcaklığa bağlı olarak fonksiyonel değişimi.....	69
Şekil 36. 450 °C'de Vakum ve Argon basıncında sinterlenen numunelerin XRD ve pole-figure sonuçları.....	70
Şekil 37. Ar ve vakum basıncı altında sinterlenip ısıtılma tabi tutulan filmlerde Fe ve Te miktarı	71
Şekil 38. STO tek kristal altlık üzerine 315 °C'de püskürtme işlemi yapıldıktan sonra 350 °C de 18 dakika çember içinde ısıtılma yapılan $Fe_ySe_{(1-x)}Te_x$ ince filmindeki SEM görüntüsünde dendritik yapı	71
Şekil 39. 325 °C 'de 1 saat süreyle püskürtme yapılan ve daha sonra aynı sıcaklıkta çember içinde 18 dakika ısıtılma tabi tutulan ince filmlerdeki EDX kompozisyon haritasında Te ayrışması	72
Şekil 40. 315 °C'de 30 dakika süre ile püskürtme işlemi ve daha sonra 350 °C'de kuars tüp içinde Argon basıncında ısıtılma tabi tutulan ince filmlerde Te miktarı fazla olan dendritik yapılar	73

TABLULAR DİZİNİ

	<u>Sayfa No</u>
Tablo 1. Tablo 1. X-ışını diyagram çizgilerinin eski (Siegbahn) ve yeni (IUPAC) gösterimleri (Cengiz, 2011).	14
Tablo 2. Atom numarasına göre F_{Ki} değerleri.....	51
Tablo 3. Atom numarasına göre F_{ij} değerleri.....	53
Tablo 4. Çalışmada kullanılan numuneler ve özellikleri.....	55
Tablo 5. Şekil 38’de görülen SEM görüntüsündeki EDX nokta analizinin	72
Tablo 6. Ta ve W element ve bileşiklerine ait σ_{Li} ($i=l, \alpha, \beta, \gamma_1$ ve $\gamma_{2,3}$) üretim tesir kesiti değerleri	74
Tablo 7. Zr ve Sb elementlerine ait σ_{Ki} ($i = \alpha, \beta$) üretim tesir kesiti değerleri.....	75
Tablo 8. Zr ve Sb element ve bileşiklerinin K kabuğu floresans verim değerleri.....	76
Tablo 9. Ortalama L kabuğu floresans verim değerleri	76
Tablo 10. L_3 alt kabuğu floresans verim değerleri	77
Tablo 11. Zr ve Sb element ve bileşiklerine ait K_{β}/K_{α} Şiddet oranı değerleri	78
Tablo 12. $Fe_ySe_{(1-x)}Te_x$ ince filmlerindeki Te elementine ait K_{β}/K_{α} Şiddet oranı değerleri	78
Tablo 13. $I_{Li}/I_{L\alpha}$ ($i=l, \beta, \gamma_1$ ve $\gamma_{2,3}$) Şiddet oranı değerleri	79
Tablo 14. Deneysel hata kaynağı ve miktarları.....	84

SEMBOLLER DİZİNİ

a	: Auger olayının meydana gelme ihtimaliyeti
B_e	: Bağlanma enerjisi
c	: Işık hızı
$d\Omega$: Katı açısı
$E_{\tilde{g}}$: Bant genişliği enerjisi
E_{γ}	: Gelen foton enerjisi
$E_{\gamma'}$: Saçılan fotonun enerjisi
f_{ij}	: Coster-Kronig geçiş ihtimaliyeti
F	: Fano faktör
F_{K_i}	: K_i ($i = \alpha, \alpha_1, \alpha_2, \beta, \beta_1', \beta_2'$) X ışınlarının kısmi yayılım hızı
F_{ij}	: L X ışını emisyon hızı ($i=1, 2, 3$ ve $j=1, \alpha, \beta, \gamma_1, \gamma_{2,3}$)
$F(x, Z)$: Atomik form faktörü
G	: Geometrik faktör
h	: Planck sabiti
I	: Numuneden çıkan ışının şiddeti
I_{K_i}/I_{K_j}	: K X-ışını şiddet oranları ($i= \alpha_2, \beta_1', \beta_2'$ ve β ; $j= \alpha_1$ ve α)
$I_{L_i}/I_{L\alpha}$: L X-ışını şiddet oranları ($i = 1, \beta, \gamma_1$ ve $\gamma_{2,3}$)
I_0	: Numuneye gelen ışının şiddeti
m_i	: Numune içindeki analit madde miktarı
m_0	: Elektronun durgun kütlesi
N	: Karakteristik X-ışını şiddeti
Q	: Yük
r_e	: Klasik elektron çapı
$S(x, Z)$: İnkohorent saçılma fonksiyonu
T_c	: Compton elektronuna verilen enerji
T_{e^-}	: Elektronun kinetik enerjisi
T_{fe}	: Sökülen elektronun enerjisi
T_{e^+}	: Pozitronun kinetik enerjisi
$T_{1/2}$: Radyoizotop için yarı ömür

W	: Yarı maksimumdaki pik genişliği
ε	: Elektron-boşluk çifti oluşturmak için gerekli enerji
$\varepsilon(E)$: E enerjili bir foton için dedektör verimi
ω_i	: L_i ($i=1, 2, 3$) alt kabuk floresans verimi
ω_K	: K tabakası floresans verimi
$\overline{\omega}_L$: Ortalama L tabakası floresans verimi
μ	: Lineer soğurma katsayısı
μ/ρ	: Toplam soğurma katsayısı
ρ	: Yoğunluk (g/cm^3)
ρD	: Numune kalınlığı
ν	: Foton frekansı
λ	: Bozunma sabiti
ϕ	: Saçılma açısı
θ	: Saçılma açısı
Ω_0	: Katı açı
$\beta(E)$: E enerjisinde yayımlanan ışınlar için soğurma faktörü
σ	: Standart sapma
σ_R	: Kohorent saçılma tesir kesiti
σ_C	: İnkohorent saçılma tesir kesiti
σ_{K_i}	: K_i ($i = \alpha, \alpha_1, \alpha_2, \beta, \beta_1', \beta_2'$) üretim tesir kesiti
$\sigma_K^P(E)$: K kabuğu fotoelektrik tesir kesiti
σ_{L_i}	: L_i ($i = 1, \alpha, \beta, \gamma_1, \gamma_{2,3}$) üretim tesir kesiti
$\sigma_{L_i}^P(E)$: L_i ($i=1, 2, 3$) alt kabuk fotoelektrik tesir kesiti
$\sigma_{L_3}^x$: L_3 alt kabuk floresans tesir kesiti

Geçiş olasılıkları

Γ_i	: L_i ($i=1, 2, 3$) alt kabuğunun toplam genişliği
$\Gamma(K)$: K kabuğu toplam genişliği
Γ_A	: Işımasız seviye genişliği (Geçiş hızı)
Γ_{CK}	: Coster-Kronig seviye genişliği (Geçiş hızı)
Γ_R	: Işımalı seviye genişliği (Geçiş hızı)
$\Gamma(X_i-Y_j)$: Kısmi genişlik

1. GENEL BİLGİLER

1.1. Giriş

Nanoteknolojinin günümüzün favori bilim dallarından olması, araştırmacıları nano yapıya sahip malzemeler üretmeye ve incelemeye yöneltmiştir. Bunlar arasında nano boyutta, optik, elektrik ve manyetik özellikleri açısından bilime büyük katkı sağlayan yarı iletken ve süper iletken ince filmlerde yer almaktadır. Özellikle sıfır dirence sahip, enerji kaybını minimum düzeye indiren süper iletken ince filmler üretilebilirse, bu durum elektrik teknolojisinde yeni bir dönem başlatacaktır. Çünkü transistör süperiletken ince filmlerin üretilmesi, veri akışını ve bağlantı hızını artıracaktır (Singh, 2006).

1911 yılında H. Kamerlingh Onnes Helyumu sıvılaştırmayı başardıktan üç yıl sonra süper iletkenliği keşfetmiştir. O zamandan beri yüksek sıcaklıklarda süper iletken elde edebilmek için bir çok çalışma yapılmaktadır. Kamihara' nın (2008) demir tabanlı LaFeAsO süper iletkenini keşfinden sonra Fe tabanlı ya da demir katkılı süper iletkenler keşfedilmiştir (Rotter vd., 2008; Pitcher M, 2008; Hsu F, 2008). FeSe (11)'de bunlardan biridir. Bu ailenin en basit kristal yapıya sahip (PbO-Tipi tetragonal) süper iletkeni olması elektromagnetik özellikleri, optik özellikleri ile yapısı arasındaki ilişkinin incelenmesi açısından etkili olmuştur. Fang M. (2008) FeSe'ye Te katkısı yapılarak geçiş sıcaklığının 8K den 14 K'e kadar çıkarılabildiğini tespit etmiş ve bununla birlikte hidrostatik basıncın FeSe'nin kritik sıcaklık (Tc) değerini artırdığı hatta 8 K'den 37 K'ne kadar çıkarabildiği gözlemiştir. Buna ek olarak, Mendeleev S., (2009)'e göre atmosfer basıncının FeSe'nin kritik sıcaklığını (Tc) artırıcı etkisi olduğu düşündüğü için bu konuda ki çalışmaları devam etmektedir. Bu çalışmaların yanı sıra ortam koşullarındaki değişimin çalışılan malzemenin yapısını nasıl değiştirdiğini tespit etmek için birçok sistem kullanılmaktadır. Ama bunlardan çoğu malzemeye zarar vermektedir. Çalışmaların devamlılığını sağlamak için, hassasiyeti yüksek ve malzemenin kalitesi hakkında bilgi verebilecek sistemlere ihtiyaç duyulmaktadır. Bunlardan birisi X-Işını Floresans (XRF) sistemleridir.

X-ışını floresans spektroskopisi malzemelerin element ve elektronik yapı analizinde yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Özellikle iç kabuklarda oluşan Auger ve Coster Cronig geçişlerdeki iyonlaşma hakkında yapılan çalışmalarda kesin ve güvenilir sonuç vermesi

nedeniyle tercih edilir. Katıların ve moleküllerin sahip olduğu elementlerin kimyasal yapısı X-ışını emilim ve yayılım spektrumunu etkiler. Katıların ve çeşitli moleküllerin X-ışını spektrumlarını gözlemek için çok kapsamlı çalışmalar yapılmaktadır. X-ışını spektrometresinin yüksek rezolüsyona sahip olması ve numunelere zarar vermemesi özellikle elektronik yapı, floresans parametre ve elemental analiz çalışmalarında X-ışını detektörlerinin tercih edilmesine ve kullanılmasına sebep olmuştur. X ışını spektroskopisi, X ışınlarının madde tarafından soğurulması, saçılması ve yayınlanması esasına dayanır. Enerjisi yeterli olan, proton, elektron veya iyon demetleri atom tarafından soğurulması ve yayımlanması sürecinde iç yörüngelerden bir elektron sökülür. Bu durumda atom yeni bir oluşum sağlarken bazı kabuklarda boşluklar meydana gelir. K kabuğunda meydana gelen boşluk ya L kabuğundan geçişlerle ya da M, N, O Kabuklarından geçişlerle doldurulabilir. Geçiş durumlarına göre örneğin L kabuklarından K kabuğuna geçişler $K\alpha$, M ve N'den K kabuğuna geçişler $K\beta$ gibi sembollerle ifade edilir. Karakteristik X-ışınları her element için farklılık gösterdiğinden atomik parametre sonuçlarında da farklılık gözlenir. 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 atom ve moleküllerde elektron ve kütle yoğunluğu, kütle soğurma katsayısı azalması gibi sabitlerin elde edilmesinde ve buna benzer birçok alanda kullanılmaktadır Apaydın (2006).

K, L, M kabuğuna ait tesir kesiti, şiddet oranı ve floresans verim gibi X-ışını floresans parametreleri uzun zamandır birçok araştırmacının çalışma alanı olmuştur. Farklı detektörler, uyarıcılar ve yöntemler kullanılarak pek çok çalışma yapılmıştır. Bunlardan bazıları şöyledir: Gowda ve Sanjeevaiah (1973-1974) Cu, Zr, Ag, Sn, Ta, Au ve Pb için 279.1 ve 411.8 keV gama ışınlarını kullanarak K kabuğu fotoelektrik tesir kesiti değerlerini hesapladı. K kabuğu fotoelektrik tesir kesitleri Prakhya vd., (1986) tarafından 84.26 keV'ta Tb, Ho, Er ve Pt elementleri için HpGe detektör kullanılarak ölçüldü. Ayrıca Konishi vd., (1999) nikel içeren 32 çeşit materyalin $K\alpha$ floresans spektrumlarını incelemişler ve kimyasal yapıdaki değişimleri gözlemişlerdir. Mann vd., (1994) L kabuğuna ait X-ışını üretim tesir kesitini $57 \leq Z \leq 92$ atom numaraları arasındaki elementleri 8-50 keV' de ölçmüş ve yapılan diğer çalışmalarla kıyaslamıştır. Bazı araştırmacılar ise floresans parametreler üzerinde kimyasal etki çalışmışlardır. Atomun dış kabuklarında meydana gelen elektronik geçişler kimyasal ortamdan etkilenir ve üretilen X ışınıda numunelerin kimyasal yapısına

göre deęişiklik gösterir Jihara vd., (1990). Kimyasal etkiler valans elektronları L kabuęında bulunan hafif elementlerde daha fazladır. Yüksek atom numaralı elementlerde ise L X-ışınları üzerine kimyasal etkilerin, K X-ışınları üzerine kimyasal etkilerden daha fazla olduęu gözlenmektedir. n Bař kuantum sayısı büyüdükçe enerji seviyeleri arasındaki fark azaldığından deęerlik elektronlarının bulunduęu seviyelere yakın dięer seviyeler bu durumdan daha çok etkilenirler. Zhou vd., (2002), Ga, Ge ve Zr elementlerinin K kabuęu tesir kesitlerini elektron etkisine göre yorumladılar ve numune ölçümünde numune kalınlığının önemini ortaya koydular. Elektron etkisi ile ilgili çalıřma yapan dięer arařtırmacıardan bir kısmı; Shanker vd., (1997); Shevelko vd.; (1991), Luo Z.; (1997), An vd., (2000); Talukder vd., (2008)'dir. X-ışını üzerine kimyasal etkiler daha karmařık ve yorumlanması daha zordur. Kimyasal etki, kısmen doldurulmuş deęerlik orbitalleri ve valans elektronlarının sayısı ile ilgili olduęu için en fazla 3d grubu elementlerinde çalıřılmış ve gözlenmiştir (Brunner vd.,1982; Mukoyama vd., 1986; Arndt vd., 1982; Küçükönder vd., 1993; Chang vd., 1994; Raj vd., 1998; Raj vd., 2000; Mukoyama vd., 2000; Söğüt vd., 2002). L X-ışını floresans tesir kesiti ve L X-ışını řiddet oranlarının kimyasal etkisi üzerine deęişik metod, farklı numuneler ve farklı enerji tabakaları üzerinde çalıřmalar yapılmıştır (Küçükönder vd., 1993; Söğüt, 1995; Söğüt, 2000). Tadic (1997) yüksek sıcaklıktaki süper iletkenlerde kimyasal etkiyi spektrumlara göre yorumlamıştır. Aylıkçı' ya (2006) göre X-ışınları geçiřlerinde $L\alpha$, $L\beta$ ve $L\gamma$ X-ışınları atomun kimyasal yapısından farklı derecelerde etkilenir.

L üretim tesir kesitlerinin ve boşluk geçiř olasılıklarının üzerine kimyasal etki Cengiz vd., (2008) tarafından arařtırıldı. Sonuçlardaki sapmalar, valans elektronlarının farklı baę uzunluklarına ve baęlanma enerjilerini sahip olmasına göre yorumlandı. Bunlara ek olarak (Bhan vd., 1981; Saleh vd., 1988; Cipollo, 1999; Llovet vd., 2000; Durak ve Özdemir, 2001; Küçükönder, 2001; Ertuęrul vd., 2001; Özdemir vd., 2002; Yu vd., 2005; řahin vd., 2005; Tırařoęlu vd., 2007; Aylıkçı vd., 2009; Cengiz vd., 2010; Kup Aylıkçı vd., 2010,) K X-ışını tesir kesiti üzerine arařtırma yapmıştır. Kennedy vd., (2000), Barrea vd., (2000) ve Aksoy vd., (2012), L kabuęu floresans parametreleri üzerindeki kimyasal etkiyi Ta ve W bileřikleri için yorumlamıştır.

řimřek vd., (2002), $33 < Z < 53$ atom numaraları arasında ki elementlerin K kabuęuna ait floresans verimlerini ölçmüş ve dięer arařtırmacıaların teorik, deneysel (Al Nasr, 1987; Kumar vd. 1987; Bhan vd.,1981; Arora vd., 1981) ve yarı deneysel sonuçları ile kıyaslamışlardır. Ayrıca atom numarası ile ω_K floresans verim deęerinin arttığını da

ispatlamışlardır. Cohen vd., (1987), Ni'den Cm'ye kadar olan tüm elementlerin ortalama floresans verim değerlerini hesaplayarak Z atom numarasına bağlı bir fit denklemi elde etmiştir. L kabuğu floresans verimleri Puri vd., (2003) tarafından $25 \leq Z \leq 96$ aralığındaki elementler için rölativistik Dirac-Hartree-Slater modeline dayanan ışımali ve ışımatsız geçiş oranlarını kullanarak değerlendirmiştir. Elde edilen sonuçlar atom numarasının fonksiyonu olarak fit edilmiştir. Özdemir (2003), $55 \leq Z \leq 92$ atom aralığındaki bazı elementlerin L alt kabuk floresans verim değerlerini 59.54 keV gama ışınları ve ayırma gücü 5.9 keV'ta 188 eV olan bir Si(Li) detektör kullanarak hesaplamıştır. Literatüre bakıldığı zaman L kabuğu floresans verimi ile ilgili birçok araştırma yapılmıştır (Bambynek vd., 1974; Chen vd., 1981; Jitschin vd., 1985; Xu, 1991; Tıraşoğlu vd., 2003 Stötzel vd., 1992; Hubbell vd., 1994; Şimşek vd., 1999; Barrea vd., 2002; Söğüt vd., 2003; Campbell, 2003; Kaya ve Ertuğrul, 2003; Barrea vd., 2004; Küçükönder vd., 2004; Sharma vd., 2005; Badiger ve Bonzi, 2006; Puri ve Singh, 2006; Apaydın vd., 2008; Söğüt vd., 2009; Thakkar vd., 2006).

K X-ışınları ile ilgili olarak, K_{β}/K_{α} şiddet oranlarına kimyasal etki çalışılmış (Mukoyama vd., 1986; Arndt vd., 1982; Tıraşoğlu vd., 2005; Küçükönder vd., 1993) ve sonuçları bileşiklerin simetrisine, oksidasyon sayısına ve atomun perdeleme etkisine göre yorumlanmıştır (Mukoyama vd., 1986). Ayrıca K_{β}/K_{α} X-ışını şiddet oranlarına kimyasal etki bazı araştırmacılar tarafından incelenmiş ve sonuçlar değerlik durumundaki elektronların bağ ve konfigürasyonlarındaki değişimlere göre yorumlamışlardır (Küçükönder vd., 1993; Küçükönder vd., 1993; Küçükönder vd., 1993). Kimyasal etki, kısmen doldurulmuş değerlik orbitalleri ve valans elektronlarının sayısı ile ilgili olduğu için genellikle çalışmalar 3d gurubu elementlerinin K_{β}/K_{α} şiddet oranları üzerine yapılmıştır. Arseniğin X-ışını yayma spektrumunda çizgi şiddetlerine kimyasal bağ etkisini arseniğin çeşitli kimyasal bileşiklerini kullanılarak incelenmiştir (Kupriyanova vd., 2003). K X-ışınlarını deneysel olarak çalışan araştırmacılar numunelerini uyarmak için çeşitli metotlar kullanmışlardır. Numuneler X-ışını tüpüyle, γ -ışınlarıyla, α -parçacıklarıyla, elektronlarla, protonlarla ve ağır iyonlarla bombardıman edilerek K tabakası karakteristik X-ışınları ölçülmüştür (Söğüt, 1995).

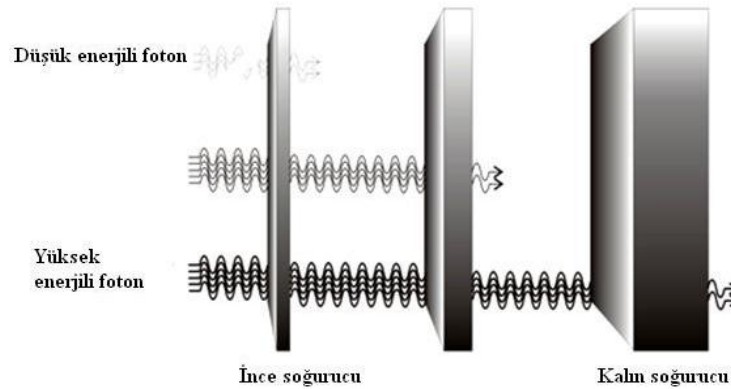
L X-ışınlarıyla ilgili olarak, Fe, Pt ve U bileşiklerinde L X-ışını şiddet oranları üzerine kimyasal etkiyi incelenmiş, sonuçlar oksidasyon sayısı, kimyasal etki ve katıhal etkisine göre yorumlanmıştır (Sawhney vd., 2000)'a göre şiddet oranları oksidasyon sayısı arttıkça artmaktadır. L_{α}/L_{β} şiddet oranlarına kimyasal etki çalışılmış, sonuçlar elementlerin

kimyasal bağ ve moleküllerin kristal yapılarına göre yorumlanmıştır (Baydaş vd., 1998). Hg, Pb ve Bi bileşiklerinde L_i/L_α X-ışını şiddet oranlarında kimyasal etki araştırılmış, elde edilen veriler kristal alan teorisi, valans elektronu konfigürasyonu ve kimyasal bağlar bakımından incelenmiştir (Tıraşoğlu vd., 2003). Bazı ağır atom numaralı elementlerde L kabuğu X-ışını şiddet oranları incelenmiş ve teorik değerlerle karşılaştırılmıştır İsmail ve Malhi, (2000). Atom numaraları $72 \leq Z \leq 92$ arasında olan elementler için L alt kabuğu şiddet oranları ve floresans tesir kesitleri deneysel ve teorik olarak hesaplanmıştır Gürol ve Karabulut (2003). Re, W ve Ta elementlerinin L X-ışını tesir kesitleri ve L alt kabuğu floresans verimleri incelenmiştir Ertuğrul (2001).

Bu tez çalışmasında Radyo Frekans (RF) püskürtme yöntemi ile süper iletken $Fe_ySe_{1-x}Te_x$ ince filmler üretilmiş ve fiziksel parametreleri incelenmiştir. Bunun yanısıra $40 \leq Z \leq 73$ arasındaki elementler (Zr, Sb, Te, Ta, W) ve bu elementlerin bazı bileşiklerinin üretim tesir kesitleri, floresans ortalama verimleri ve floresans şiddet oranları hesaplanmıştır. Karakteristik X-ışınlarının sayılmasında rezolüsyonu 5.9 keV'de 150 eV olan Ultra-LEGe katihal dedektörü, uyarıcı kaynak olarakta 59.543 keV enerjili foton yayınlayan 50 mCi'lik ^{241}Am radyoaktif halka kaynağı kullanılmıştır.

1.2. γ -Işınların Maddeyle Etkileşmesi

X ve gama ışını demeti, farklı kalınlıklara sahip maddelerle etkileştiğinde iletilen ışının enerjisi değişmezken, ışının şiddetinde bir azalma meydana gelir. Bu durum Şekil 1' de şematik olarak gösterilmektedir (URL-1,2011).



Şekil 1. Fotonların şiddetinde soğurucu madde kalınlığına bağlı olarak değişiminin şematik gösterimi

Fotonların şiddetlerindeki bu azalma kalınlığın fonksiyonu olarak üstel olacaktır. Maddeyi geçen demetin şiddeti, maddeye gelen demetin şiddetine, maddenin kalınlığına ve cinsine bağlı olarak

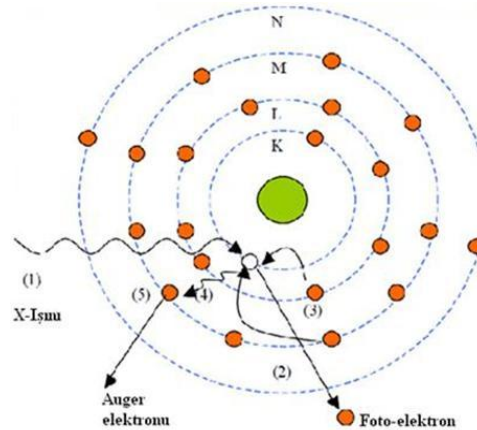
$$I(x) = I_0 \exp(-\mu x) \quad (1.1)$$

bağıntısı ile verilmektedir ve bu bağıntı Lambert-Beer kanunu olarak bilinir ve birim kalınlıktaki maddeyi geçen elektromagnetik radyasyon demetinin şiddetindeki azalmanın soğurucu materyalin kalınlığıyla üstel olarak azalacağını gösterir. Burada, I_0 gelen ışının şiddeti, I geçen ışının şiddeti, μ lineer soğurma katsayısı (içerisinden geçtiği maddeye ve ışının enerjisine bağlıdır ve etkileşmenin toplam tesir kesitini yansıtır), x ise soğurucu maddenin kalınlığıdır. Maddenin içerisine gelen radyasyon, maddenin atomlarının bağlı elektronları, serbest elektronları ve çekirdeği ile etkileşir.

1.2.1. Elektromagnetik Radyasyonun Soğurulması

1.2.1.1. Fotoelektrik Olayı

Enerjisi E olan bir fotonun atomun bağlı olduğu elektronların biri tarafından soğurularak elektronun serbest hale geçmesi olayına fotoelektrik olay, serbest elektrona da fotoelektron denir. K tabakası elektronlarından birinin fırlatılmasıyla sonuçlanan bir fotoelektrik olay Şekil 2’de şematik olarak gösterilmiştir (URL-2, 2012).



Şekil 2. X-ışını floresans ışınımı ve Auger elektronu

K tabakasından sökülen elektronun enerjisi E_e ,

$$E_e = E_\gamma - E_b \quad (1.2)$$

şeklinde ifade edilir. Burada E_γ , gelen fotonun enerjisi, E_b ise K tabakasının bağlanma enerjisidir. Fotonun enerjisi elektronun bağlanma enerjisine ne kadar yakın ise fotonun soğurulma olasılığı o kadar büyük olur. Foton enerjisi elektronun bağlanma enerjisinden daha küçük olduğunda ise fotoelektrik olayın meydana gelme olasılığı azalır.

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. Meydana gelen X-ışını her zaman atomu terk etmez, bazen enerjisini atomun dış tabakalarındaki elektronlarından birisine verir ve elektronu atomdan sökerek yok olur. Bu olaya Auger olayı, sökülen elektrona da Auger elektronu denir. Atomlardan çeşitli yollarla sökülen iç tabaka elektronları, ışımali (radiative) ve ışımalsız (non-radiative) geçişler şeklinde ele alınabilir. Burada, atomdan herhangi bir metotla L-tabakasında meydana getirilmiş olan boşlukların, karakteristik X-ışınları yayımlanarak doldurulması ihtimaliyetine *L-tabakasına ait floresans verimi* (ω) denir. Floresans verim 0 ile 1 arasında değerler alır. Küçük atom numaralı elementler için Auger elektronu yayımlama ihtimali büyük atom numaralı elementlere göre daha fazladır. Çünkü küçük atom numaralı elementlerde iç kabuklar arası elektron geçişinden yayımlanan foton enerjisi dış kabukların soğurma kıyılarına, büyük atom numaralı elementlerinkinden daha yakındır. Büyük atom numaralı elementler içinse karakteristik X-ışını yayımlama ihtimali küçük atom numaralı elementlere göre daha büyüktür (Apaydın 2002).

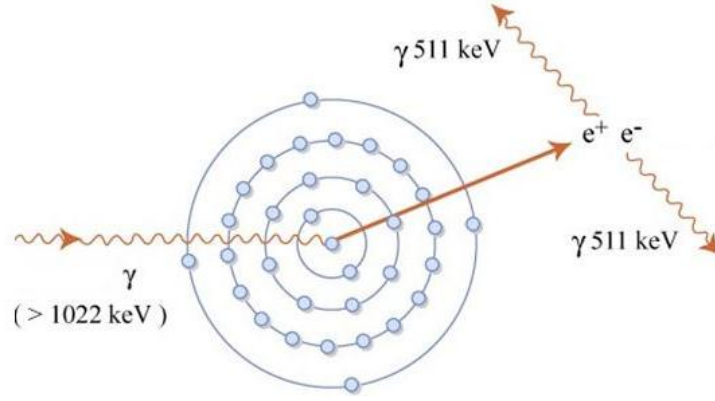
1.2.1.2. Çift Oluşumu

Çift oluşumu, çekirdeğin etki alanına giren bir fotonun bir elektron ile bir pozitrona dönüşmesidir. Bu etkileşimin sonucu olarak çekirdek herhangi bir değişikliğe maruz kalmaz. Elektron ve pozitronun kütleleri birbirine eşit fakat zıt işaretlidir ve bu olay çekirdek etrafında olduğundan hiçbir korunum ilkesi bozulmuş olmaz. Yani çift oluşum esnasında hem yük hem çizgisel momentum ve hem de toplam enerji korunur. Bu olayın

gerçekleşmesi için foton enerjisi, elektronun durgun kütle enerjisinin iki katından daha büyük yani 1.022 MeV olmalıdır. Fazla enerji, $E_\gamma - 2m_0c^2$, kinetik enerji olarak iki parçacık arasında paylaşılır (bkz. Şekil 3).

$$T_{e^-} + T_{e^+} = E_\gamma - (m_0c^2)_{e^-} - (m_0c^2)_{e^+} = E_\gamma - 1.022 \text{ MeV} \quad (1.3)$$

$$T_{e^-} = T_{e^+} = \frac{1}{2}(E_\gamma - 1.022 \text{ MeV}) \quad (1.4)$$



Şekil 3. Çift oluşumu olayının şematik gösterilmesi (URL-3, 2012)

XRF tekniğinde genellikle çift oluşum olayı için gereken enerjiden daha küçük enerjiyle numuneler uyarıldığından çift oluşum olayının meydana gelme ihtimali yoktur.

1.2.2. Elektron-Foton Sağanağı

Elektronlar tarafından X ışını yayınlanması ve yüksek enerjili çift oluşumunun fotonları ile birleştirilmiş etkisinin en iyi sonuçlarında biri elektron-foton sağanağının oluşumudur. Yüksek enerjili bir foton madde içerisinde daha enerjik Bremsstrahlung foton yayınlayan elektron-pozitron çiftine dönüştürülür. Bremsstrahlung foton daha sonra tekrar elektron-pozitron çiftine dönüştürülür ve bu süreç böyle devam eder. Sonuçta foton, elektron-pozitron sağanağı meydana gelir. Bu olay elektron-pozitron çiftinin enerjisi kritik enerjinin altına düşene kadar devam eder. Bu durumda enerjilerini atomik çarpışmayla kaybederler.

Gama ışınlarının madde ile etkileşmesine fotoelektrik olay, compton saçılması ve çift oluşum katkı sağlar. Bu nedenle, toplam lineer soğurma katsayısı bu süreçlerin soğurma katsayılarının ayrı ayrı toplamıdır.

1.2.3. Elektromagnetik Radyasyonun Saçılması

1.2.3.1. Koherent Saçılma

Gelen foton ve saçılan foton arasında, enerji farkı olmadan meydana gelen saçılmaya koherent saçılma denir. Koherent saçılmada, gelen ve saçılan ışın aynı fazdadır. Bu durum, enerjisi elektronun bağlanma enerjisinden daha düşük enerjili fotonların elektron üzerinden saçılmasıyla da oluşur. Koherent saçılma; Thomson, Delbrück, Rayleigh ve Nükleer Rezonans Saçılma olarak sınıflandırılabilir.

1.2.3.2. İnkohherent Saçılma

İnkohherent saçılma, gelen foton ile saçılan fotonun enerjilerinin birbirinden farklı olduğu saçılmadır. Bu saçılmada gelen foton ile saçılan foton arasında faz farkı vardır. Atomlar arası etkileşmeyi dikkate almadan herhangi bir yönde ortalama saçılma şiddetini hesaplayabiliriz. Ortalama şiddet; gelen fotonun $h\nu$ enerjisine, saçılma açısı Φ 'ye ve elementin Z atom numarasına bağlıdır. Φ açısında serbest bir elektronun inkoharent saçılma tesir kesiti Klein-Nishina denklemiyle verilir.

$$\frac{d\sigma_c}{d\Omega} = \frac{1}{2} r_e^2 \left(\frac{h\nu'}{h\nu} \right)^2 \left(\frac{h\nu}{h\nu'} - \frac{h\nu'}{h\nu} - \sin^2 \varphi \right) \quad (1.5)$$

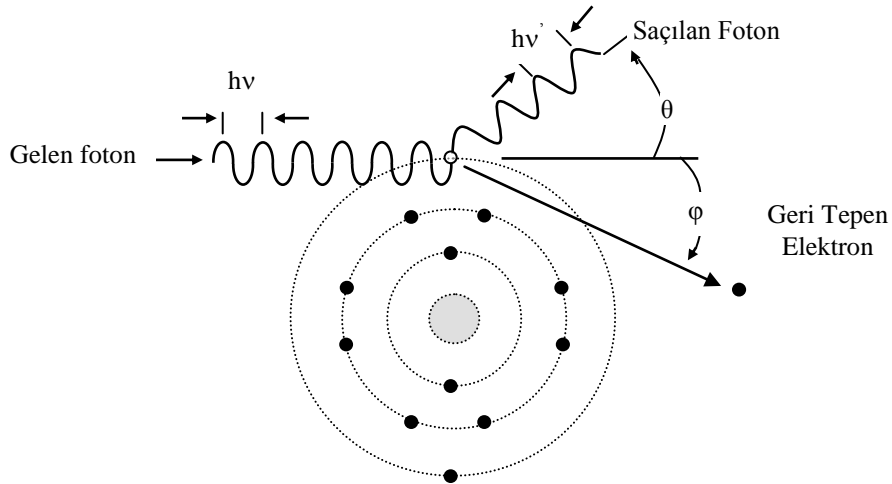
Burada σ_c , inkohherent saçılma için tesir kesiti; Ω , katı açıdır. Toplam saçılma tesir kesiti ise;

$$\sigma_c^Z = \pi r_e^2 \int_0^\pi S(x, Z) H(\alpha, \varphi) \sin \varphi d\varphi \quad (1.6)$$

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

1.2.3.3. Compton Saçılması

Compton olayında atomun dış yörüngesine zayıf olarak bağlı elektrona, elektronun bağlanma enerjisinden daha büyük enerjili fotonun çarparak saçılır. Saçılan elektrona geri tepen elektron veya compton elektronu denir. Compton saçılması, fotoelektrik olayın aksine dış tabaka elektronlarında daha baskındır. Fotoelektrik olay Şekil.4'te şematik olarak gösterilmektedir.



Şekil 4. Compton saçılması'nın şematik gösterilmesi

Gelen foton ve saçılan foton ile elektron bir düzlemde ise enerji ve momentum korunacaktır.

Enerji ve momentumun korunum yasasına göre aşağıdaki bağıntılar yazılabilir.

$$E_{\gamma'} = \frac{E_{\gamma}}{1 + (1 - \cos \theta) E_{\gamma} / m_0 c^2} \quad (1.7)$$

Burada $m_0 c^2$ elektronun durgun kütle enerjisidir (511 keV). Elektronun kinetik enerjisi;

$$T = \frac{(1 - \cos \theta) E_\gamma / m_0 c^2}{1 + (1 - \cos \theta) E_\gamma / m_0 c^2} E_\gamma \quad (1.8)$$

olarak yazılabilir.

1.3. Karakteristik X-Işınlarının Oluşumu

X-ışınları, Alman fizik profesörü Wilhelm Conrad Röntgen tarafından 8 Kasım 1895 'te keşfedilmiştir. W.C. Röntgen, laboratuvarını karartmış ve Crookes tüpünü de katot ışınlarının etkilerini daha iyi görebilmek için fotoğraf plağıyla örtmüştü. Tüpten yüksek gerilimli elektrik akımı geçirdiğinde, uzakta durmakta olan baryum platin siyanür kristallerinde parlama (floresans) olduğunu farketti ve kristali tüpe yaklaştırdığında parlamanın arttığını izledi. Tüple kristal arasına değişik maddeleri koydu ve her farklı maddede parlamanın şiddetinin değiştiğini belirledi. Bir kurşun yaprakla aynı deneyi yapınca parlamanın kaybolduğunu gözlemledi. Elini tüple kristal arasına koyduğunda parmak kemiklerinin gölgelerini gördü. Bulduğu ışının özelliklerini araştıran deneylerini aralıksız olarak haftalarca sürdürdü. Röntgen yeni bir ışın bulmuştu. Bilinmeyen bu ışını 'X-ışını' olarak adlandırdı ve X ışınlarının günümüzde keşfedilen özelliklerinin neredeyse tamamını birkaç ay içinde yazılı ve sözlü olarak bilim alanına sundu (Arslan, 2010). X-ışınları 1895 Aralık ayında, tıp alanında ilk kez kullanılarak bir hastanın bacağına saplanan kurşunun yeri belirlendi. W.C. Röntgen'in bu buluşundan sonra Henri Antoine Becquerel de X-ışınları üzerinde çalıştı ve radyoaktifliği tanımladı. Ülkemizde ise, X-ışınlarının bulunmasından sonra bir yıl içerisinde Galatasaray Lisesi matematik ve fizik öğretmeni Mösyö Izuar tarafından üretilmiştir.

1.3.1. X-ışınlarının Temel Özellikleri

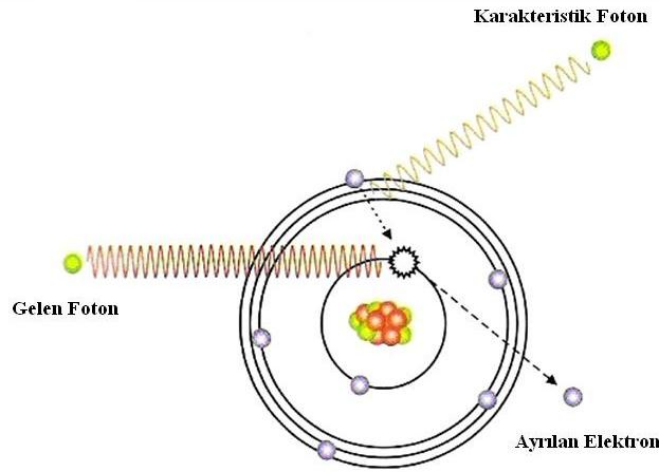
X-ışınlarının birçok karakteristik özellikleri mevcut olup bunlar aşağıda maddeler halinde verilmiştir.

- X-ışını elektromanyetik bir dalgadır,
- X-ışınlarının dalga boyu $0,1 \text{ \AA}$ ile 100 \AA arasında değişmekle birlikte tanınal alanda kullanılanları $0,5 \text{ \AA}$ dalga boyundadır. İnsan gözü 3800 ile 7800 \AA arasındaki dalga boyundaki ışığı seçebildiğinden X-ışınları gözle görülmezler,
- X-ışını elektromanyetik bir dalga olduğundan boşluktaki hızı $3 \times 10^8 \text{ m/sn}$ ile ışık hızına eşittir,
- X-ışını partikülsüz dalga ışıması olduğundan ağırlığı yoktur,
- Elde edildikleri enerji düzeyleri farklı olduğundan aynı demet içinde farklı dalga boyunda X-ışınları bulunabilmektedir. Bu nedenle X-ışını heterojen bir ışın demeti şeklinde ve polikromatik özelliktedir,
- X-ışını elektriksel bir yüke sahip olmadığından manyetik bir alanda sapmaz,
- Maddeden geçişi sırasında X-ışınının bir kısmı soğurulur, bir kısmı ise saçılmaya uğrar,
- Saçılmaya uğrayan kısmı 'sekonder radyasyon' adı ile etkileşime devam eder,
- X-ışınları, üzerlerine düştüğü bazı maddelerde ışınlama süresince parıltı meydana getirmektedir. Buna X-ışınlarının 'floresans' özelliği adı verilmektedir,
- X-ışını kimyasal etkiye sahiptir. X-ışınına maruz kalan maddenin kimyasal yapısında bazı değişiklikler oluşur. Yapısında değişiklik oluşan maddelerden en önemlisi, canlı vücudunda büyük kısmında bulunan sudur. Suda iyonlaşma sonucunda serbest radikaller meydana gelir. X-ışınının kimyasal etkisiyle bazı madensel tuzlar renk değişikliği gösterir. Örneğin; Röntgen tüpünde, anodun karşısına rastlayan camdaki eser miktardaki manganez, uzun süre kullanım sonucu permanganata dönüşerek menekşe rengini alır,
- X-ışınlarının şiddeti mesafeye bağlı olarak azalır. Bu azalım, 'ters kare kanunu' (inverse square law) olarak adlandırılır ve bu kanun, "Noktasal kaynaktan çıkan X-ışını yoğunluğu (şiddeti) mesafenin karesi ile ters orantılı olarak azalır." şeklinde ifade edilir,
- X-ışını, geçtiği ortamda iyonlaşmaya sebep olur. Röntgen incelemeleri yapılan bir odadaki dengeli gaz atomlarından oluşan hava, X-ışınının iyonlaştırıcı etkisi ile negatif ve pozitif yüklü iyonlara dönüşmektedir,

- X-ışını fotoğrafik etkiye sahip olup, görülebilen ışık gibi gümüş tuzlarının kararmasına yol açar. Bu etki, tanısal radyolojinin temel kavramlarından birini teşkil eden röntgen filmlerinin çekimini sağlamaktadır,
- X-ışını biyolojik etkilere sahip olup, canlı hücrelerde kromozomların yapısındaki DNA molekülünde sebep olduğu kırılmalar ve genetik mutasyon veya ölümle sonuçlanabilecek önemli hasarlar meydana getirebilir.

1.3.2. X-ışınlarının Üretilmesi

X-ışınları bir atomun yüksek enerjili elektronlar veya fotonlarla veya atomların iç yörüngelerindeki elektron geçişleri ile meydana gelen elektromanyetik dalgalardır. Yani, yüksek enerjili elektronlar veya fotonlar bir atomla etkileştiklerinde atomdan bir elektron koparılabilirler. Bu durumda, kabuk içerisinde örneğin K kabuğunda bir boşluk meydana getirilerek, atom daha yüksek enerjili ancak kararsız bir duruma getirilir. Atom eski haline geri dönmeyi ister ve bunu ya K kabuğundaki bir boşluğun L kabuğundaki elektronlarla doldurmasıyla ya da daha dışarıda ki kabuklardan bir elektron geçişiyle yapar. L kabuğundaki bir elektron K kabuğuna geçtiği zaman fazla enerji X-ışınları olarak yayımlanır. Bu fazla enerji her elementte farklılık gösterir, bu şekilde oluşan X-ışınları karakteristik X ışınları adını alır. Karakteristik X-ışınlarının oluşumunun şematik gösterimi Şekil 5'te gösterilmiştir.



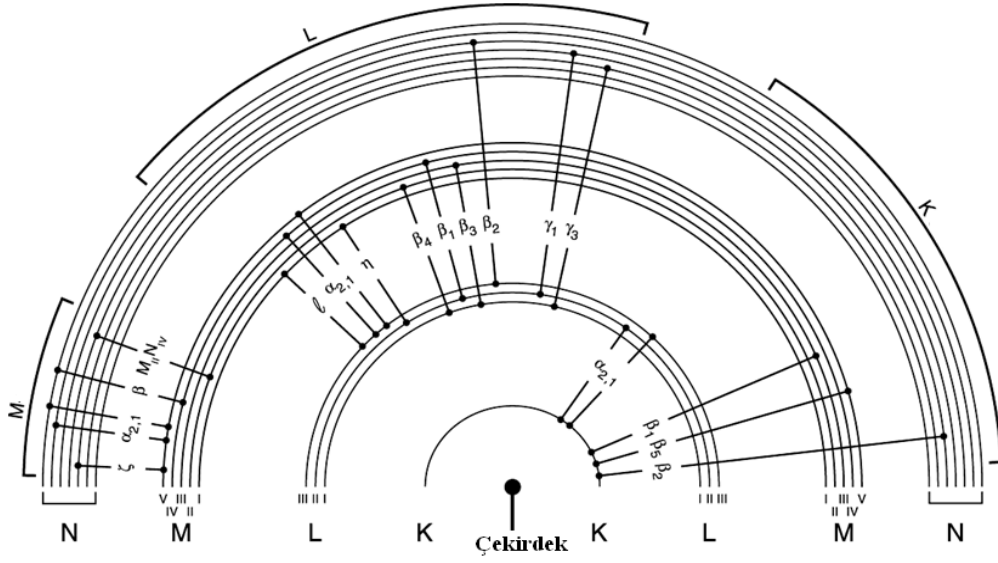
Şekil 5. Karakteristik X-ışınlarının oluşumu

Bir atomun K kabuğunda meydana gelen boşluğun L kabuğundaki elektron tarafından doldurulmasında yayınlanan karakteristik X-ışınına $K\alpha$ X-ışını adı verilir. Kabuklardaki elektronların enerji seviyelerindeki küçük enerji farkları nedeniyle $K\alpha$ X-ışını, $K\alpha_1$ ve $K\alpha_2$ X-ışınları olarak ayrılırlar. Benzer olarak geçişler M veya N kabuğundan olursa $K\beta$ X-ışını olarak adlandırılırlar. Bununla birlikte L kabuğunda meydana gelen boşluğun M ve N kabuklarındaki elektronlarla doldurulması sonucunda da $L\alpha$, $L\beta$, $L\gamma$ X-ışınları yayımlanır. Şekil.6'da X-ışınlarının tabakalar arası geçişleri şematik olarak gösterilmiştir.

X-ışınlarının adlandırılması K ve L X-ışınlarının geçişleri Siegbahn ve International Union of Applied and Pure Chemistry (IUPAC) gösterimleri Tablo 1.'de gösterilmiştir.

Tablo 1. Tablo 1. X-ışını diyagram çizgilerinin eski (Siegbahn) ve yeni (IUPAC) gösterimleri (Cengiz, 2011).

Siegbahn	IUPAC	Siegbahn	IUPAC	Siegbahn	IUPAC
$K\alpha_2$	K-L _{II}	$L_{\gamma 2}$	L _I -N _{II}	$L_{\alpha 2}$	L _{III} -M _{IV}
$K\alpha_1$	K-L _{III}	$L_{\gamma 3}$	L _I -N _{III}	$L_{\alpha 1}$	L _{III} -M _V
$K\beta_3$	K-M _{II}	$L_{\gamma 4}'$	L _I -O _{II}	$L_{\beta 6}$	L _{III} -N _I
$K\beta_1$	K-M _{III}	$L_{\gamma 4}$	L _I -O _{III}	$L_{\beta 15}$	L _{III} -N _{IV}
$K\beta_5$	K-M _{IV,V}	$L_{\gamma 13}$	L _I -P _{II,III}	$L_{\beta 2}$	L _{III} -N _V
$K\beta_2$	K-N _{II,III}	L_{η}	L _{II} -M _I	$L_{\beta 7}$	L _{III} -O _I
$K\beta_5'$	K-N _{III}	$L_{\beta 1}$	L _{II} -M _{IV}	$L_{\beta 5}$	L _{III} -O _{IV,V}
$K\beta_4$	K-N _{IV,V}	$L_{\gamma 5}$	L _{II} -N _I		
$L_{\beta 4}$	L _I -M _{II}	$L_{\gamma 1}$	L _{II} -N _{IV}		
$L_{\beta 3}$	L _I -M _{III}	$L_{\gamma 8}$	L _{II} -O _I		
$L_{\beta 10}$	L _I -M _{IV}	$L_{\gamma 6}$	L _{II} -O _{IV}		
$L_{\beta 9}$	L _I -M _V	L_l	L _{III} -M _I		

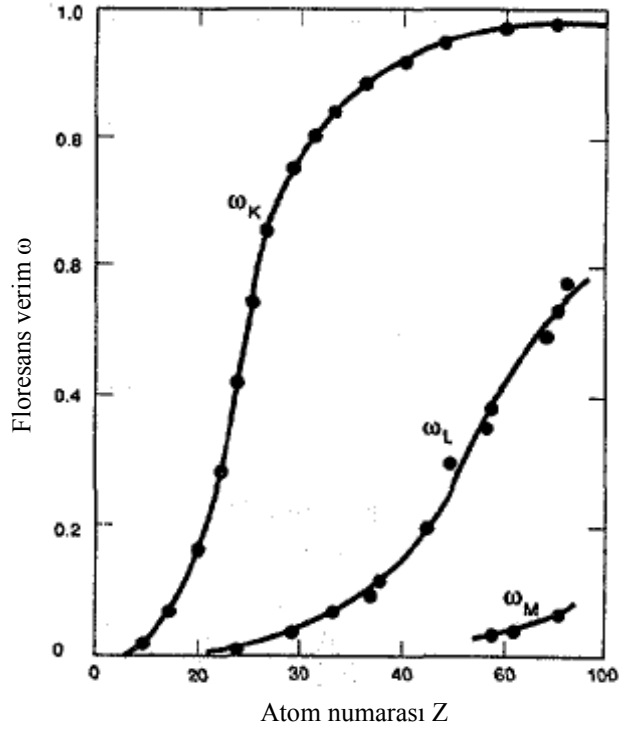


Şekil 6. Kabuklar arası X-ışınları geçişlerinin şematik gösterimi (URL-4, 2000).

1.4. Floresans Verim ve Coster-Kronig Geçişleri

Bütün ışımaların nedeni X-ışını yayılımından kaynaklanmamaktadır. Auger etkisi de elektron gevşeme mekanizması da ışımalara neden olmaktadır (Miller, 2012). Auger etkisi, bir atomun iç kabuğunda bulunan elektronun yaptığı geçiş sonucu başka bir elektron yayınlanmasına sebep olması olayıdır. Bir atomun çekirdek enerji düzeyinden koparılan bir elektronun ardında bıraktığı boşluğu, daha üst enerji seviyelerinden bir elektron doldurabilir. Bu geçiş işlemi sonucunda bir enerji salınımı oluşur. Her ne kadar bazen bu enerji atomdan doğrudan bir foton olarak yayınlansa da, bazen atomda bulunan başka bir elektrona aktarılıp onu sökerek atomdan ayrılmasına sebebiyet verir. İşte yayınlanan bu ikincil elektrona Auger elektronu denir.

Floresans verim, bir atomda ki kabuklarda ya da alt kabuklarda meydana gelen boşluğun X ışını yayımlanarak doldurulması ihtimaline denir. Floresans verim ω atom numarası arttıkça artar ve atom numarası $Z > 78$ olan elementlerin K kabuğundaki verimleri 95% daha fazladır (Bertin, 1975). Şekil 7.' de floresans verimin K kabuğundan L ve M kabuklarına gittikçe azaldığı görülmektedir. Bunun nedeni K kabuğunun üzerindeki diğer kabuklar birden fazla alt kabuklara sahiptir ve ortalama floresans verim bu kabukların nasıl ışımaya yaptıklarına bağlıdır. K kabuğunun üzerindeki kabukların alt kabukları arasında Coster-Kronig geçişleri meydana gelebilir (Zschornack, 2007).



Şekil 7. Floresans verimin atom numarasına göre K, L, M kabuklarında fonksiyonel değişimi (Bertin 1975)

Floresans verim,

$$\omega = \frac{\Gamma_R}{\Gamma} \quad (1.9)$$

ile verilir.

Burada Γ_R ilgilenilen kabuğun ya da alt kabuğun ışımalı seviye genişliği (Geçiş hızlarının toplamı); Γ , ilgilenilen kabuğun ya da alt kabuğun toplam seviye genişliğidir.

i tabakasına ait floresans verim ise,

$$\omega_i = \frac{I_i}{\eta_i} \quad (1.10)$$

bağıntıyla elde edilir. Burada I_i numuneden yayımlanan karakteristik i X-ışınlarının sayısı; η_i ise i . tabakada meydana getirilen boşluk sayısıdır. Floresans verim kavramı alt kabuklarda biraz daha karmaşıktır. Bunun nedeni K tabakası haricinde diğer tabakalar

birden fazla alt tabakalara ayrılmıştır. Ortalama floresans verim bu tabakaların nasıl iyonlaştığına bağlıdır. Ayrıca daha üst tabakalarda L, M, N, O gibi tabakaların alt tabakalarında da Coster–Kronig geçişler meydana gelebilir. Bir atomda kabuklar arası geçişler;

$$\Delta n \neq 0, \Delta l = \pm 1 \text{ ve } \Delta j = 0, \pm 1 \quad (1.11)$$

şartlarına bağlı olup, bu sınırlar dışındaki geçişler yasaklı geçişler olarak adlandırılır. $\Delta n = 0$ olan alt tabakalar arasındaki geçişler ya da alt tabakalar arasında boşluk transferi, Coster-Kronig geçişleri olarak adlandırılır. $j > 1$ olmak üzere i. alt kabukta oluşturulan boşluğun j. altkabuğa geçme ihtimali f_{ij} olarak gösterilir. Coster-Kronig geçişleri ışımali $f_{ij}(R)$ ve ışımsız $f_{ij}(A)$ olmak üzere ikiye ayrılır. Bu durumda Coster-Kronig geçişler için;

$$f_{ij} = f_{ij}(R) + f_{ij}(A) \quad (1.12)$$

bağıntısı yazılabilir. Işımsız Coster–Kronig geçişleri ışımsız geçişlerden çok küçük olduğu için $f_{ij}(R)$ ihmal edilebilir.

$$f_{ij} = \frac{\Gamma_A(L, L, X)}{\Gamma(L_i)}, \quad M, N, O \text{ ve } J > 1 \quad (1.13)$$

Burada Γ_A Auger kısmi genişliğini (Auger geçiş hızlarının toplamı) ifade eder (Aylıkçı, 2006).

1.5. Tesir Kesiti

Tesir kesiti, herhangi bir olayın meydana gelme ihtimalinin bir ölçüsüdür. Bu ölçü hedef parçacığı kuşatan hayali bir alanla karakterize edilebilir. Bir hedef parçacığı tesir kesiti, ilgili olayın tabiatına ve gelen parçacığın enerjisine bağlıdır ve parçacığın geometrik kesitinden daha büyük ya da daha küçük olabilir. Bu nicelik, ışının madde ile etkileşmesine bağlı olarak, soğurma ve saçılma tesir kesiti olarak isimlendirilir (Beiser, 2008).

A yüzeyine ve t kalınlığına sahip ince bir levhanın birim hacminde I şiddetinde düşürülen n tane atom varsa ve atomik tesir kesiti σ ise, gelen parçacıklar bu alana düştüğü

zaman bir etkileşme meydana gelir. Levha, birim hacimde n atom içeriyorsa, hacmi $A dx$ olduğundan levhadaki toplam atom sayısı $n A dx$ ' dir. Her atom belirli bir etkileşme için bir σ tesir kesitine sahip olduğundan, plakadaki bütün çekirdeklerin toplam tesir kesiti $n A \sigma dx$ olur. Gelen demetteki parçacık sayısı N ise, plakadaki atomlarla etkileşenlerin dN sayısı şöyle belirlenir:

$$\frac{dN}{N} = \frac{\text{Toplam etkin alan}}{\text{Hedef alan}} \quad (1.14)$$

ifadesi yazılabilir. Bu durumda,

$$\frac{dN}{N} = n \sigma dt \quad (1.15)$$

elde edilir. Belirli bir kalınlıkta, bir dilimdeki atomlar ile etkileşerek gelen parçacıkların oranını bulmak için dN/N 'nin integralinin alınması gerekir. Eğer gelen her parçacığın yalnız bir etkileşme oluşturduğu kabul edilirse, dilimin ilk dt kalınlığı içinden geçerken dN adet parçacığın demetten ayrılmış olduğu düşünülebilir. Böylece ifade (-) işareti alır.

$$-\frac{dN}{N} = n \sigma dt \quad (1.16)$$

Bu ifadenin integrali alınırsa

$$N = N_0 e^{-n \sigma t} \quad (1.17)$$

elde edilir. Burada N_0 ince levhaya gelen parçacıkların sayısı ve N , levhanın t kalınlığını geçen parçacıkların sayısıdır. Tesir kesiti σ ile gösterilir ve birimi barn' dır ($1b=10^{-24} \text{cm}^2$). $n \sigma t$ yeterince küçük olduğu zaman,

$$N = N_0 (1 - n \sigma t) \quad (1.18)$$

yazılabilir. Bu durumda t kalınlığını geçerken soğurulan (ilgilenilen etkileşmeye giren) parçacıkların sayısı

$$dN = N_0 n \sigma t \quad (1.19)$$

ifadesi ile verilir. Buradan tesir kesiti için

$$\sigma = \frac{dN}{N_0 n t} \quad (1.20)$$

genel ifadesi çıkarılır.

1.6. Radyoizotop Kaynaklar

X-ışını analizinde genellikle radyoizotop kaynaklar kullanılır. Radyoizotop kaynaklar, X-ışını spektrometrik uygulamalarında dört temel özellikleri ile karakterize edilebilirler. Bunlar:

- Radyoaktif bozunma ve yayımlanan radyasyonun tipi, (α , β , γ yayımlama, K veya L elektronu yakalama)
- Yayımlanan radyasyonun enerjisi,
- Kaynak aktivitesi,
- 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 radyoaktif parçacıklar (α , β) ve γ -ışını yayınlanır.

Radyoizotopların aktivitesi, radyoaktif atomların bozunması (parçalanması) ile orantılıdır. Bir kaynağın aktivitesi, saniyedeki bozunma sayısı olarak tanımlanır ve bu Becquerel olarak da isimlendirilir. Becquerel (Bq) yerine SI birim sisteminde Curie (Ci)

kullanılır. Bir Curie $3.7 \cdot 10^{10}$ Bq'dir. Yayımlanan ışınların sayısı zamanla azalır. Bir radyoizotop atomun t süre sonundaki bozunanlarının sayısı;

$$N = N_0 e^{-0.693t/T_{1/2}} \quad (1.21)$$

eşitliği ile bulunur. Burada $T_{1/2}$ radyoizotop için yarı ömürdür ve bu yarı ömür süresi sonunda kaynaktaki esas yayımlanmaların sayısı yarıya iner. Radyoizotop kaynak bir, iki yarı ömürlük süreden sonra genellikle yenilenir. Radyoizotop kaynakların fiziksel boyutları küçüktür. Radyoizotopların emniyetli kullanımı için uluslar arası standartlar vardır. Birçok ülkede sağlık bakanlığı veya atom enerjisi yetkilileri bu işi yürütmektedir. Her bir organizasyonun radyoaktif maddeleri kullanabilmek için bir lisansa sahip olması gerekir (Ertuğral, 2004).

1.6.1. Gama Radyasyonu veya Gama Işını (γ)

Gama ışınları; madde içinden geçerken, birincil derecede, elektronlarla etkileştiğinden, atomlarda iyonlaşmaya neden olmaktadır. Çok girici olan gama radyasyonuna karşı, sadece kurşun ya da çelik gibi, yoğunluğu oldukça yüksek ve kalın materyaller, iyi bir zırhlama sağlayabilmektedir. Bu nedenle, gama ışını ile, sindirilmeden ya da solunum olmadan da, vücudun iç organları, önemli ölçüde doz alabilmektedir.

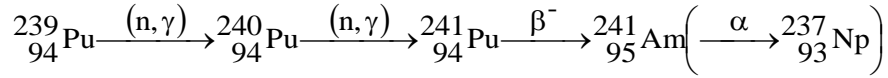
1.6.2. X Işınları (Röntgen Işınları)

Bir elektron demetinin çok hızlı yavaşlaması ile, yapay olarak oluşan ve gama radyasyonuna benzer, yüksek enerjili fotonlardır. X-ışınları da aynı şekilde girici olup, yüksek yoğunluklu materyaller bulunmadığı takdirde, bu tür ışıklardan, vücudun iç organları, oldukça tehlikeli dozlar alabilmektedir.

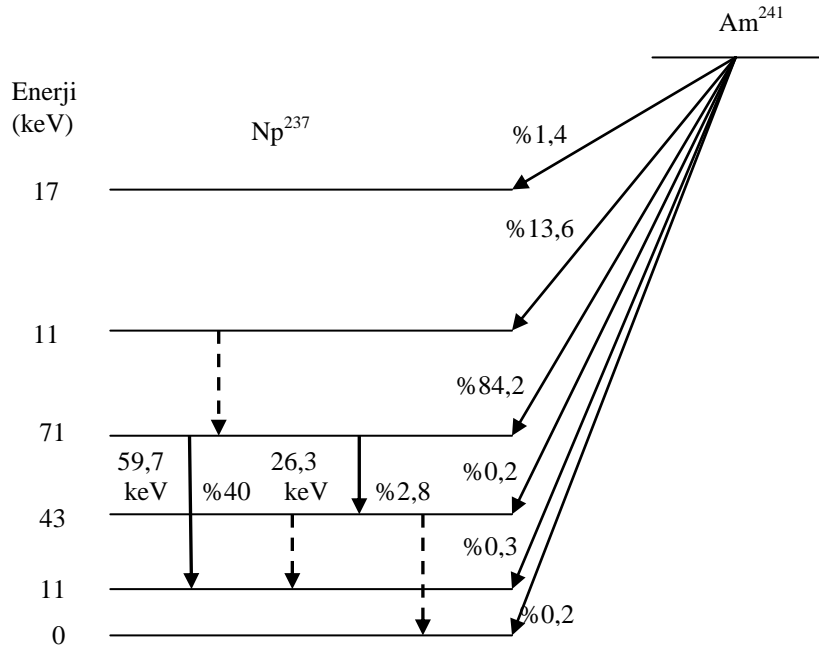
Bu çalışmada uyarma işlemi için ^{241}Am radyoizotop kaynağı ile yapıldı.

1.6.3. Am Radyoizotop Kaynağı

^{241}Am radyoizotopu, ^{239}Pu 'un ardışık nötron yakalama reaksiyonlarından oluşan ^{241}Pu 'un beta bozunumundan sonra meydana gelmektedir. Ardışık nötron yakalama ve β bozunumundan oluşan ürünler;



şeklindedir. Bu radyoaktif çekirdek yapay olarak üretilen kararsız bir izotoptur ve yarılanma süresi yaklaşık 432 yıldır. ^{241}Am elementi α bozunumuna uğrayarak neptünyum radyoaktif çekirdeğine dönüşür ve kararlı bizmut oluşana kadar bozunma süreci devam eder. Neptünyum ile başlayıp bizmuta kadar devam eden bozunma süreci neptünyum serisi olarak adlandırılır. Nötron yakalama, atomik çekirdeğin bir veya daha fazla nötronla çarpıştığı nükleer bir reaksiyon çeşididir ve ağır bir çekirdek oluşturmak için bir araya gelirler. Nötronların elektriksel yükü olmadığı için, yüklü parçacıklara göre çekirdeğin içine kolaylıkla girer. β^- bozunumunda zayıf etkileşme bir nötronu, bir protona dönüşürken 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 ^{241}Am radyoizotopunun ^{237}Np izotopuna dönüşümünü gösterilmektedir (Küp Aylıkçı, 2009).



Şekil 8. ²⁴¹Am elementinin deneysel bozunma şeması (Beling vd., 1952)

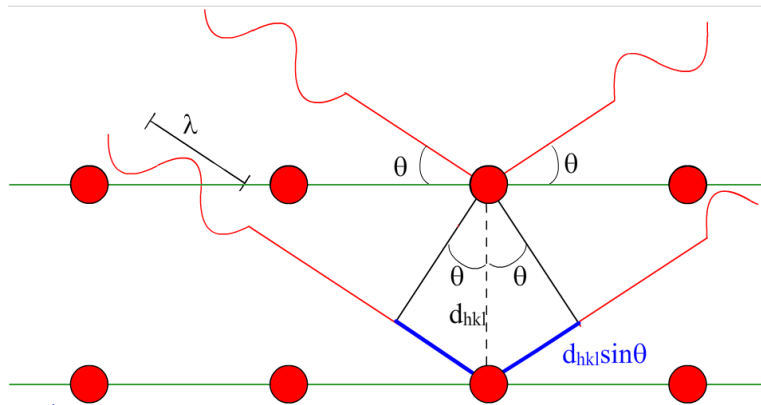
1.7. X-Işını Kırınımı

X-Işını kırınım spektroskopisi, ultraviyole ışıdan daha kuvvetli fakat gamma ışınından daha zayıf enerjili X-ışın kullanılarak yapılan analizdir. Çalışma prensibi numuneye X-ışını gönderilerek kırılma ve dağılma verilerinin toplamasıdır. Kristal yapısına göre ışını farklı açılarda ve şiddette kıran numuneler çok hassas biçimde analiz edilebilir. Ayrıca, X-Işını Kırınım yöntemi (XRD), her bir kristalin ve fazın kendine özgü atomik dizilimlerine bağlı olarak, X-ışınlarını karakteristik bir düzen içerisinde kırması esasına dayanır. Her bir kristalin faz için bu kırınım profilleri bir nevi parmak izi gibi kristali tanımlar. X-ışını kırınım analiz metodu, analiz sırasında numuneyi tahrip etmez ve çok az miktardaki numunelerin dahi analizlerinin yapılmasını sağlar. X-ışını kırınım cihazıyla kayaçların, kristalin malzemelerin, ince filmlerin ve polimerlerin nitel ve nicel incelemeleri yapılabilir.

Kristal içindeki taneciklerin düzenleme şekli ile ilgili detaylar kristalin dış simetrisinden yararlanılarak yapılabilir. Bir X ışını analizörü ile X-ışını kaynağı kristalin yerleştiği bir düzenek ve X-ışını detektöründen ibarettir.

Sabit dalga boyundaki X-ışınları, bir metalin (genellikle Cu ve Mo) vakum altında yüksek enerjili elektronlarla (katot ışınları) bombardmanı ile elde edilir. Bu yüksek enerjili

elektronlar, metal atomun çekirdeğe yakın tabakalarındaki (K veya L) elektronları daha üst tabakaları uyarır veya fırlatır. Bu elektronların yeri, daha yüksek enerjili tabakalardaki elektronlarla doldurulurken, iki tabaka arasındaki enerji farkına karşılık gelen X-ışınları yayımlanır. X-ışını ile kristal arasındaki etkileşim şu şekilde olmaktadır. Kristalı oluşturan tanecikler, kristal içinde düzgün bir biçimde sıralanmıştır. Bir kristal üzerine X-ışını gönderilirse, kristal içindeki bu tanecikler X-ışınını kırınımına uğrarlar. Kırınımına uğrayan X-ışınlarından aynı fazda olanlar birbirlerini kuvvetlendirerek detektöre ulaşırlar. Orijinal X-ışını demetiyle, kırınımına uğrayan X-ışını arasındaki açılardan (θ) yararlanılarak, kristalde atomların oluşturduğu düzlemler arasındaki uzaklıklar (d) ve birim hücrenin boyutları (a , b , c parametreleri) bulunabilir. Bir kristalin d uzunlukları ile, gelen ışının dalga boyu (λ) ve kırılma açıları (θ) arasındaki ilişki, ilk olarak Bragg (1913) tarafından ortaya konulmuştur.



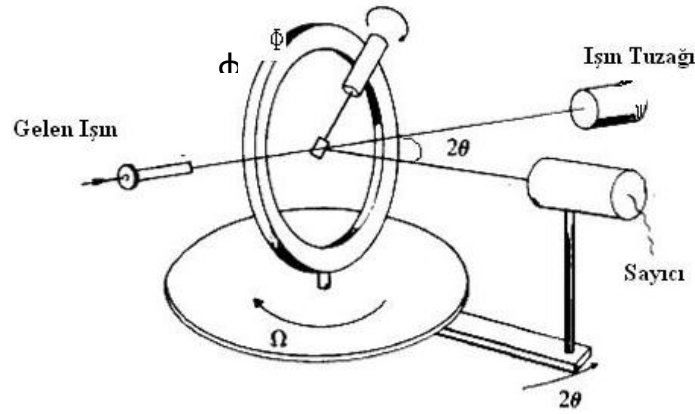
Şekil 9. X-ışınının kırınımı

Şekil 9'da görüldüğü gibi, bir kristale gelen ışınlar kırınımına uğrarlar. Işınlar arasındaki yol farkı $2d\sin\theta$ olur. Yol farkı, gelen ışınım dalga boyunun tam katları şeklinde kuvvetlendirirler ve maksimum şiddet oluşur. Bu durumda,

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad n=1,2,3\dots \quad (1.22)$$

ile verilen Bragg Denklemi elde edilir. Bu denklemin üretilmesindeki en önemli faktör kristallerin örgü düzlemlerinin arasındaki d mesafesinin her bir kristal için sabit olmasıdır. Sıvılarda ve amorf katılarda belli bir d değeri olmadığından bunların kırınım şekilleri tam olarak gözlenemez. X-ışını kırınım analiziyle anorganik ve organik kristallerin bağ

uzunlukları, bağ açıları gibi kristal parametreleri belirlenebilir. Kristal parametre hesabı için Bragg yöntemiyle, d ve θ sabit tutulup λ ya da λ sabit tutulup d ve θ değiştirilir. Debye-Scherrer yönteminde ise, toz halindeki kristalde bulunan milyonlarca gelişi güzel yönelmiş küçük kristaller ile bütün olası eksenler etrafında döndürülmesiyle aynı sonucu verir. Bu şekilde ışınlar bütün yüzeylerden geçerken bir kırınımına uğrayarak kırınım deseni elde ederler. Şekil 10'da X ışını kırınım analizörünün şeması görülmektedir.



Şekil 10. X ışını kırınım analizörünün şeması (URL-3, 2012)

1.8. Kimyasal Etkiyi Açıklamada Kullanılan Bazı Temel Kavramlar

Kimyasal bağ kuramı geliştirilirken denel verilerden yararlanılmış ve veriler kuantum mekaniğinin kavramlarıyla bağdaştırılmıştır. Bu nedenle, bağ kuramını iyice anlamak için önce denel olarak belirlenebilen ve bağların yapısıyla ilgili ipuçlarını veren, onları farklı karakteristiklerin üzerinde durmak gerekir. Bunlar bağ enerjileri, bağ uzunlukları ve bağ açılarıdır (Zeren, 2008).

1.8.1. Bağ Enerjisi

Kimyasal bağ oluşturulurken açığa çıkan enerji, bu bağı kırmak için bağına verilmesi gereken enerjiye eşittir. Bu enerjiye bağ enerjisi denir. Bağ enerjisi ne kadar büyükse oluşan bileşik o kadar sağlamdır. Moleküllerde iki atom arasındaki bağ sayısı arttıkça bağ uzunlukları azalır ve bağ enerjileri artar. Bağın iyon karakteri arttıkça, iyonlar arasındaki çekme kuvvetleri artacağından bağı koparmak daha çok enerji ister (URL-2, 2010).

1.8.2. Baę Uzunlukları

Molekül içinde kimyasal baęların uzunluęu, bunları oluřturan atomların elektronik yapılarıyla ilgilidir. Baę oluřturan atomların elektronlarının üst üste binme bölgesinin hacmi büyük olursa baę uzunluęu küçük olur. Çeřitli atomların elektronik yapısında benzerlik olursa, bunların oluřturdıkları kimyasal baę uzunlukları da benzerlik gösterebilir (řahin ve Gocayev, 2008). Ağır atomların yarıçapları hafif olanlardan daha büyük olduęundan, ağır atomlar arasındaki baęlar hafif atomlar arasındakinden daha uzun olma eğilimindedir (Atkins ve Jones, 1999). Çünkü atom numarası büyük olan atomlardaki değerlik elektronları çekirdekten daha uzak olan alt tabakalarda bulunmaktadır. Böylece çekirdekler arası uzaklık artmış olur. Ayrıca, atom numarası arttıkça çekirdek yükü artmakta ve iki çekirdeęin arasındaki itme kuvveti büyüyerek atomların yaklařmasını önlemektedir (Zeren, 2008).

1.8.3. Kimyasal Baęlar ve Baę Çeřitleri

Atomlar bir araya gelirken (element molekülleri veya kimyasal bileřikleri oluřtururken) her bir atomun elektron düzeninde bazı deęişikler olur ve daha düşük enerjili bir elektron düzeni ortaya çıkar. Bu yeni düzen atomların bir arada durabilmesini saęlar. Kimyasal baę olarak adlandırılan oluřumlar böylece ortaya çıkmaktadır. Bileřikleri oluřturan atomları bir arada tutan kimyasal baęlar, iyonik baę, kovalent baę ve metalik baę olmak üzere üçe ayrılır (Zeren, 2008).

1.8.4. İyonik Baę

Düşük iyonlaşma enerjisine sahip olan, elektronlarını kolayca kaybeden atomlar, elektron yakalamaya eğimli dięer atomlarla etkileřtiklerinde, iyon baęları oluřur. İlk türden atomlar elektronlarını ikinci türden atomlara verirler ve böylece sırasıyla pozitif ve negatif iyonlar oluřur (Beiser, 2008). Elektrik yüklü taneciklerin çevresindeki alan her yönde aynı etkiyi gösterdięinden, iyon baęları yöne baęlı deęildir. Kovalent baęların kimyasal baę doęrultusunda etkili olduęu düşünülecek olursa, bu özellięin iyon baęlarını kovalent baęlardan ayıran en önemli özelliğdir.

İyonik katıların elektrik iletkenliği çok düşüktür. Katılarda elektrik, elektronların hareketleri ile iletilir. Akışkanlarda (sıvılar ve gazlar) elektrik, iyonların karşıt yönde göçü ile iletilir. Artı ve eksi yüklü iyonlarda elektronlar, çekirdekler tarafından kuvvetle çekildiklerinden, katı içinde bir bölgeden diğerine kolaylıkla göç edemezler. Ancak iyonik katı, eritildiğinde veya bir çözücüde çözüldüğünde iyonlar hareket serbestliği kazanır ve madde elektriği iletir. Her yöne doğru elektrostatik çekme kuvveti oldukça büyüktür. İyonlar arası çekme kuvvetini yenmek kolay olmadığından, düzenli örgü yapısından, düzensiz sıvı haline geçiş güçlükle olur. Dolayısıyla iyonik kristallerin erime sıcaklıkları oldukça yüksektir. Yarıçapları küçük, elektriksel yükleri büyük olan iyonlar arasında Coulomb çekme kuvveti büyük olacağından, böyle iyonlardan oluşan iyonik katıların erime noktaları çok yüksektir. İyon bağlarının oluşması için atomlardan birinin kolaylıkla elektron vermesi, diğerinin de bu elektronu kuvvetle çekmesi gerekir (Tunalı ve Özkar, 2009).

1.8.5. Kovalent Bağ

Moleküllerde atomları bir arada tutan, atomlar arasındaki kovalent bağlardır. Kovalent bağ, atomların değerlik elektronlarını ortaklaşa kullanmasıyla oluşur. Ortaklaşmadan sonra bağ elektronları atomların hiçbirine tamamen ait değildir. Atomlar bağ elektronlarını ortaklaşa kullanarak, kararlı bir asal gazın elektron dizilimini kazanabilmek için gerekli elektron eksikliklerini giderirler. Elektronlar atomun orbitallerinde bulunduğuna göre, bir kovalent bağda elektronların atomlar tarafından ortaklaşa kullanılabilmesi için, elektronları içeren atom orbitallerinin örtüşmesi gerekir. Bu ise atomların birbirine yeterince yaklaşması ile sağlanır (Tunalı ve Özkar, 2009).

Kovalent bağ, genellikle benzer elektronegatifite sahip atomlar arasında gerçekleştiğinden ametaller, daha kolaylıkla kovalent bağı tercih eder ve metallerde kolayca yerinden oynatılabilen elektronlardan daha serbestçe dolaşabildiği metalik bağ yaparlar. Ametallerde bir elektronun serbest kalması daha zordur, dolayısıyla benzer elektronegatifliğe sahip bir madde ile birleşme söz konusu olduğunda o elektronun paylaşılması tek seçenek haline gelir (URL-7, 2012). Molekülün şekli, orbitallerin uzayda yönelmesiyle belirlenir. Kovalent bağı oluşturan iki elektron Pauli dışarlama ilkesine göre zıt spinli olmak zorundadır (Ölmez ve Yılmaz, 2004).

Kovalent bağ, polar ve apolar kovalent bağ olmak üzere ikiye ayrılır. Farklı cins iki ametal arasında oluşan bağa polar kovalent bağ denir. Polar kovalent bağ oluşumunda atomlar arasında elektron alış-verişi olmaz. Son yörüngedeki elektronlar ortaklaşa kullanılır. Polar kovalent bağ sonucunda oluşan molekül bileşik moleküldür. Aynı cins iki ametal atomu arasında oluşan bağa apolar kovalent bağ denir. Apolar kovalent bağ ile oluşan molekül element moleküldür. Soygazlar hariç, diğer gaz halindeki elementlerin molekülleri arasındaki bağ apolar kovalent bağdır (URL-8, 2012).

1.8.6. Metalik Bağ

Metallerde, değerlik elektronlarının oluşturduğu elektron gazı (elektron bulutu) içerisinde, pozitif yüklü metal iyonları yer alır. Metallerin iyonlaşma enerjileri çok küçük olduğundan, her bir metal atomu değerlik elektronlarını elektron gazına verir ve geriye kalan pozitif yüklü metal iyonları kristal örgü meydana getirecek şekilde istiflenirler. Negatif yüklü elektronların oluşturduğu elektron gazı pozitif yüklü iyonları bir arada tutar. Pozitif ve negatif yükler birbirine tam olarak dengedir. Bu elektron gazı ile pozitif metal iyonları arası elektriksel çekime metalik bağ denir. Metallerin en önemli özellikleri, önemli derecede ısı ve elektriksel iletkenliğe sahip olmalarıdır. Bu iletkenliğin sebebi, tüm kristal örgüsüne dağılan hareketli elektronlardır (Ölmez ve Yılmaz, 2004).

1.9. Bağ Teorileri

1.9.1. Valans Bağ Teorisi (VBT)

Tek elektrona sahip atomlar, diğer tek elektronlu atomlarla birleşmeye eğilim gösterirler. Böylece eşleşmemiş elektronlar ortaklaşır ve atomlar kararlı elektron yapısına (soygas yapısına) ulaşırlar. İki atom arasında ortaklaşa kullanılan iki elektron bir kovalent bağ oluşturur. Bir atom tarafından oluşturulan bağ sayısı, genellikle, o atomun temel haldeki, yani en düşük enerjili durumundaki tek elektron sayısına eşittir. Bununla birlikte, bazen atomlar tek elektron sayısından daha çok sayıda bağ verebilirler. Bu olay, temel halde eşleşmemiş elektron çiftine sahip atomlar enerji verilerek uyarıldığı ve eşleşmemiş elektronlar uygun boş orbitallere tek elektron olarak geçtiği zaman gerçekleşir. Böylece eşleşmemiş (tek) elektron sayısı artar ve daha çok sayıda elektron çifti bağı oluşabilir.

1.9.2. Kristal Alan Teorisi (KAT)

Valans bağ teorisiyle komplekslerin geometrileri, elektronik yapıları ve birçok özellikleri başarıyla açıklanabilmektedir. Ama bu kuramın bazı durumlarda yetersiz kaldığı da görülmektedir. Örneğin, birçok koordinasyon bileşiğinde görülen parlak renklerin nedeni bu kuramla açıklanamaz. Ayrıca, aynı bir merkez iyonuyla kompleks oluşturan farklı ligandların meydana getirdiği komplekslerin niçin birbirinden farklı özelliklere sahip olabildikleri de valans bağ teoremi ile açıklanamaz.

Kristal alan teorisi, kompleksteki birimleri bir arada tutan şeyin kovalent bağlardan daha çok elektrostatik etkileşimler olduğu varsayımına dayanır (Zeren, 2008). Kristal alan kuramında ligandların iç yapısı sadece eksi yüklerden oluştuğu için dikkate alınmaz. Eksi yüklerin oluşturduğu elektrik alanı ile merkez atomun d orbitallerinde bulunan elektronlar arası itme, d orbitallerinin bağıl enerjilerini belirleyen tek etkileşimdir (Tunalı ve Özkar, 2009).

1.9.3. Ligand Alan Teorisi (LAT)

Kristal alan teorisi komplekslerin bazı özelliklerini tam olarak açıklayamamıştır. Bu durum Ligand Alan Teorisinin (LAT) ortaya çıkmasına sebep olmuştur. LAT, kristal alan teorisinin geliştirilmiş şeklidir. Merkez atoma bağlı olan nötr molekül veya anyonlara ligand denir. Kristal alan teorisinde, sadece ligandlar tarafından meydana getirilen alan dikkate alınırken, ligand atomlarının etkileri ihmal edilir. LAT'de, merkez atomu ile ligand atomu arasında π bağı söz konusudur. Bu bağ, merkez atomunun bir d orbitali ile ligand atomunun belirli bir orbitali arasında meydana gelir ve bağın elektronları merkez atomu tarafından sağlanır. Ligand atomlarında bulunan her orbital, geometrisinden dolayı böyle bir bağ veremez. Bu bağın oluşabilmesi için ligand orbitallerinin simetrisi merkez atomunun orbitallerinin simetrisine uygun olmalıdır (Söğüt, 2000).

1.9.4. Moleküler Orbital Teori (MOT)

Valans bağ teorisinde, molekülü oluşturan atomların atomik orbitallerinin korunduğu ve elektronların, her bir atomun atomik orbitallerinde bulunduğu kabul edilir. Bu atomik

orbitaller melezleşmiş de olabilir. Yani, valans bağ teorisi ile molekül yapıları açıklanırken, birim atom veya atomik orbital olarak alınır. Atom bir molekülü vermek üzere kimyasal bağ teşkil etmiş olsa bile, atomik orbitallerin veya melez orbitallerin korunmuş olduğu düşünülür. Moleküler orbital teorisinde ise değerlik elektronlarının, sadece kendi çekirdeklerini değil, moleküle, yani molekülü oluşturan tüm atomlara ait olduğu kabul edilir. Atomların atomik orbitallerinin girişimi ile çekirdeklerin tamamını kuşatan ve atoma değil moleküle ait olan molekül orbitalleri meydana gelir (Ölmez ve Yılmaz, 2004).

Moleküler orbitaller atomik orbitallerin lineer kombinasyonudur. Kimyasal bağlanmanın izahında moleküler orbital teorisinin kullanılması için önce bazı kuralların ortaya konulması gerekir:

- Oluşan moleküller orbital sayısı atomik orbitallerin sayısına eşittir.
- İki atomik orbital birleştiğinde oluşan iki moleküler orbitalden birisi bağ yapan moleküler orbital olup atomik orbitallerden daha düşük enerjilidir. İkinci moleküler orbital anti-bağ orbitali olup daha yüksek enerjilidir.
- Molekülde normal olarak elektronlar en düşük enerjili orbitali seçerler.
- Verilen bir moleküler orbitalin alabileceği maksimum elektron sayısı ikidir.
- Elektronlar, aynı enerjili moleküler orbitallere çift oluşturmadan önce birer birer yerleşir.
- Atomlar arasında bir bağ formasyonu, bağ yapan moleküler elektron sayısının anti bağ orbitallerindeki aşmasını gerektirir (Bekaroğlu ve Tan, 1986).

1.9.5. Elektronegatiflik

Bir atomik orbitalin bağ yapmak üzere, diğer bir atomik orbitalden elektron çekme eğilimidir. Bir moleküldeki atomlar elektronları farklı derecede kendilerine çeker. Bazıları diğerlerine oranla bağ elektronlarını daha fazla kendine doğru çeker. Bir atomun elektron kazanma eğilimi büyükse (tıpkı Flora yakın elementler gibi), elektronegatifliği fazladır. Elektron kaybetme eğilimi varsa (alkali metaller gibi) elektropozitifliği fazladır. (Tunalı ve Özkar, 2009). Genellikle küçük atomlar, elektronları büyük atomlara göre daha fazla çeker ve bu nedenle küçük atomlar daha elektronegatifdir. Değerlik orbitalleri tam dolu olmaya yakın atomlar, daha az elektron içerenlere göre daha yüksek elektronegatifliğe sahiptir.

Belli bir atom, farklı moleküllerde farklı ortam içinde olur. Bir atomun elektronegatifliği sabit kabul edilse de, atom, içinde bulunduğu atomdan etkilenir (Ölmez ve Yılmaz, 2010).

Bir atomun elektron ilgisi, o atomun negatif iyon haline gelme yatkınlığıdır. Bir atom, bir başka atomdan daha kolay elektron alarak, negatif iyon haline geliyorsa, bu atomun elektron ilgisi, öteki atomun elektron ilgisinden fazladır. İyonlaşma enerjileri yüksek olan elementlerin, elektron ilgileri fazladır. Pozitif iyon yerine daha kolaylıkla negatif iyon teşkil ederler. Elektron ilgisi fazla olan elementler, elektron alıp, negatif iyon teşkil ederek, elektron dağılımlarını soygazların elektron dağılımlarına benzetirler (Bayın, 1982).

1.9.6. İyonlaşma Enerjisi

Bir atoma enerji verildiğinde, bir elektron daha yüksek enerji düzeyine uyarılabilir. Verilen enerji yeterli derecede büyük ise, elektron tamamen uzaklaştırılabilir. Gaz haldeki yalın bir atomdan ya da bir iyondan , en gevşek bağlı elektronu uzaklaştırmak için gerekli enerji, iyonlaşma enerjisi olarak adlandırılır (Ölmez ve Yılmaz, 2010). İyonlaşma olayında enerjisi en yüksek olan elektronu koparmak için gereken enerji daha az olduğundan önce o koparılır. Bu açıklamaya göre elektronlar koparılırken elektron dizilişinde izlenen sıranın tam tersinin izlenmesi beklenir. Gerçekte iyonlaşma olayı, baş kuantum sayısı en büyük olan orbitaldeki elektronun kopartılmasıyla başlar (Tunalı ve Özkar, 2009).

1.9.7. Koordinasyon Sayısı

Yüklü veya yüksüz bir atomu en yakından saran tanecikler sayısına koordinasyon sayısı adı verilir. Bu tanecikler atoma metalik bağlar, kimyasal bağlar, iyon bağları, Van Der Waals bağları veya bunların bir karması ile tutunmuşlardır. Bir atomun koordinasyon sayısı bileşik çeşidine göre değişebilir (Saraçoğlu, 1983).

Koordinasyon bileşiğinin merkezinde yer alan ve diğer yan gruplara bağlı olan atom veya iyon merkez atomu veya merkez iyonu denir. Bunlar genellikle metal atomu ya da kanyonlardır. Merkez atomunda kararlılığını sürdüren artı yüklü ligand yoktur. Ligand moleküllerinde merkez atoma bağlanan atoma verici atom (elektron veren atom) denir.

Merkez atoma bağılı verici atomların sayısına koordinasyon sayısı denir (Tunalı ve Özkar, 2009).

1.9.8. Oksidasyon Sayısı

Bir molekülde veya komplekste bir elementin oksidasyon sayısı, ligandların merkez atom ile paylaştığı elektronlarla beraber kaldırılması sonucu sahip olacağı yüküdür. Yani oksidasyon sayısı eğer atom, iyonların oluşturduğu bir bileşikte ise onun sahip olacağı yüküdür. Oksidasyon sayısı anorganik bileşiklerin anorganik terimlendirilmesinde kullanılır. Oksidasyon sayısındaki değişim bir kimyasal reaksiyonda kaybedilen veya kazanılan elektronların sayısını temsil eder (URL-9, 2012).

1.9.9. Hibritleşme

Atomların elektron yapısı ile molekül geometrileri arasındaki uyumsuzluğu gidermek amacıyla hibritleşme kavramı geliştirilmiştir. Buna 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. Hibritleşme yalnız yarı dolmuş orbitallerin değil, dolu ve yarı-dolu bütün değerlik orbitalleri arasında olur. Ancak merkezi atomun yapabileceği bağ sayısı onun sahip olabileceği yarı dolu orbital sayısı kadardır. Hibritleşme, kimyasal bağ sırasında gerçekleşir. Serbest haldeki atomlarda söz konusu değildir. Hibrit orbitalleri uzayda belirli şekilde yönlendirler ve bu durum molekülün geometrik biçimini belirler. 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 olmasından ileri gelir (Tunalı ve Özkan)

2. YAPILAN ÇALIŞMALAR

2.1. İnce Film ve Üretim Teknikleri

İnce filmler yarım yüzyıldan fazla elektronik cihazlar, optik, sert cihaz kaplama ve tasarım kaplamaları olarak teknolojiye girmiştir. Malzeme teknolojisinde iyi bir yeri olmasına rağmen nano-malzemelerin üretilmesi ve insan yapımı süper latis yapıların üretilmesi sürecinde hala gelişimini sürdürmektedir. Ayrıca malzemelerin toksik oranlarının azaltılmasında da ince filmlerden yararlanır. Fakat bu kullanım sadece yüzey ve film katmanıyla sınırlıdır.

İnce filmler her bir atomun tek tek bir altlık üzerine taşınması ile üretilir. İnce film atomik, iyonik yada moleküler halde tek tek yoğunlaşarak küçük boyutlu malzemeler üretilmesi olarak tanımlanır. Kalınlıkları genelde mikron ya da nano boyutta olabilir.

İnce filmlerin temel özellikleri mesela film kalınlığı, kompozisyonu, kristal fazı ve mikro yapısı film oluşturulurken belirlenen koşullarla kontrol edilebilir. İnce film özellikleri ayrıca kullanılan kaplama yöntemine ve kaplamada belirlenen şartlara bağlıdır. Örneğin; kullanılan altlık malzeme, altlık sıcaklığı, kaplama oranı (zaman) ve uygulanan basınç üretilen ince filmin yapısını belirleyen etkenlerdir (URL-10, 2011).

İnce filmleri bulk malzemelerden ayıran en önemli özellikleri şunlardır;

- Çekirdek büyütme sürecinden kaynaklanan benzersiz malzeme özellikleri,
- Kuantum boyut etkilerini içeren boyut etkisi, kalınlık tayini, kristal yönelimi ve çok katmanlı yönelimleridir.

İnce filmin oluşumu çekirdek büyütme işlemine benzerdir. Genel olarak çeşitli deneylerle ve teorik çalışmalarla büyütme işlemlerinin ortaya çıkması aşağıdaki gibi sıralanabilir:

- Altlık ile etkileşecek olan madde, hız bileşenlerini altlıkta normale düşürürler (çarpışma enerjisinin çok yüksek olmaması sağlanır) ve bu maddeler fiziksel olarak altlık yüzeyinde soğurulurlar.
- Soğurulmuş malzemeler başlangıçta altlık ile ısısal dengede değildirler ve altlığın yüzeyine doğru hareket ederler. Bu işlem sırasında birçoğu birbirleriyle etkileşime girer.

- Kümeler ya da çekirdekleşme olarak isimlendirilen düzenlenme termodinamik olarak kararlı değildir ve depolama parametrelerine bağlı olarak bir zaman sonra yüzeyden ayrılma eğilimindedir. Şayet katılama parametrelerine bağlı olarak böyle bir küme yüzeyden ayrılmaya başlamamış ve soğurulmuş türler çarpışma yaparsa, kümenin büyüklüğü artmaya başlar. Belirli bir kritik büyüklüğe ulaştıktan sonra küme termodinamik olarak kararlı olur. Kararlı, kimyasal olarak soğurulmuş ve kritik-büyüküklü çekirdek oluşumunu içeren bu basamak çekirdek evresi olarak adlandırılır.
- Kritik çekirdek, çekirdek doyurma yoğunluğuna ulaşıncaya kadar büyüklüğü bakımından da büyür. Çekirdek yoğunluğu ve ortalama çekirdek büyüklüğü, türlere etki eden enerji, etkinin oranı, soğurma aktivasyon enerjisi, ayrılma, ısıl difüzyon, sıcaklık ve altyapının kimyasal doğası gibi parametrelerine bağlıdır. Bir çekirdek hem altlık yüzeyine paralel olarak soğurulmuş türlerin difüzyonuyla büyütüldüğü gibi altlığa dik olarak direk çarpışan türlerin etkileşmesi ile de büyür. Buna rağmen, genellikle bu evredeki yanal (paralel) büyüme oranı dik olan büyümeden daha yüksektir. Bu büyütülmüş çekirdekler adalar olarak adlandırılır.
- Film oluşumu için bundan sonraki evre birleşme evresidir. Bu evre, küçük adaların birbirleriyle yüzey alanını küçültmek üzere birleşmeye çalıştıkları evredir. Büyük adaları oluşturma eğilimi "topluluk" olarak adlandırılır ve topluluk soğurulmuş türlerin yüzeydeki mobilitesini iyileştirir. Örnek olarak altlık sıcaklığını artırarak bu iyileştirme sağlanabilir. Bazı durumlarda yeni çekirdeğin oluşumu bir birleşme sonucu temiz bir alanda meydana gelebilir.
- Daha büyük adalar kaplanmamış altlıkların delikleriyle ve kanalların ayrılmasıyla birlikte büyür. Bu evredeki filmlerin yapısı tümüyle sürekli film deliklerinin ve kanalların doldurulması şartıyla sürekli olmayan ada tipilerinden gözenekli ağ tiplerine kadar değişir.

Genelde film üretilmesi şu adımları takip eder: Kaynak materyalin yoğun fazdan (katı yada sıvı) buharlaşması daha sonra da bir altlık üzerinde yoğunlaşması ve katı bir film olması sağlanır. Film üretme teknikleri Fiziksel ve Kimyasal depolama olarak iki kategori ile sınıflandırılır. Kimyasal banyo depolama, kimyasal buhar depolama ve sprey proliz kimyasal yöntemle film depolama teknikleridir. Termal buharlaşma, elektron demeti

buharlaştırma, Radyo Frekans (RF) ve Doğru Akım (DC) püskürtme (sputtering) ve darbeli lazer depolama (Pulsed Laser Deposition (PLD)) ise fiziksel yöntemle ince film üretme teknikleridir.

2.1.1. Kimyasal Banyo Depolama Yöntemi

Kimyasal banyo yöntemi kabaca, uygun stökiyometriye sahip sulu çözeltisi hazırlanan kimyasal maddeleri kullanılarak uygun sıcaklıkta uygun altlıklar üzerinde film büyütme yöntemi olarak tanımlanabilir. Bu yöntem ilk kez 1869 da tanımlandı ve birçok yarıiletken maddenin ince film olarak üretilmesinde kullanıldı. Bu yöntemde altlık hazırlanan kimyasal banyo içine daldırılır. Film üretmek için vakumlu ortama ihtiyaç yoktur. Bu yöntemde çözeltinin pH'ı önemli rol oynar ve film oluşumu sırasında çözeltinin pH'ı ve sıcaklığı aynı tutulmak zorundadır. Ayrıca bazı filmler için çözeltinin karıştırma hızı da filmin gelişmesini etkilemektedir.

2.1.2. PVD (Fiziksel Buharlaştırma)

Vakumlu ortamda, bir ısıtıcı (rezistans, lazer, elektron bombardımanı vb.) ile buharlaştırılan kaplayıcı malzeme, kaplanacak olan malzeme üzerinde ince bir film katmanı halinde biriktirilir. PVD kaplama tekniği; katı haldeki ham maddenin yüksek enerji ile plazma haline getirilerek, kontrollü olarak, kaplanacak malzemenin üzerine yapıştırılması işlemi olarak özetlenebilir. Bu teknikte kendi içinde ikiye ayrılır.

- Vakumda Buharlaştırma

Vakumda buharlaştırma en geniş şekilde kullanılan tekniklerden biridir. Bu teknik katı malzemenin yeterince yüksek sıcaklıklarda ısıtılıp buharlaştırılması ve bir film oluşması için daha soğuk olan altlık üzerine yoğunlaşmasından oluşur.

- Püskürtme (Sputtering)

Püskürtme, temel olarak bir hedef malzemenin yüzey atomlarının iyonize olmuş gaz atomları (genellikle nötr bir gaz) tarafından kaldırılarak, fırlatılması ve bu fırlatılan atomların, ince bir tabaka ile kaplanması istenen taban malzeme üzerine transferi olayıdır. Kaplama işleminde uygulanan akımın RF olması, bu teknikte, katot yüzeyindeki yükün 13.56 MHz frekansla işaret (+,-) değiştirmesini sağlayarak yalıtkan malzemelerdeki şarj

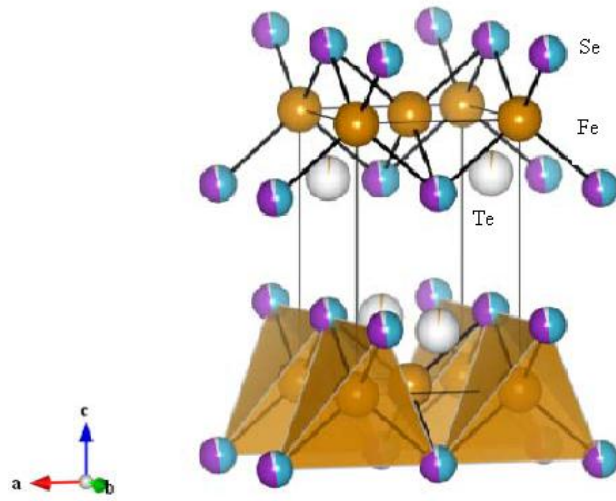
problemını önlemiş olur. DC magnetron sputtering tekniğine göre daha düşük kaplama hızlarına sahip olmasına rağmen yalıtkan katotların da püskürtülme avantajı RF magnetron sıçratma tekniğini ince film kaplama teknikleri arasında önemli bir yere koymuştur. Diğer yöntemlere göre birçok avantaj sunan bu yöntemde, katı malzeme pozitif iyonlarla bombardıman edilerek, atomlar yüzeyden kopartılır. Kaplanacak olan malzeme, hızlandırılmış iyonlar gibi enerjik parçacıklarla bombardıman edilirse, saçılan atomlar altlık yüzeyinde film tabakası oluştururlar. Püskürtme işlemlerinde, en çok kullanılan yöntem, DC saçtırma işlemidir. DC püskürtme işlemi şöyle çalışır. İki tane düzlem halinde elektrot vardır. Bu elektrotlardan birincisi soğuk katot, diğeri ise anotdur. Katodun ön yüzeyi, kaplanacak hedef malzeme ile örtülmüştür. Altlıklar ise anot üzerine yerleştirilir. Püskürtme çemberi, argon gazı ile doldurulmuştur. Işıldama deşarjı, elektrotlar arasında uygulanan dc gerilim ile oluşturulmuştur. Ar⁺ iyonları, altlık üzerinde ince bir film tabakası oluşturmak üzere hedef malzemeyi saçtırır. DC püskürtme sayesinde, metal kaynak yerine bir yalıtkan hedef olarak kullanıldığında, saçtırma deşarjı oluşmaz. Yalıtkan hedefle, ışınlama deşarjının devamı için RF voltaj kullanılır. Bu sisteme RF- diyot saçtırma adı verilir. Reaktif püskürtme tekniğinde ise, püskürtme çemberine verilen reaktif gazlar (oksijen, nitrojen vb.), hedefle reaksiyona girerek saçtırır ve film oluşmasını sağlarlar. Böyle reaktif gazlar bazen vakum çemberini temizlenmesinde de kullanılmaktadır (URL-11, 2012).

2.2. Fe_ySe_{1-x}Te_x Süperiletken İnce Filmlerin Üretilme Süreci

2008 yılında Fe tabanlı LaFeAsO süperiletkeninin keşfinden sonra birçok sayıda Fe tabanlı süper iletkenler için araştırma yapılmıştır. FeSe (Kamihara vd. 2008) (Fe-11) fazı tetragonal PbO tipine sahip bileşiklerin arasında en basit kristal yapısına sahip olması nedeniyle magnetik yapısı ve fiziksel yapısı süperiletken çalışması yapan araştırmacıların ilgisini çekmiştir. Fe_ySe_(1-x)Te_x ince filmlerinin kristal yapısı Şekil 11.'de görülmektedir. Süperiletkenlik geçiş sıcaklığının FeSe için 8K'den 14 K' ne kadar kademeli olarak Te katkısı yapılarak artırılması sağlanmıştır. Hidrostatik basınç altında ise kritik sıcaklık değeri yaklaşık FeSe için 8 K'den 37K'ne kadar artırılabilmiştir. Fe_ySe_(1-x)Te_x bileşiği için çok sayıda çalışma yapılmasına rağmen hala süper iletkenliği artıran asıl faktörün ne olduğu net değildir. Bazı araştırmacılar ince film yapımında kullanılan altlığın T_c değeri için etkili olduğunu savunmuştur. Örneğin MgO ve LaAlO₃ (LaO) altlıklarının ve SrTiO₃

(STO) üzerinde oluşturulmuş olan filmlerde Tc değerinin daha fazla olduğunu savunmuşlardır (Han vd., 2009, Bellingeri vd., 2009, Si vd., 2009). Bunun aksine ise bazı gruplar (Kumary vd., 2009) STO ve LAO üzerinde yaptıkları çalışmalarda Tc değerinde belirgin bir fark olmadığını gözlemişlerdir.

Bu çalışmada da $Fe_ySe_{0.5}Te_{0.5}$ ince filmlerin üretim aşamasında MgO, SrTiO₃ (STO), (LaAl)_{0.7}(SrAl_{0.5}Ta_{0.5})_{0.3}O₃ (LSAT), Ytria Stabilized Zirconia (YSZ) gibi altlıklar kullanıldı. Filmler üretildikten sonra kimyasal yapı ve yüzey analizi yapıldı.

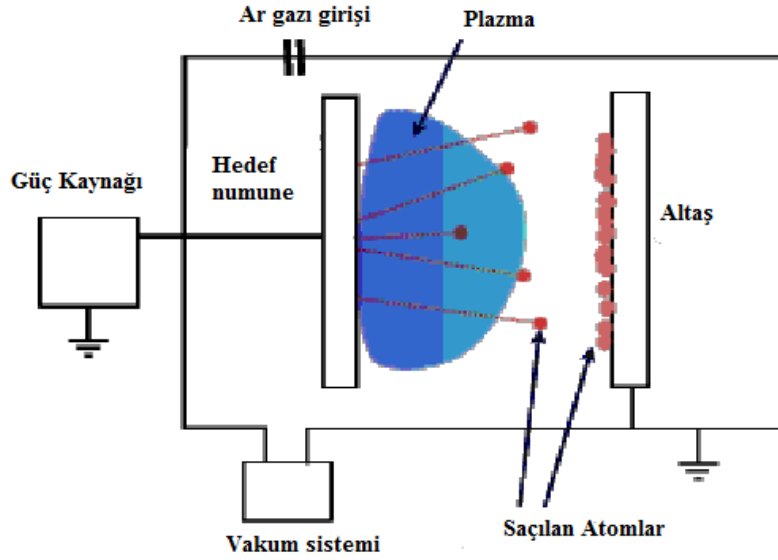


Şekil 11. $Fe_ySe_{(1-x)}Te_x$ ince filmlerin tetragonal kristal yapısı

İnce filmler RF sputtering (püskürtme) yöntemiyle Oxford Üniversitesi Malzeme Bölümü laboratuvarlarında üretildi. Püskürtme çemberinde kullanılan hedef malzemenin iletken olması nedeniyle RF saçılma yöntemi tercih edildi. Püskürtme işlemi için satın alınan Fe (99,9% saflıkta), Se (99,99% saflıkta) ve Te (99,97 saflıkta) tozları stokiometrik oranlarda; (hedef malzemenin element içeriği $FeSe_{0.5}Te_{0.5}$ olacak şekilde) glovebox Argon gazı ile şişirilerek inert bir ortam sağlanarak karıştırıldı. Daha sonra 24 saat süreyle küçük seramik topların içinde bulunduğu plastik şişe içerisinde milling cihazı kullanılarak hem homojen hem de küçük taneli bir karışım olması sağlandı. Soğuk olarak 8 ton basınçta 2 inç'lik hedef numune olarak basıldı ve gümüş yapıştırıcı ile 2 inç kesilmiş olan gümüş plaka üzerine yapıştırılıp, bir gün beklendi. Yapışmış hedef numune çember içerisindeki numune turtucuya yerleştirildi.

Alkol ve aseton yardımı ile temizlenip kurutulan altlıklar (MgO, STO, LSAT, YSZ) çemberin içerisine yerleştirilerek sistemin temizlendiğinden emin olmak için yüksek

vakum altına alındı. Altlıklar sistem tarafından 300-350 °C' ye kadar ısıtılan çember içerisinde 2×10^{-2} mbar Argon basıncı altında plazma ateşlendi ve 15 ile 60 dakika sürelerde ince filmlerin üretilmesi sağlandı. Şekil 12' te yapılan deneyin şematik gösterimi yer almaktadır. Daha sonra bazı numunelere 350-450 °C sıcaklıklarda sistem ısıtılarak çember içerisinde ve kuvars tüp içerisinde vakumlanarak ya da Argon basıncı altında sinterlenme işlemi yapılarak sonra 18 dakika süre ile ısıl işleme tabi tutuldu. Bu şekilde Argon basıncının ve yüksek vakumun numuneler üzerinde etkisi gözlemlendi. Üretilen ince filmlerin kalınlığının, püskürtme süresi ve uygulanan sıcaklığına bağlı olarak yaklaşık 100 nm ile 500 nm arasında değişen kalınlıkta olması sağlandı. Şekil 13.'te püskürtme deneyinde kullanılan cihazlar gösterilmiştir.



Şekil 12. Püskürtme deneyinin şematik gösterimi (URL-13)

Üretilen ince filmlerdeki fazın saflığı, kristal yapısı XRD (X-ray diffraction) $\text{Cu K}\alpha$ ışını ile uyarılan, 35 KW ve 50 mA'de X-ışını üreten PW179 Philips $\theta-2\theta$ diffractometeri ile 2θ değerleri $10^\circ-70^\circ$ arasında ve 0.02° $2\theta/0.5s$ adımda yapıldı. Kristal fazları 2θ değerleri ve şiddetleri karşılaştırılarak belirlendi. Şekil 14.'te XRD ölçümü için kullanılan laboratuvar ve XRD sistemi gösterilmiştir.

Kristal yönelimlerinin belirlenmesi için Philips X'Pert XRD (Materials Research Diffractometer) dört-halkalı diffractometeri ile pole-figure, ϕ ve ψ taraması yapıldı. Ölçümlerden sonra alınan veriler pik genişliği, pik yüksekliği, pik yeri background ışımaya

seviyesini tespit eden Panalytical X'pert highscore yazılımı kullanılarak tespit edildi (URL-12, 2012). Şekil 15'te X'pert texture XRD sisteminin şematik diyagramı, Şekil 16. ve Şekil 17.'de ise numunenin sisteme yerleştirilmesi ve sistem geometrisi gösterilmiştir.

Üretilen ince filmlerin düşük sıcaklık direnç ölçümleri Quantum Design MPMS sistemi ile 2K'e kadar inilerek ölçüldü.

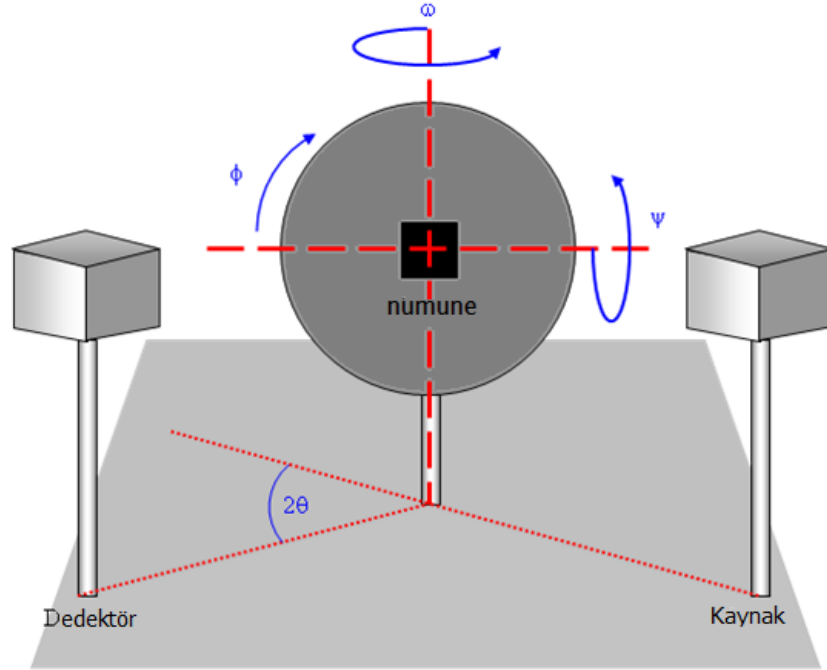
$Fe_ySe_{(1-x)}Te_x$ (FST) ince filmleri yüzeyindeki kimyasal yapıdaki çeşitlilik EDX (Energy Dispersive X-ray) Oxford Instruments INCA system JEOL JSM 6300 SEM (Scanning Electron Microscope) cihazları ile incelendi. Daha sonra numunelerin element konsantrasyonları ve floresans parametre hesapları Canberra marka Ultra LE-Ge EDXRF dedektörü ile ölçülerek hesaplandı.



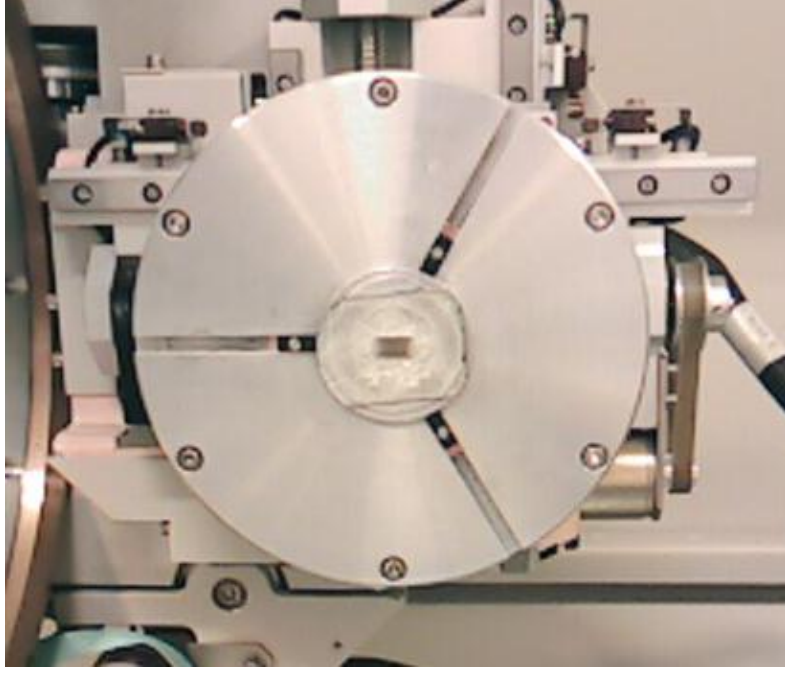
Şekil 13. Sputtering (Püskürtme) cihazı ve görünen Argon Plasma (HTS Laboratuvarı, Oxford Üniversitesi)



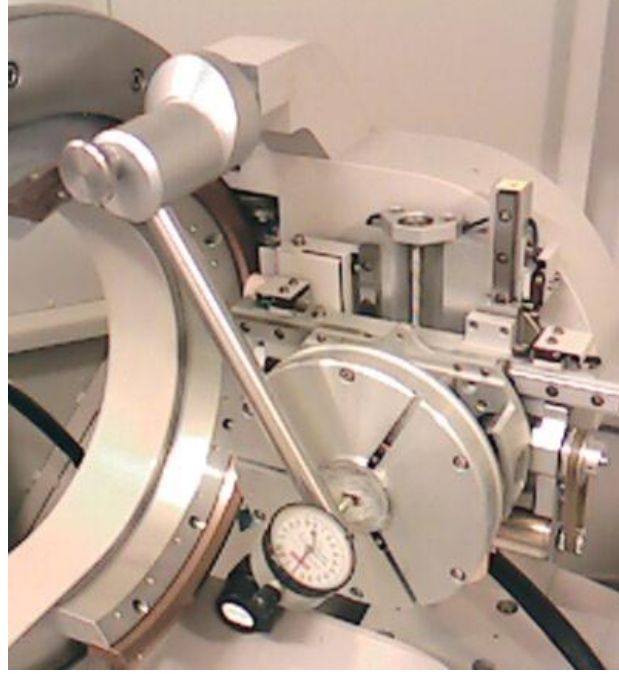
Şekil 14. XRD Laboratuvarı, (Oxford Üniversitesi, 2011)



Şekil 15. X'pert texture XRD diyagramında 2θ , ω , ψ , ϕ eksenleri (Speller, 2011)



Şekil 16. X'Pert diffractometer'de numunenin sistem yerleştirilmesi (XRD Laboratuvarı, Oxford Üniversitesi)

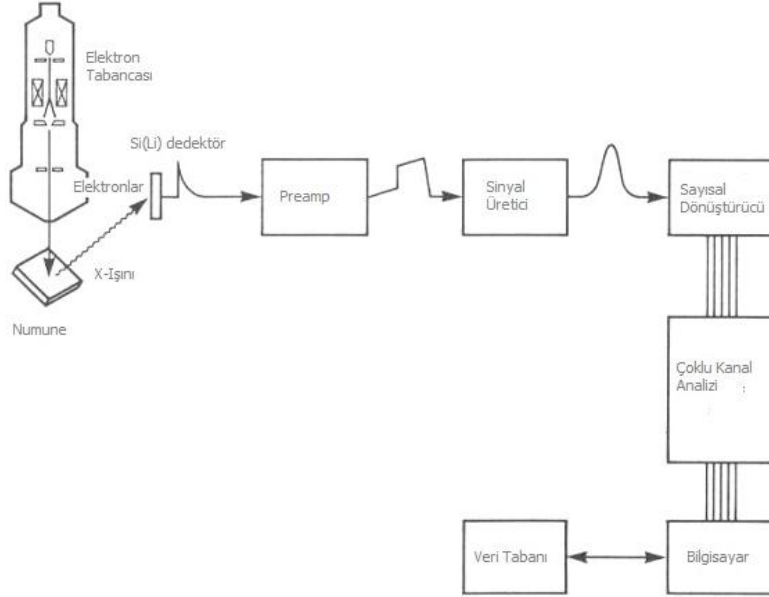
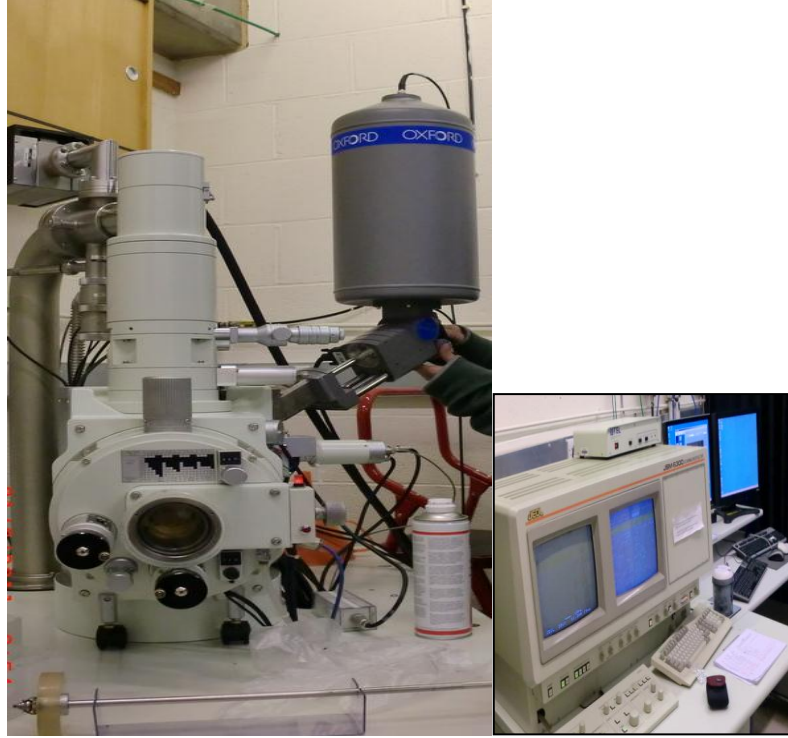


Şekil 17. X'Pert diffractometre sistemine yerleştirilen numunenin geometrisinin ayarlanması (XRD Laboratuvarı, Oxford Üniversitesi)

2.3. SEM (Taramalı Elektron Mikroskobu)

Taramalı Elektron Mikroskobu, yüksek çözünürlüklü görüntü oluşturmak için vakum ortamında oluşturulan ve aynı ortamda elektromagnetik lenslerle inceltileen elektron demeti ile incelenecek malzemeyi analiz etme imkanı sunar. Mikroskopta oluşturulan görüntüler, elektron demetinin malzeme ile olan etkileşiminden ortaya çıkan ışımalar veya geri saçılan elektronlar sayılarak oluşturulur. Bunlar ikincil elektron yansımali (*secondary electron image*) geri saçılmış uğramış elektronlar (*backscattered electrons*), karakteristik x ışınları, Auger elektronları, vs.

Bu çalışmada ince filmler için yapılan mikroskobik çalışmaların büyük kısmı tungsten iplikle kaplanmış JEOL-JSM 6300 Taramalı Elektron Mikroskobu [Scanning Electron Microscope (SEM)] ile yapıldı. Laboratuarda kullanılan SEM/EDX sistemi ve çalışma prensibi Şekil 18’da görülmektedir. Bu mikroskopta öncelikli olarak ikincil elektron dedektör kullanılır [Electron Backscattered Dedector (EBSD)] ve numune tarafından esnek saçılan elektronları ölçülür. SEM yüksek atom numarası, saçılan elektron numaralarında oldukça etkilidir. Bu nedenle numuneler elektron mikroskobu ile görüntülenirken yüksek atom numaralı ağır elementlerin bulunduğu bölge daha parlak görülür. Ayrıca elektron mikroskobuna bağlı olan Oxford Instruments firması tarafından üretilen bir enerji ayrımlı X-Işını dedektörü (EDX) mevcuttur. Bu detektör ise üretilen ince filmlerin kimyasal yapı analizi ve stokiyometri uygunluk tespitinde kullanıldı.



Şekil 18. SEM/EDX JMS 3600 taramalı elektron mikroskobu (Oxford Üniversitesi) ve çalışma prensibi (Perez, 2011)

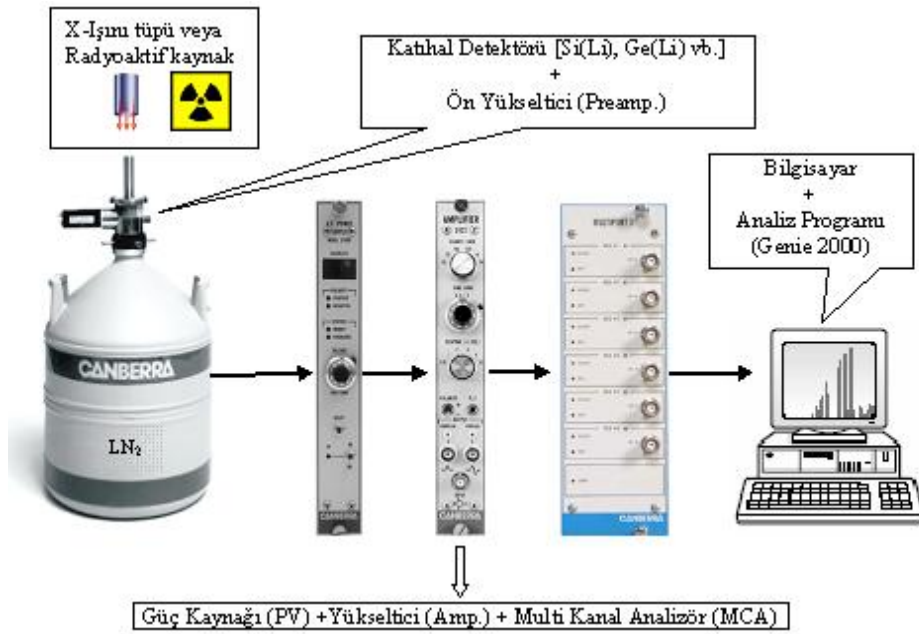
2.4. Enerji Ayrımlı X-ışını Floresans Spektroskopisi (ED-XRF)

Ölçüm aşamasında malzemeye zarar vermemesi, her ölçümde yüksek çözünürlüklü çok hassas (0.1%) ölçüm yapması nedeniyle fiziğin bir çok alanında ve malzeme alanlarında X-ışını floresans spektroskopisi (XRF) tercih edilir., Atom numarası $Z > 4$

büyük elementlerin kalitatif ve kantitatif miktarını milyonda bir oranında hassasiyetle belirlemede kullanılan tahripsiz analitik metotlardan biridir. Günümüzde ED-XRF cihazlarını temel alan birçok laboratuvarlarda katıhal detektör tipi olarak Si(Li) veya yüksek saflıkta HPGe dedektörleri tercih edilmektedir. Genel olarak ED-XRF spektrometreleri;

- X-ışını kaynağı (X-ışını tüpü veya radyoaktif kaynak)
- Katıhal detektörü (Si(Li), HpGe, Ge(Li), vb.)
- Destekleyici elektronik kısım (PV, Amplifer , PC vb.,)

olmak üzere temel üç kısımdan meydana gelmektedir. Şekil 19.'de EDXRF dedektörünün şematik olarak çalışma prensibi gösterilmektedir.

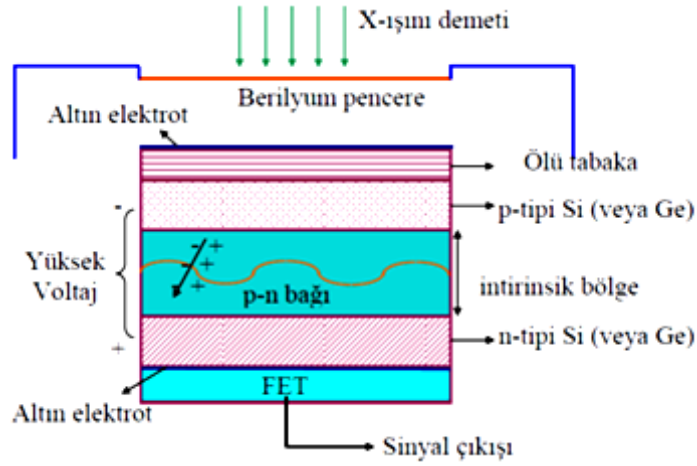


Şekil 19. ED-XRF sisteminin bölümleri

XRF alanındaki analiz çalışmalarında büyük bir kısmında kimyasal yapı analizleri için “yumuşak” (soft) X-ışını spektrumları kullanılır. Yumuşak X-ışını pikleri, salınmış atomun etrafındaki elektronik yapıyı (veya kimyasal bağlanmayı) direkt belirleyen ince yapının sıkça görünümünü sağlar. Böylece pik pozisyonundaki kayma, şiddet dağılımındaki değişim veya ekstra piklerin görünümü durumları, oksidasyon durumu, koordinasyon sayısı ve kovalent bağlı ligandların doğası gibi çeşitli kimyasal faktörlerle ilişkilidir Brundle vd., (1992); Apaydın, (2006).

2.4.1. Ultra-LEGe Yarıiletken Detektörü ve Çalışma Prensibi

Germanyum detektörler intrinsik bölgesi (I), iyonize radyasyona özellikle X- ve γ -ışınlarına duyarlı olan bir P-I-N yapıya sahip yarı iletken diyotlardır. Detektöre 300-1000 V'luk bir ters besleme potansiyeli uygulandığında meydana gelen elektrik alanı, sayaca giren radyasyonun ortaya çıkardığı elektron boşluk serbest yüklerini süpürür. Elektronlar n- tipibölgeye, boşluklar ise p-tipi bölgeye sürüklenirler. Gelen foton tarafından detektörde depolanan enerji ile orantılı olan bu yük, bir ön yükseltici tarafından bir voltaja dönüştürülür. Şekil 20'de hole hareketi ve dedektörün şematik gösterimi görülmektedir.



Şekil 20. Yarı iletken detektörlerde p-n eklemi (Çevik, 1994)

Bu tez çalışmamızda kimyasal ve ince film numunelerindeki spektrumların tespiti için Ultra LE-Ge dedektörü ve buna bağlı olan elektronik sistem kullanılmıştır. Bu detektörler yaklaşık 200 eV'tan 500-600 eV'a kadar olan enerji bölgesini içine almaktadır. Dedektörün en önemli özelliği alanı ve kalınlığıdır. Sayım için önemli olan geometrik verimlilik, detektör alanı arttıkça artar Kullandığımız sayacın aktif alanı 30 mm² ve kalınlığı 5 mm'dir. Germanyum dedektörleri çevresel ve elektronik gürültülerden korunmak yani ayırma gücünün en iyi olması amacıyla 77 K sıcaklığında sıvı azot bulunan 30 litrelik davar içinde muhafaza edilir. Dedektörün dış oramdan gelebilecek yüzey kirlenmesini önlemek için 30 mikron kalınlığında Be pencere ile koruma altına alınmıştır.

Dedektörlerin ayırma gücünü etkileyen başlıca faktörler;

a) Yük oluşma işleminin istatistiği

b) Her bir dedektörün kendisinden, yükselticiden ve ön yükselticiden kaynaklanan elektronik gürültü

c) Üretilen yükün eksikliği

Enerji rezolüsyonu pik genişliği ile ifade edilir. Pik genişliğine istatistiksel dağılımın etkisi, her bir detektör materyaline özgüdür. Tek kristal Germanyumda bant genişliği E_g ; 77 K'de 0,67 eV'tur. Ge kristalinde serbest elektron-delik çifti oluşturmak için gerekli olan ortalama enerji $\varepsilon=2,96$ eV'tur. E_g ve ε arasındaki bu fark gösterir ki Gelen parçacıklarının enerjisinin bir kısmı yük taşıyıcı üretmeyen süreçlerde harcanır. Elektron-delik çifti üretmeksizin enerji tüketen herhangi süreç, detektör sinyalinin üretimine katkıda bulunmaz. Detektörde depo edilen enerji E ise, yük taşıyıcıların ortalama sayısı E/ε dir. Elektron-boşluk üretimi tamamen istatistiksel ise, Poission istatistiği uygulanacak ve çift sayılarının ortalama sayısı;

$$\sigma = \sqrt{\frac{E}{\varepsilon}} \quad (2.1)$$

olacaktır. Gözlemlenen istatistiksel sapma Fano faktör (F) terimi ile açıklanır.

$$\sigma = \sqrt{\frac{FE}{\varepsilon}} \quad (2.2)$$

Burada F , 0 ile 1 bir arasında değerler alır. $F=0$ ise üretilen çiftlerin sayısında hiçbir istatistiksel dalgalanma yoktur. Bu durumda tüm enerji yük çiftlerinin üretimi için kullanılacak. $F=1$ ise üretilen çiftlerin sayısı Poission istatistiği ile yönetilir. $F<1$ ise elektron-boşluk çiftinin üretimi Poission istatistiğine tamamı ile uymazlar. Yarı iletken detektörler için F yaklaşık olarak 0.06 dır. İstatistik dalgalanmadan dolayı pik genişliğine katkı aşağıdaki denklemlerle ifade edilir.

$$W_f = 2\sqrt{2(\ln 2)\varepsilon FE} \quad (2.3)$$

Detektörü takip eden tüm elektronik bileşenlerin sebep olduğu elektronik gürültü pik genişlemesine sebep olur. Enerji rezolüsyonu üzerine gürültü etkisini görmek için sabit V

yükseklikli pulsları düşünelim. Gürültünün yokluğunda bu pulsların dağılımının FWHM'si sıfırdır. Eğer gürültü var ise, pulslar gürültünün üzerine eklenecektir ve V'de merkezlenmiş $w_n = 2\sqrt{2(\ln 2)}\sigma_n$ genişlikli bir gaussian dağılıma sahip olacaktır. Gürültüden kaynaklanan genişleme istatistiksel etkiden dolayı kaynaklanan etkileşimin yanında çok küçüktür. (Cengiz 2011)

Yarı iletken dedektörlerde eksik yük toplanması, taşıyıcıların tuzaklanmasından dolayıdır. Tuzaklanan yük miktarı dedektörde depolanan enerji ile dolayısı ile gelen parçacığın enerjisi ile orantılıdır. Bunun için rezolüsyon, yüksek enerjilerde düşük enerjilerden daha fazla tuzaklanma etkileri tarafından etkilenir. Tuzaklanma etkileri dedektörün yapıldığı materyale bağlıdır (Tsoulfanidis, 1995).

Toplam pik genişliğinin karesi:

$$W^2 = W_i^2 + W_x^2 + W_e^2 \quad (2.4)$$

ile verilir. Burada W_i her bir dedektör materyaline özgü olan yük oluşma istatistiğinden gelen katkıdır. W_x tuzaklanma gibi dedektör etkilerinden gelen katkı, W_e ise elektronik devrelerden gelen katkıdır.

2.4.2. Sayma Sistemi

Bir sayma sistemi öncelikle bir dedektör, ön yükseltici ve yükseltici, analog sayısal dönüştürücü (ADC), yüksek voltaj kaynağı (HV), çok kanallı analizör (MCA) ve bilgisayar sisteminden oluşur. Dedektörden alınıp bilgisayara ulaşan veriler "Genie 2000" programı yardımıyla görünür ve değerlendirilir.

2.4.3. Yüksek Voltaj Kaynağı

Dedektörün çalışması için gerekli olan pozitif veya negatif voltajı sağlar. En uygun voltaj üretici firmanın belirttiği katalog değerine uygun seçilir. Çalışmamızda kullandığımız Canberra marka dedektörün çalışma voltajı yaklaşık olarak -500V olarak belirtilmiştir.

2.4.4. Ön Yükseltici

Ön yükseltini temel amacı, detektör çıktısı ile sayma sisteminin geri kalan kısmı arasında iyi bir bağlantı sağlamaktır. Ayrıca ön yükseltici, sinyali değiştirebilen elektronik gürültüyü minimum seviyeye indirmek içinde gereklidir. Detektörden çıkan sinyal zayıftır ve bu sinyal kaydedilmeden önce yükseltmek zorundadır. Ön yükseltici detektörden gelen gelen yük pulsunu voltaj pulsuna çevirir. Meydana gelen pulsların yükseklikleri ve genlikleri dedektörde toplanan yük miktarı ile orantılı olmalıdır.

2.4.5. Analog Dijital Dönüştürücü

Analog sayısal dönüştürücünün (ADC) amacı yükselticiden gelen analog puls, genliği ile ve dolayısıyla X-ışını fotonunun enerjisiyle orantılı bir tam sayıya çevirmektir. Sayılmış olan her bir puls yüksekliği kadar sayı analizörün hafızasında toplanır. Sonuçta bu bilinen bir enerji spektrumu olarak ekrana aktarılır.

2.4.6. Çok Kanallı Analizör

Çok kanallı analizör (MCA) pulsları şiddetlerine göre depolar ve kaydeder. Her depolama birimi kanal olarak adlandırılır. Pulsun şiddeti detektöre giren parçacığın enerjisi ile orantılıdır. Her bir puls belirli bir enerjiye göre belirli bir kanalda depolanır. Kanallarda pulsların dağılımı, parçacıkların enerjilerinin dağılımının bir şeklidir. Sayma periyodunun sonunda, kaydedilen spektrum çok kanallı analizör ekranı üzerinde görüntülenebilir. Yatay eksen kanal sayısı veya parçacık enerjisi, dikey eksen ise kanal başına kaydedilen parçacıkların sayısıdır (Tsaulfanidis, 1995).

2.4.7. Detektör Verimi

EDXRF sistemi ile yapılan çalışmalarda detektör veriminin bilinmesi gerekir. Detektör verimi, detektörde sayılabilir büyüklükte puls üreten fotonların sayısının, detektöre gelen fotonların sayısına oranı ya da detektörde sayılabilir büyüklükte puls üreten fotonların yüzdesi olarak tanımlanır.

Detektör verimliliğinin tayini için kalibre edilmiş kaynaklara ihtiyaç vardır. Bu kaynakların bozunmalarında foton yayımlama ihtimali değerleri bilinmelidir. Detektör verimliliğini etkileyen faktörleri kolimatör faktörü, detektör maddesi, detektörün hassas bölgesi, imalat faktörü ve kıyılarından kaçmalar şeklinde sıralayabiliriz.

2.4.7.1. Detektör Verimliliğinin Ölçülmesi

Verim tayini için genelde nokta kaynaklar kullanılır. Kaynağın şekli farklı olduğunda, kaynak homojen olarak foton yayımlayamayacağından bu durum detektör verimini etkiler. Bunun için kaynağın en çok fotonları yaydığı bölgesi detektörün ortasına gelecek şekilde yerleştirilmeli ve kaynak sabitleştirilmelidir.

Bir detektörün bir enerjideki verimi, detektörden sabit bir uzaklıkta bulunan standart kaynaktan birim zamanda detektöre gelen ve sayılan fotonların sayısını bilmekle tayin edilebilir. Bu şekilde elde edilen verim bütün geometri ve soğurma faktörlerini içine almaktadır.

Kullanılan kaynağın verim tayini yapılırken şiddeti (I);

$$I = I_0 \exp(-\lambda t) \quad (2.5)$$

bağıntısı ile bulunur. Burada I_0 kaynağın ilk şiddeti, λ bozunma sabiti ve t ise kaynağın imalatından ölçüm alınmaya kadar geçen süredir. Eğer kaynaktan çıkan fotonlar farklı enerjilerde ise yayımlanan fotonların her enerjideki yayımlanma kesri tespit edilmelidir. Tespit edilen enerjideki yayımlanan foton sayısı (I_{Ex}),

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

denklemleri ile verilmektedir. Burada W_{Ex} , E_x enerjisinde yayımlanan fotonların kesridir. (2.6) denkleminde bulunan şiddet, 360° lik geometrik sayımda olduğundan detektörün bu enerjideki verimi,

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

ile verilir. Burada I_d , detektörün ilgili enerjide saydığı foton sayısıdır. Deneysel olarak E enerjisindeki fotopik verimliliği,

$$\varepsilon(E) = \frac{4\pi N_E}{\Omega_0 TRP_E} \quad (2.8)$$

bağıntısından hesaplanabilir. Burada N_E , T zamanı içinde detektörde sayılan foton sayısı, R ve P_E ise sırasıyla kaynağın bozunma hızı ve E enerjili fotonun kaynaktan yayınlanma ihtimaliyetidir. Sayma için etkin katı açı Ω_0 ise;

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

bağıntısıyla verilebilir. Mutlak verimlilik tayininde katı açı düzeltmesi yoktur. Bu nedenle mutlak verimlilik

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

şeklinde yazılabilir.

Kaynaktan gelebilecek hataları ortadan kaldırmak için, bağıl verimlilik tayininin yapılması daha uygundur. Detektör yapısının bozulmasından dolayı verimliliğin zamanla değişeceği de dikkate alınmalıdır. Ultra-LEGe detektörünün verimlilik eğrisi tayini yapılırken aşağıdaki sınıflandırma yapılabilir (Ertuğral, 2004).

- Mutlak verimlilik: Sayaçta sayılan fotonların, radyoizotop kaynak tarafından tüm doğrultularda yayımlanan fotonlara oranıdır ve kaynak sayaç uzaklığına bağlıdır.
- İntirinsik verimlilik: Sayacın intirinsik bölgesinde sayılan fotonların, bu bölgeye gelen fotonların sayısına oranıdır.
- Bağıl verimlilik: Herhangi bir enerjideki sayaç verimliliğinin diğer enerjilerdeki sayaç verimliliğine oranı olarak tanımlanır.
- Fotopik (Sayma) verimliliği: Sayaçta, ilgili enerjide sayılabilir büyüklükte puls meydana gelme ihtimaliyetidir.

- Radyal verimlilik: Herhangi bir enerjide sayaç verimliliğinin sayaç yarıçapına bağlı olarak değişimini ifade eder.

2.5. K ve L Kabuklarının X-Işını Üretim Tesir Kesiti Teorik Hesabı

K tabakası soğurma kıyısında daha büyük enerjilere sahip fotonlarla uyarılan elementlerin K tabakasının foto iyonizasyonu sonucu oluşan boşlukların doldurulması ile yayınlanan karakteristik X-ışınlarının üretim tesir kesitleri K kabuğuna ait atomik parametreler kullanılarak teorik olarak aşağıdaki denklemlerle hesaplanmıştır.

$$\sigma_{K_i} = \sigma_K^P(E) \omega_K F_{K_i} \quad (2.11)$$

burada $\sigma_K^P(E)$ bir elementi E uyarma enerjisindeki K kabuğu iyonizasyonu tesir kesiti (Scofield, 1973), ω_K K kabuğu floresans verimi (Krause, 1979), F_{K_i} K_i X-ışını grubunun kısmi yayılım hızı olup aşağıda gösterilmiştir.

$$F_{K\alpha} = \left(1 + \frac{I_{K\beta}}{I_{K\alpha}}\right)^{-1} \quad (2.12)$$

$$F_{K\alpha_1} = \frac{I_{K\alpha_1}}{I_{K\alpha} + I_{K\beta}} \quad (2.13)$$

$$F_{K\alpha_2} = \frac{I_{K\alpha_2}}{I_{K\alpha_1}} F_{K\alpha_1} \quad (2.14)$$

$$F_{K\beta} = 1 - F_{K\alpha} \quad (2.15)$$

$$F_{K\beta_1} = \frac{I_{K\beta_1}}{I_{K\alpha_1}} F_{K\alpha_1} \quad (2.16)$$

$$F_{K\beta_2} = \frac{I_{K\beta_2}}{I_{K\alpha_1}} F_{K\alpha_1} \quad (2.17)$$

I_{Ki} , X-ışını şiddetidir (Scofield, 1974). Hesaplanan yayılım hızı değerleri Tablo 2’de verilmektedir.

Tablo 2. Atom numarasına göre F_{Ki} değerleri

Element	$F_{K_{\alpha 1}}$	$F_{K_{\alpha 2}}$	$F_{K_{\alpha}}$	$F_{K'_{\beta 1}}$	$F_{K'_{\beta 2}}$	$F_{K_{\beta}}$
^{26}Fe	0.5911	0.3020	0.8931	0.1078	0.1078
^{34}Se	0.5770	0.2980	0.8750	0.1190	0.0055	0,1245
^{40}Zr	0.5595	0.2924	0.8519	0.1308	0,0175	0.1483
^{51}Sb	0,5388	0.2886	0.8274	0.1443	0.0268	0,1711
^{52}Te	0.5357	0.2880	0.8237	0.1452	0,0276	0.1728

L kabuğu üretim tesir kesiti değerleri aşağıdaki denklemler kullanarak hesaplanmıştır.

$$\sigma_{L\ell} = \left[\sigma_{L1}^P (f_{12}f_{23} + f_{13}) + \sigma_{L2}^P f_{23} + \sigma_{L3}^P \right] \omega_3 F_{3\ell} \quad (2.18)$$

$$\sigma_{L\alpha} = \left[\sigma_{L1}^P (f_{12}f_{23} + f_{13}) + \sigma_{L2}^P f_{23} + \sigma_{L3}^P \right] \omega_3 F_{3\alpha} \quad (2.19)$$

$$\begin{aligned} \sigma_{L\beta} &= \sigma_{L1}^P \omega_1 F_{1\beta} + \left[(\sigma_{L1}^P f_{12}) + \sigma_{L2}^P \right] \omega_2 F_{2\beta} \\ &+ \left[\sigma_{L1}^P (f_{12}f_{23} + f_{13}) + \sigma_{L2}^P f_{23} + \sigma_{L3}^P \right] \omega_3 F_{3\beta} \end{aligned} \quad (2.20)$$

$$\sigma_{L\gamma_1} = \left[(\sigma_{L1}^P f_{12}) + \sigma_{L2}^P \right] \omega_2 F_{2\gamma_1} \quad (2.21)$$

$$\sigma_{L\gamma_{2,3}} = \sigma_{L1}^P \omega_1 F_{1\gamma_{2,3}} \quad (2.22)$$

Burada σ_{Li}^P ($i=1, 2, 3$) L alt kabukları fotoelektrik tesir kesitleridir (Scofield, 1973), ω_i L_i alt kabuğu floresans verimleridir (Krause, 1979), f_{ij} i ($i=1, 2$) alt kabuğundan f_{ij} ($j=2, 3$) alt kabuğuna Coster-Kronig geçiş ihtimaliyetidir (Krause, 1979). F_{ij} L X-ışını için geçiş hızı ihtimaliyetleri olup,

$$F_{3l} = \frac{\Gamma_{3l}}{\Gamma_3} \quad (2.23)$$

$$F_{3\alpha} = \frac{\Gamma_{3\alpha1} + \Gamma_{3\alpha2}}{\Gamma_3} \quad (2.24)$$

$$F_{3\beta} = \frac{\Gamma_{3\beta2} + \Gamma_{3\beta6} + \Gamma_{3\beta7} + \Gamma_{3\beta15}}{\Gamma_3} \quad (2.25)$$

$$F_{2\beta} = \frac{\Gamma_{2\beta1}}{\Gamma_2} \quad (2.26)$$

$$F_{2\gamma1} = \frac{\Gamma_{2\gamma1}}{\Gamma_2} \quad (2.27)$$

$$F_{1\beta} = \frac{\Gamma_{1\beta3} + \Gamma_{1\beta4} + \Gamma_{1\beta9} + \Gamma_{1\beta10}}{\Gamma_1} \quad (2.28)$$

$$F_{1\gamma2,3} = \frac{\Gamma_{1\gamma2} + \Gamma_{1\gamma3}}{\Gamma_1} \quad (2.29)$$

ile bulunabilir. Burada Γ_i ($i=1,2,3$) ise L_i alt tabakalar olan toplam ışımali geçiş ihtimaliyetidir. $\Gamma_{3\alpha1}$ ise M_5 alt tabakalarından L_3 tabakasını doldurmak için meydana gelen $L_{\alpha1}$ çizgilerinin ışımali geçiş ihtimaliyetidir. Diğer geçişlerde

$$\Gamma_{3\alpha1} = \Gamma_3(M_5 - L_3), \Gamma_{3\alpha2} = \Gamma_3(M_4 - L_3), \Gamma_{3l} = \Gamma_3(M_1 - L_3) \quad (2.30)$$

$$\begin{aligned} \Gamma_{3\beta2} &= \Gamma_3(N_5 - L_3), \Gamma_{3\beta15} = \Gamma_3(N_4 - L_3), \Gamma_{3\beta6} = \Gamma_3(N_1 - L_3), \\ \Gamma_{3\alpha1} &= \Gamma_3(M_5 - L_3), \Gamma_{3\alpha2} = \Gamma_3(M_4 - L_3), \Gamma_{3l} = \Gamma_3(M_1 - L_3) \end{aligned} \quad (2.31)$$

$$\Gamma_{2\beta1} = \Gamma_2(M_4 - L_2), \Gamma_{2\beta17} = \Gamma_2(M_3 - L_2), \Gamma_{2\gamma1} = \Gamma_2(N_4 - L_2) \quad (2.32)$$

$$\begin{aligned} \Gamma_{1\beta9} &= \Gamma_1(M_5 - L_1), \Gamma_{1\beta10} = \Gamma_1(M_4 - L_1), \\ \Gamma_{1\beta3} &= \Gamma_1(M_3 - L_1), \Gamma_{1\beta4} = \Gamma_1(M_2 - L_1) \end{aligned} \quad (2.33)$$

$$\Gamma_{1\gamma2} = \Gamma_1(N_2 - L_1), \Gamma_{1\gamma3} = \Gamma_1(N_3 - L_1) \quad (2.34)$$

şeklindedir (Scofield, 1974). F_{ij} 'nin ($i=1,2,3$ ve $j= l, \alpha, \beta, \gamma$) atom numarasıyla değişimi aşağıda Tablo 3'te verilmiştir.

Tablo 3. Atom numarasına göre F_{ij} değerleri

Element	$F_{1\beta}$	$F_{1\gamma_{2,3}}$	$F_{2\beta}$	$F_{2\gamma_1}$	F_{3_l}	F_{3_α}	F_{3_β}
^{73}Ta	0.7641	0.1866	0.8177	0.1503	0.0372	0.8070	0.1544
^{74}W	0.7611	0.1870	0.8149	0.1516	0.0376	0.8037	0.1567

2.6. K ve L X-ışını Şiddet Oranı Teorik Hesabı

Çalışmamızda I_{Ki}/I_{Kj} ve I_{Li}/I_{La} şiddet oranı teorik ifadesi K ve L X-ışını tesir kesitlerinin oranı yardımıyla hesaplanmıştır. Bu da,

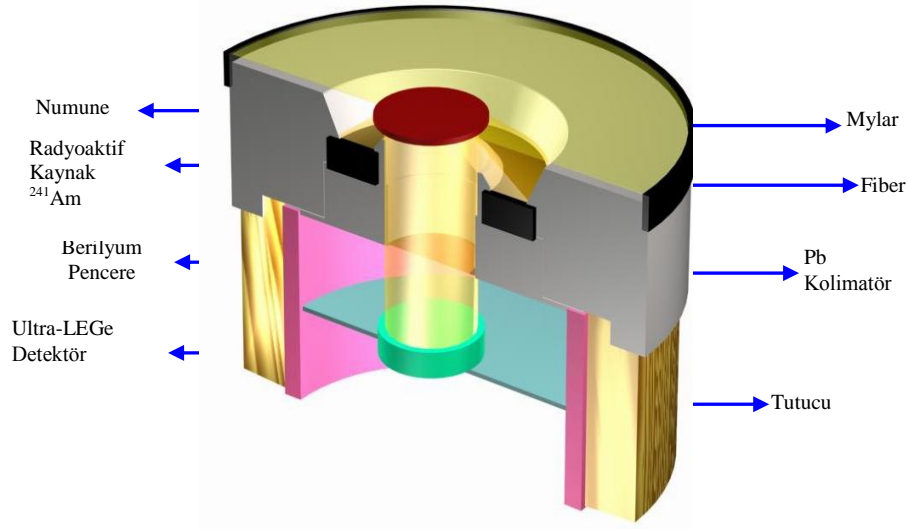
$$\frac{I_{Ki}}{I_{Kj}} = \frac{\sigma_{Ki}}{\sigma_{Kj}} \quad (i= \alpha_2, \beta_1', \beta_2' \text{ ve } \beta; j= \alpha_1 \text{ ve } \alpha) \quad (2.35)$$

$$\frac{I_{Li}}{I_{La}} = \frac{\sigma_{Li}}{\sigma_{La}} \quad (i = 1, \beta, \gamma_1 \text{ ve } \gamma_{2,3}) \quad (2.36)$$

şeklinde verilir. Burada σ_{Ki} ve σ_{Kj} üretim tesir kesitleri denklem (2,11)' den, σ_{Li} ve σ_{La} üretim tesir kesitleri ise (2.18)-(2.22) denklemlerinden yararlanılarak hesaplanmıştır.

2.7. Deney Geometrisi

Deney geometrisi, sayma ve uyarma bakımından karakteristik X-ışınlarının şiddetlerini etkileyen faktörlerden birisidir. Karakteristik X-ışınlarının elde edilmesi için atomların uyarılması gerekmektedir. Çalışmamızda detektör, radyoaktif kaynak ve numune arasındaki ölçüm geometrisi Şekil 21'de gösterildiği gibidir. Bu geometri, uyarıcı radyasyonun numune yüzeyi ile yaptığı açı 45° ve numuneden yayımlanan X-ışını floresans radyasyonun da numune yüzeyi ile yaptığı açı 90° olacak biçimde hazırlanmıştır.



Şekil 21. X-ışınları floresans (EDXRF) ölçümleri için deney geometrisi

2.8. Kimyasal Numunelerin Hazırlanması

İncelemek istediğimiz numuneler toz olarak temin edilmiş mylar film üzerine 1.44 cm^2 'lik bir alana mümkün olduğunca homojen olarak dağıtılarak radyoaktif kaynaklar tarafından uyarılmak ve meydana gelen karakteristik X-ışınlarının sayılması için deney geometrisine yerleştirilmişlerdir. Bu numunelerin kütlelerinin tartılması için 10^{-4} hassasiyete sahip Sartorius Bp 110 s terazisi kullanılmıştır.

Tablo 4. Çalışmada kullanılan numuneler ve özellikleri

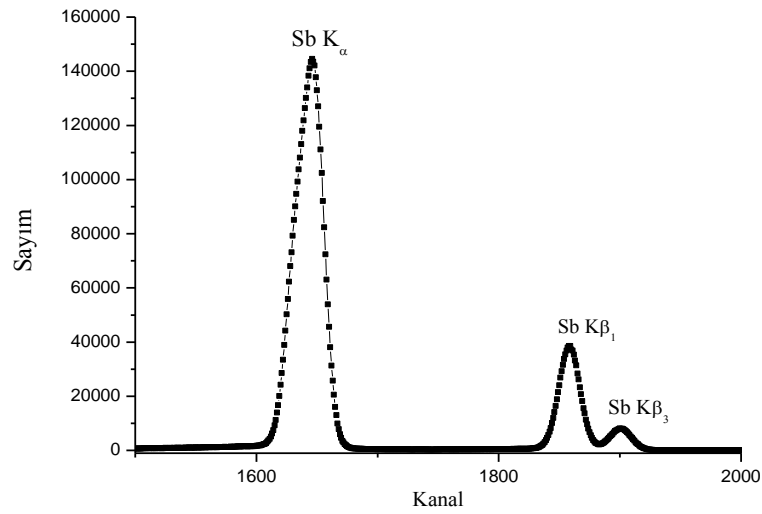
Numuneler	Cinsi	Saflığı (%)	Üretici Firma
Ta	Toz	99.85	Alfa Aesar
Ta ₂ O ₅	Toz	99.9	Alfa Aesar
TaSi ₂	Toz	99.99	Alfa Aesar
TaCl ₅	Toz	99	Alfa Aesar
TaC	Toz	99.9	Alfa Aesar
TaF ₅	Toz	99.8	Alfa Aesar
TaS ₂	Toz	99.99	Alfa Aesar
TaI ₅	Toz	99.99	Alfa Aesar
W	Toz	99.95	Alfa Aesar
WS ₂	Toz	99.95	Alfa Aesar
WSi ₂	Toz	99.98	Alfa Aesar
W ₂ B ₅	Toz	99.9	Alfa Aesar
WC	Toz	99.99	Alfa Aesar
WO ₃	Toz	99.9	Alfa Aesar
Na ₂ WO ₄ ·2(H ₂ O)	Toz	99	Alfa Aesar
WCl ₆	Toz	99.95	Alfa Aesar
Zr	Toz	99.99	Alfa Aesar
ZrF ₄	Toz	99.99	Alfa Aesar
ZrI ₄	Toz	99.99	Alfa Aesar
ZrCl ₄	Toz	99.99	Alfa Aesar
ZrBr ₄	Toz	99,99	Alfa Aesar
ZrC	Toz	99.9	Alfa Aesar
Sb	Toz	99.98	Alfa Aesar
Br ₃ Sb	Toz	99.99	Alfa Aesar
SbI ₃	Toz	99.95	Alfa Aesar
O ₃ Sb ₂	Toz	99.95	Alfa Aesar
S ₃ Sb ₂	Toz	99.95	Alfa Aesar
BrI ₃	Toz	99.9	Alfa Aesar
Fe	Toz	99.9	Alfa Aesar
Se	Toz	99.99	Alfa Aesar
Te	Toz	99.99	Alfa Aesar

2.9. Numunelerin Uyarılması ve Sayılması

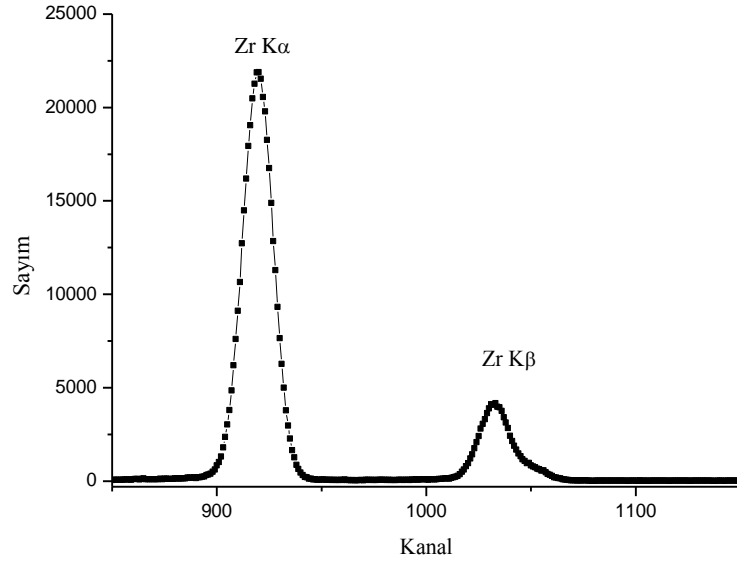
Çalışmamızda, numunelerimiz filtre edilmiş 50mCi'lik ²⁴¹Am radyoaktif kaynağından yayımlanan enerjili γ -ışınları ve 59.543 keV enerjili γ -ışınları ile uyarılmıştır. ²⁴¹Am kaynağı kullanılarak sırasıyla, numunelerin K tabakası ve L tabakası soğurma

kıyılarından büyük bir enerjiyle uyarılması sağlanmıştır. Aynı zamanda numuneden yayımlanan karakteristik K ve L X-ışınlarının, spektrumdaki temiz bölgelere düşmesine dikkat edilmiştir. Uyarma sonucunda numunelerden gelen karakteristik X-ışınları yarı maksimumdaki tam genişliği (FWHM) 5.9 keV'de 150eV, aktif alanı 30mm², kalınlığı 5mm ve Berilyum pencere kalınlığı 30 µm olan Canberra marka bir Ultra-LEGe detektörle sayılmıştır.

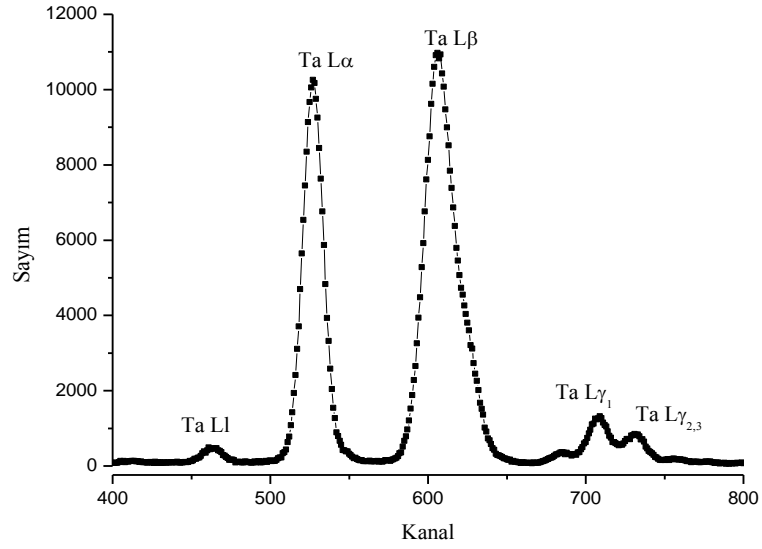
Karakteristik X-ışınları ölçümü ile ilgili çalışmalarda Genie 2000 programı genelde kullanılır. Ancak karakteristik pikler dışında oluşan piklerin ayrılmasında OriginPro 7 SR0 (Demo Version) programı ve bu program içerisinde bulunan, PFM (Peak Fitting Module) modülü daha etkilidir. Bu program yardımıyla pik alanlarını kolaylıkla ayırabildiğimizi gösteren Zr, Sb, Se, Te elementinin K_α ve K_β geçişleri ve Ta, W elementinin L₁, L_α, L_β, L_{γ1} ve L_{γ2,3} geçişleri Şekil 22-28 'da gösterilmiştir.



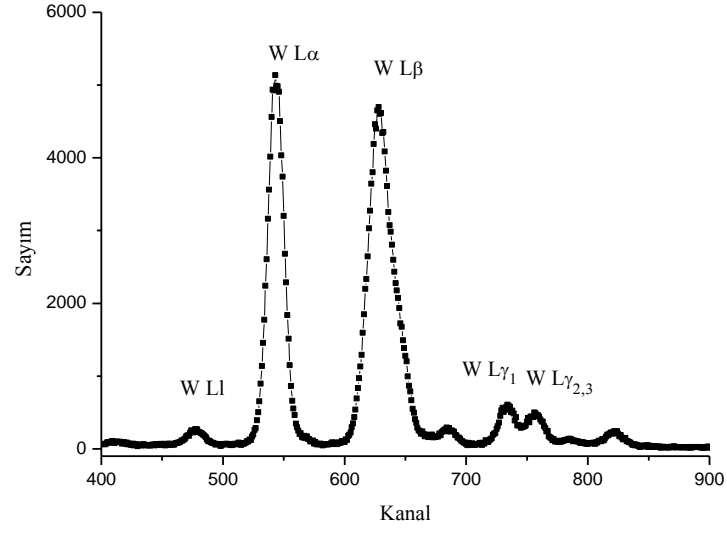
Şekil 22. Sb elementine ait K kabuğu pikleri



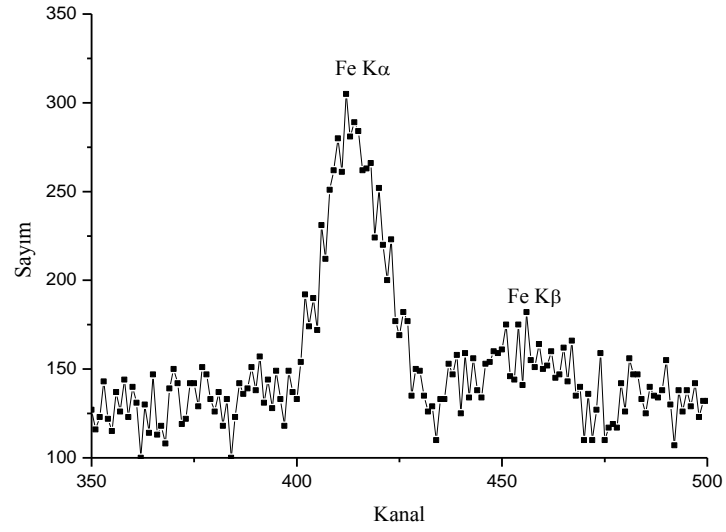
Şekil 23. Zr elementine ait K kabuğu pikleri



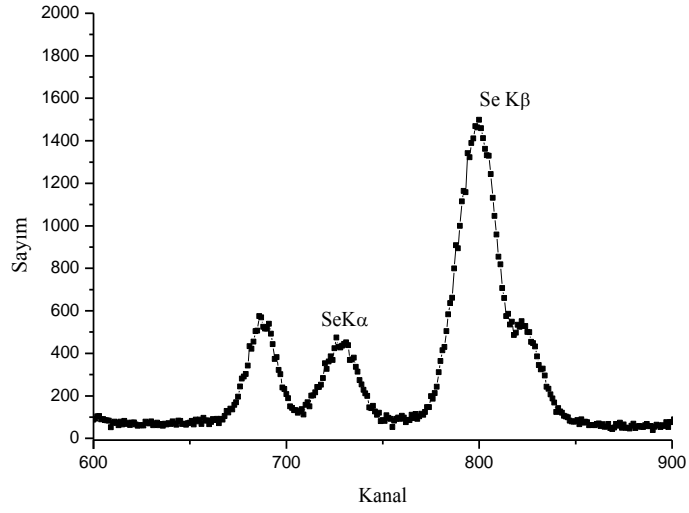
Şekil 24. TaC bileşiğine ait Ta elementinin L kabuğu pikleri



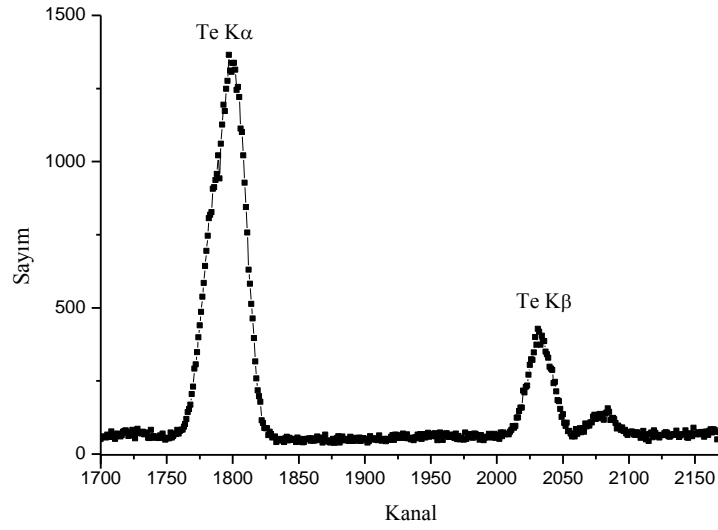
Şekil 25. WCl_6 bileşiğine ait W elementinin L kabuğu pikleri



Şekil 26. $Fe_ySe_{(1-x)}Te_x$ ince filmlerine ait Fe elementi K kabuğu pikleri



Şekil 27. $Fe_ySe_{(1-x)}Te_x$ ince filmlerine ait Se elementi K kabuğu pikleri



Şekil 28. $Fe_ySe_{(1-x)}Te_x$ ince filmlerine ait Te elementi K kabuğu pikleri

2.10. K ve L Kabuğu X-Işını Üretim Tesir Kesiti Deneysel Hesabı

Karakteristik X-ışını şiddeti, ilgili elementin tesir kesitine, uyarıcı radyasyonun şiddetine, elementin numune içindeki miktarına (konsantrasyon), geometrik faktörüne, numune içindeki soğurma faktörüne ve X-ışınlarının sayıldığı sayacın verimliliğine bağlıdır. Buna göre şiddet ifadesi,

$$N = I_0 G \varepsilon m_i \beta \sigma \quad (2.37)$$

ile verilir (Tıraşoğlu, 1994).

$$\sigma_{Ki} = \frac{N_{Ki}}{I_0 G \varepsilon_{Ki} \beta_{Ki} m_i} \quad (i = \alpha, \beta) \quad (2.38)$$

$$\sigma_{Li} = \frac{N_{Li}}{I_0 G \varepsilon_{Li} \beta_{Li} m_i} \quad (i = 1, \alpha, \gamma_1, \gamma_{2,3}) \quad (2.39)$$

olarak verilir. Burada N birim zamanda ölçülen karakteristik X-ışını şiddeti, I_0 numuneye birim zamanda gelen foton şiddeti (uyarıcı radyasyon şiddeti), G kaynak numune ve numune detektör konumuna bağlı geometrik faktör, ε X-ışınları enerjisindeki detektör verimi, β soğurma düzeltme faktörü ve m_i numune içindeki analitin madde miktarı (g/cm^2) olup $m_i = m \cdot w_i$ bağıntısı ile bulunmuştur. Burada m toplam madde miktarı ve w_i ise analitin numune içindeki konsantrasyonunu göstermektedir.

2.11. Soğurma Düzeltmesi Faktörü

Numunelerin uyarılması sonucunda meydana gelen karakteristik X-ışınları numune içinden geçerken numune atomları tarafından soğurulmaktadır. Bu nedenle detektör tarafından ölçülen X-ışını şiddeti yayımlanandan farklı olacaktır. Bu durumun şiddet ölçümlerine dayalı bütün çalışmalarda mutlaka dikkate alınması gerekmektedir. Yayımlanan X-ışını şiddeti ($N_{\text{yay.}}$) ile ölçülen X-ışını şiddeti ($N_{\text{ölç.}}$) arasında,

$$N_{\text{ölç.}} = N_{\text{yay.}} \cdot \beta \quad (2.40)$$

şeklinde bir ifade olmalıdır. Burada β 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 β faktörüne bölünmelidir. Bu yüzden β 'ya soğurma düzeltmesi faktörü de denir ve;

$$\beta = \frac{1 - \exp \left[- \left(\frac{(\mu/\rho)_{(\gamma)}}{\cos\theta_1} + \frac{(\mu/\rho)_{(i)}}{\cos\theta_2} \right) \rho D \right]}{\left(\frac{(\mu/\rho)_{(\gamma)}}{\cos\theta_1} + \frac{(\mu/\rho)_{(i)}}{\cos\theta_2} \right) \rho D} \quad (2.41)$$

olarak verilmektedir. Burada, sırasıyla $(\mu/\rho)_{(\gamma)}$ ve $(\mu/\rho)_{(i)}$ kaynaktan gelen radyasyon ve yayımlanan karakteristik X-ışınları için numunenin toplam kütle azaltma katsayılarıdır. θ_1 ve θ_2 sırasıyla kaynaktan gelen radyasyonun ve yayımlanan karakteristik X-ışınlarının numune yüzeyinin normali ile yaptıkları ortalama açılarıdır. Yaptığımız çalışmada kullandığımız deney geometrisinde θ_1 geliş açıları sürekli sabit tutularak 45° , numuneden çıkan X-ışınlarının numune yüzeyi ile yaptığı açı θ_2 , 1 alınmıştır. ρD (g/cm^2) ise birim alan başına düşen madde miktarı (kalınlık) olup tartılan numune miktarının, numune alanına bölünmesiyle bulunur.

Elementlerin ilgili enerjilerindeki toplam kütle azaltma katsayılarının hesaplanmasında Berger ve Hubbell tarafından (Berger vd., 1998) geliştirilen XCOM bilgisayar programı kullanılmıştır.

Detektör verimi deney geometrisi ile değiştiğinden her deneysel çalışma için detektör verimi tayini yapılması gerekir. Böylece detektör verimi yardımıyla ölçülmek istenen atomik floresans parametrelerin değerleri bulunabilir. Foton şiddeti, geometrik faktör ve X-ışınları enerjisindeki detektör verimi ifadelerini içeren $I_0 G \varepsilon$ değeri çalışmamızda deneysel olarak hesaplanmıştır.

$$I_0 G \varepsilon = \frac{N_{K_i}}{\sigma_{K_i} \beta_{K_i} m_i} \quad (i = \alpha, \beta) \quad (2.42)$$

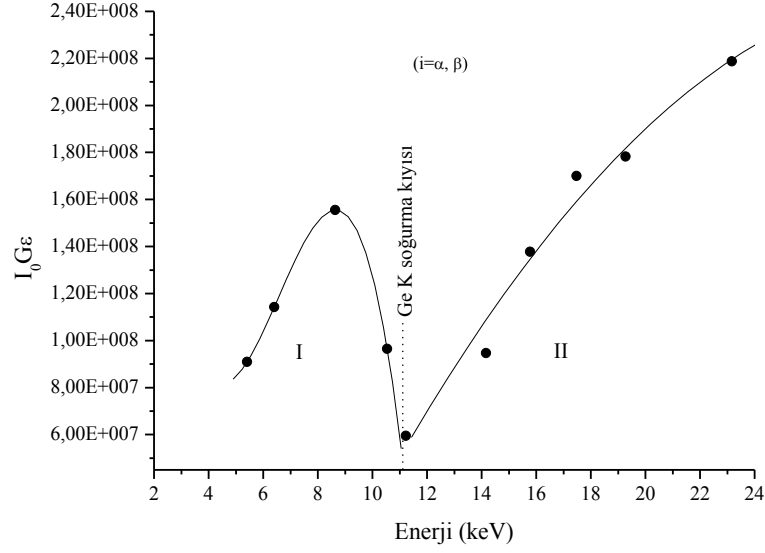
bağıntısından $I_0 G \varepsilon$ değerleri bulunmuştur. $N_{K_i}, \sigma_{K_i}, \beta_{K_i}, m_i$ ifadeleri denklem (2.38, 2.39) da izah edildiği gibidir.

Numunelerin K ve L X-ışını floresans parametrelerini hesaplamak için ^{241}Am radyoaktif kaynağı ile Cr, Fe, Zn, As, Se, Sr, Zr, Mo, Ru ve Cd elementlerinin uyarılması sonucunda elde edilen K_α ve K_β X-ışınları ve denklem (2.16) kullanıldı. Bulunan ^{241}Am için $I_0 G \varepsilon$ değerlerinin karakteristik X-ışını enerjileri ile değişim grafikleri Şekil 29'da çizilmiştir. Bununla birlikte bu grafiklerin regresyonu sonucu elde edilen fit denklemleri,

aşağıdaki denklem kullanılarak $I_0G\varepsilon$ enerjinin bir fonksiyonu olacak şekilde deneysel verilere uygun hale getirilerek aynı şekiller üzerinde gösterilmiştir.

$$I_0G\varepsilon = A_0 + B_1E_x + B_2E_x^2 + B_3E_x^3 + B_4E_x^4 + B_5E_x^5 + \dots \quad (2.43)$$

Bu denklemlerdeki E_x , K_i ($i=\alpha, \beta, \alpha\beta$) X-ışınlarının enerjileri olup $A_0, B_1, B_2, B_3, B_4, B_5$, katsayıları ise sabit değerlerdir.



Şekil 29. ^{241}Am radyoaktif kaynağı kullanılarak elde edilen $I_0G\varepsilon$ 'nin enerji ile değişimi

2.12. K ve L Kabuğu Floresans Verimi Deneysel Hesabı

Herhangi bir tabakaya ait toplam iyonizasyon tesir kesiti $\sigma_K^p(E)$ ve floresans verim ω olmak üzere, karakteristik X-ışını tesir kesitinin bu iki değerden oluşacağı bilinmektedir. Bu düşünceden hareketle K kabuğuna ait floresans verim,

$$\omega_K = \frac{\sum \sigma_{Ki}}{\sigma_K^p(E)} \quad (i = \alpha_1, \alpha_2, \beta_1, \beta_2) \quad (2.44)$$

bağıntısıyla elde edilir. Burada $\sum \sigma_{Ki}$ elementin K kabuğuna ait toplam X-ışını tesir kesiti ve $\sigma_K^p(E)$ ise bir elementin E uyarma enerjisindeki K kabuğu iyonizasyon tesir kesitidir (Scofield, 1973).

L kabuğuna ait ortalama verim deneysel olarak,

$$\omega_L = \frac{\sum \sigma_{Li}}{\sigma_L^p(E)} \quad (i = 1, \alpha, \beta, \gamma_1, \gamma_{2,3}) \quad (2.45)$$

ile elde edilir. Burada $\sum \sigma_{Li}$ deneysel olarak ölçebildiğimiz L_i üretim tesir kesitlerinin toplamı, $\sigma_L^p(E)$ L kabuğunun E enerjisindeki iyonizasyon tesir kesitidir (Scofield, 1973).

L_3 alt kabuk floresans verim (ω_3) için

$$\omega_3 = \frac{\sigma_{L3}^x}{\sigma_{L3}^p + \sigma_{L2}^p f_{23} + \sigma_{L1}^p (f_{13} + f_{12} f_{23})} \quad (2.46)$$

denklemini kullanıldı. Burada σ_{Li}^p ($i=1,2,3$) E enerjisindeki alt kabuk fotoiyonizasyon tesir kesitidir. f_{ij} ($i \neq j=1,2,3$) Coster-Kronig geçiş olasılığıdır (Krause, 1979). σ_{L3}^x ise L_3 alt kabuk floresans tesir kesitidir ve aşağıdaki denklemden yararlanılarak hesaplandı.

$$\sigma_{L3}^x = \frac{\sigma_{L\alpha}}{F_{3\alpha}} \quad (2.47)$$

burada σ_{Li}^p deneysel L_α X-ışını üretim tesir kesitidir ve eşitlik (2.39) kullanılarak hesaplanmıştır. $F_{3\alpha}$ L X-ışını geçiş hızı olup denklem (2.24)'den yararlanılarak hesaplanmıştır.

2.13. K ve L X-ışını Şiddet Oranı Deneysel Hesabı

Bir elementin herhangi bir karakteristik X-ışını şiddeti aşağıdaki bağıntı;

$$I = \frac{N}{\varepsilon\beta} \quad (2.48)$$

ile ifade edilir. Burada N istenilen elementin karakteristik X-ışımına ait pikin net alanı, ε , karakteristik X-ışını enerjisinde dedektörün verimi ve β soğurma düzeltme faktörüdür. Bu ifade yardımıyla elementlerin karakteristik X-ışını şiddet oranları,

$$\frac{I_{Ki}}{I_{Kj}} = \frac{N_{Ki}}{N_{Kj}} \frac{\varepsilon_{Kj}}{\varepsilon_{Ki}} \frac{\beta_{Kj}}{\beta_{Ki}} \quad (i = \alpha_2, \beta, \beta_1', \beta_2'; j = \alpha, \alpha_1) \quad (2.49)$$

$$\frac{I_{Li}}{I_{L\alpha}} = \frac{N_{Li}}{N_{L\alpha}} \frac{\varepsilon_{L\alpha}}{\varepsilon_{Li}} \frac{\beta_{L\alpha}}{\beta_{Li}} \quad (i = 1, \beta, \gamma_1, \gamma_{2,3}) \quad (2.50)$$

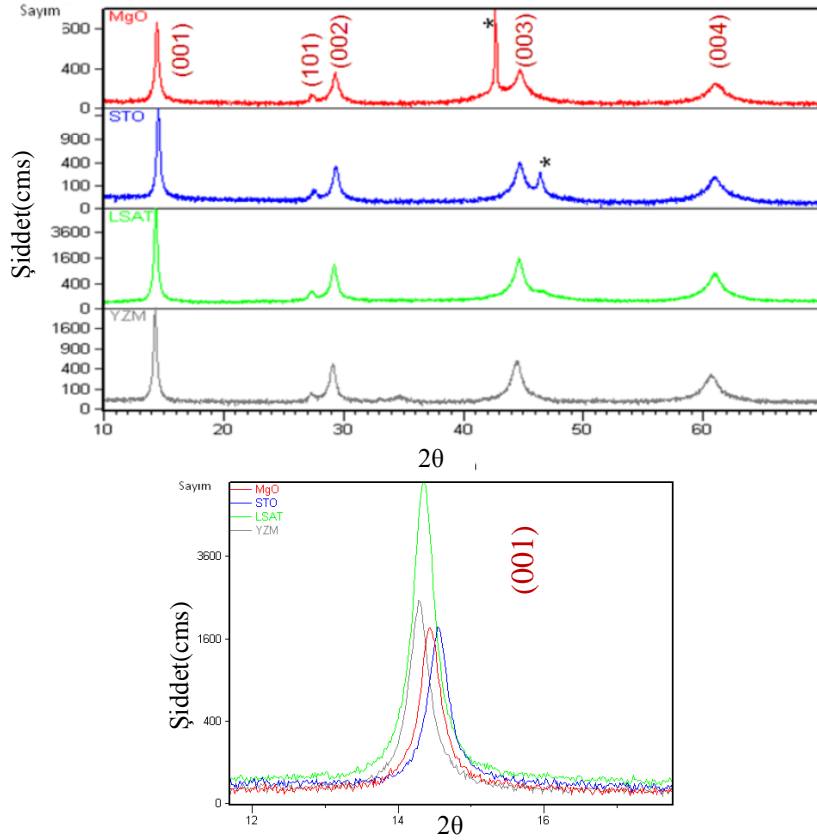
denklemleri ile hesaplanmıştır.

3. BULGULAR

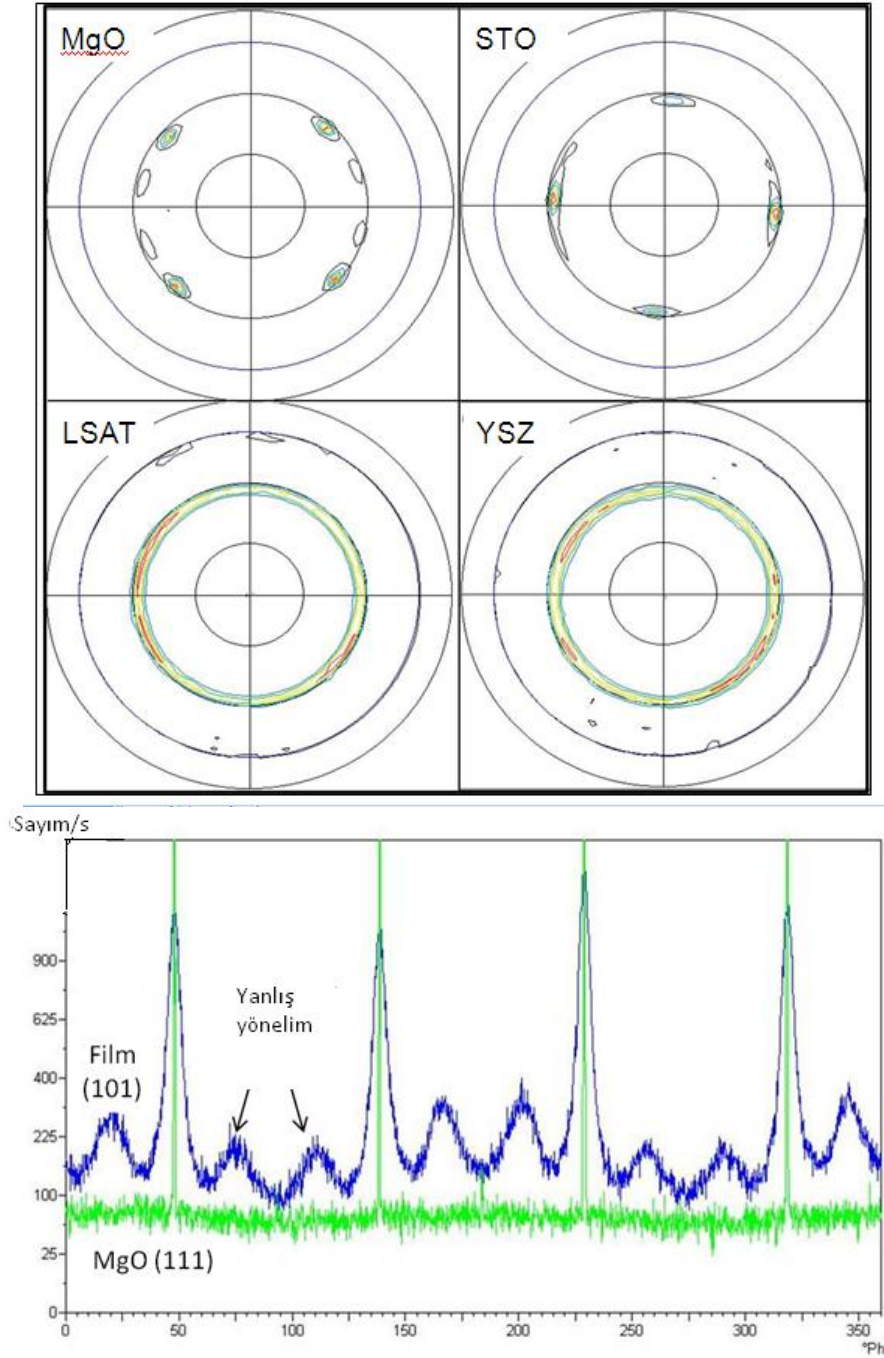
3.1. $\text{Fe}_y\text{Se}_{(1-x)}\text{Te}_x$ İnce filmleri ile ilgili Bulgular

3.1.1. XRD ve SEM/EDX Sonuçları

Üretilen ince filmlerden alınan XRD ve texture XRD sonuçlarına göre $\text{Fe}_y\text{Se}_{(1-x)}\text{Te}_x$ ince filmlerinde tetragonal faz yapısı gözlenmiştir. Farklı altlıklarda (001) piki için en uygun faz yönelimi sağlayan MgO ve STO altlıklarıdır (*). Bunun aksine LSAT ve YSZ altlıkları üzerinde oluşan filmlerin rastgele yönelim gösterdikleri gözlenmiştir. Şekil 30.'da farklı altlıklarla yapılan ince filmlerin XRD sonucu ve ayrıca FeSe (001) pikinin altlıklara göre değişimi gösterilmektedir (Speller, 2011).



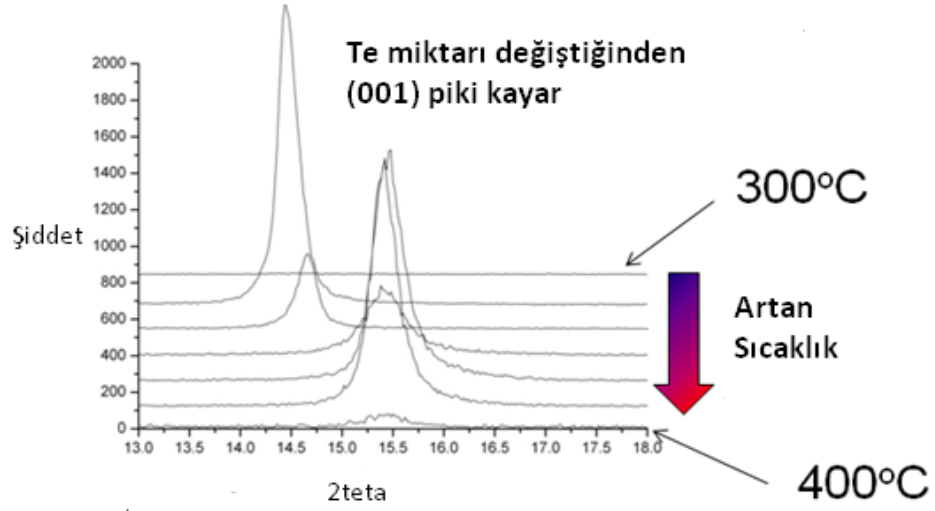
Şekil 30. Farklı altlıklarda 315°C 'de üretilen $\text{Fe}_y\text{Se}_{(1-x)}\text{Te}_x$ ince filmlerinden alınan XRD sonuçları ve altlıklara göre FeSe (001) pikindeki değişim



Şekil 31. (a) Farklı altlıklar için 315° C de (101) pole- figure, (b) (101) ϕ - taraması ile (111) MgO altlık piklerinin kıyaslanması

Şekil 31.'de farklı altlıklarla elde edilen ince filmle ilgili pole-figure ölçümleri ve ϕ taraması sonucu görülmektedir (Speller, 2011). Bu sonuçlara göre, $\text{Fe}_y\text{Se}_{(1-x)}\text{Te}_x$ ince filmleri için en iyi kristal faz yapısına ve yönelimine sahip altlığın MgO olduğu tespit edilmiştir. Bunun yanısıra ϕ taraması sonuçlarında MgO altlık pikleri de filmlerde uyum göstermiştir. Ancak farklı yönelimlerinde ortaya çıktığı tespit edilmiştir. Bu sonuçlara

istinaden çalışmamız farklı sıcaklıklarda MgO altlıkları kullanılarak püskürtme deneyi tekrarlanmıştır.

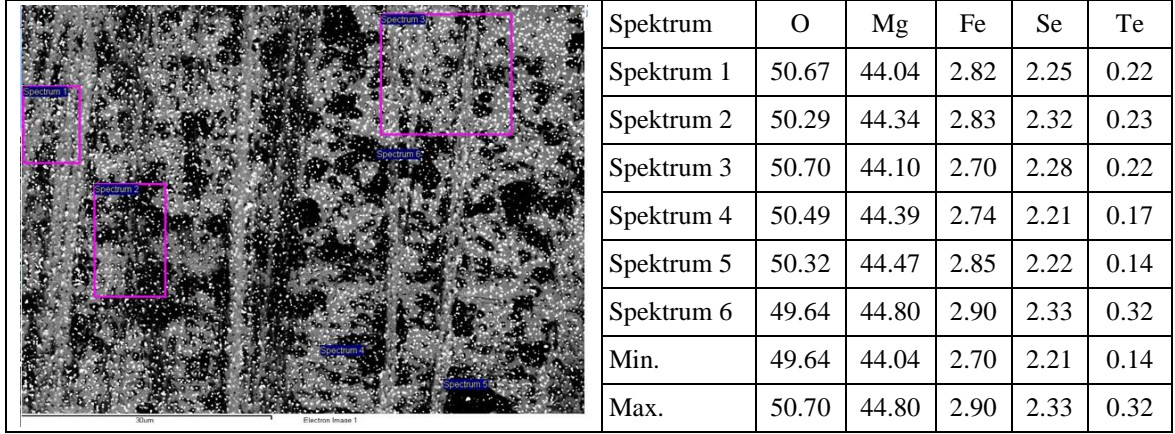


Şekil 32. Sıcaklık değişimi sonucunda Te şiddetindeki değişim

Şekil 32.'de görüldüğü gibi 300-400 °C arasında üretilen ince filmlerde sıcaklık arttıkça Te şiddetindeki azalma görülmektedir. İyi faz kalitesi sadece 300-325 °C altlık sıcaklığında üretilen filmlerde gözlenmiştir.

Spektrum	C	O	Mg	Fe	Se	Te
Spectrum 1	3.55	50.19	42.98	1.39	1.20	0.69
Spectrum 2		53.08	46.92			
Spectrum 3	2.86	50.46	43.91	1.22	1.03	0.53
Spectrum 4	3.71	49.99	42.94	1.38	1.33	0.65
Spectrum 5	4.12	50.10	42.66	1.31	1.16	0.64
Spectrum 6	3.91	50.20	42.72	1.34	1.20	0.63
Max.	4.12	53.08	46.92	1.39	1.33	0.69
Min.	0.00	49.99	42.66	0.00	0.00	0.00

Şekil 33. 315 °C'de MgO altlığı üzerine yapılan FST ince filmlerin yüzeylerindeki farklı noktalardan alınan EDX sonuçları

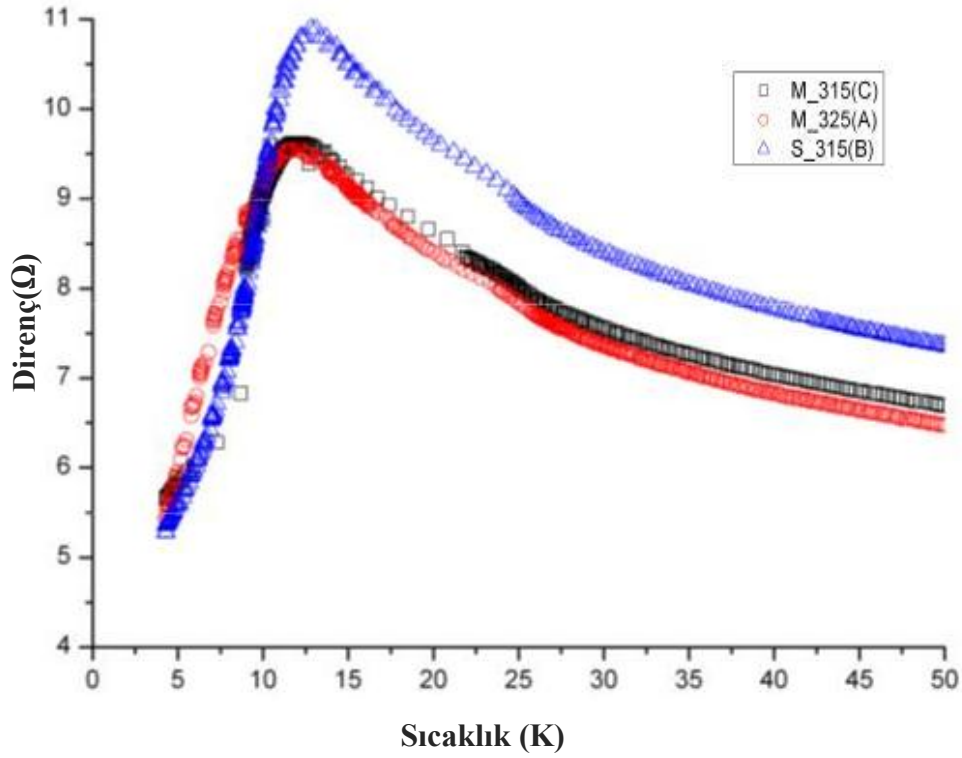


Şekil 34. 315 °C’de MgO altlığı üzerine püskürtülen FST ince filminin üzerindeki farklı noktalardan alınan SEM/EDX spektrumu

Yukarda Şekil 33 ve Şekil 34’de SEM/EDX sonuçlarına göre farklı noktalara ve bölgelere yapılan nokta analizi sonuçları görülmektedir. Film yüzeyindeki atomik yüzde değerleri birbirine yakın görülmektedir. Buda yüzeydeki kimyasal dağılımın düzgün olduğunu göstermektedir.

3.1.1.1. Düşük Sıcaklık Direnç Ölçümleri

315°C ‘de MgO ve STO altlıklar üzerine çökeltilmiş FST ince filmlerin kritik sıcaklığı belirleyebilmek için filmler üzerine dört nokta kontak metodu kullanılarak ölçüm yapıldı. Filmler üzerine 1 mA’ lik DC akım uygulandı.

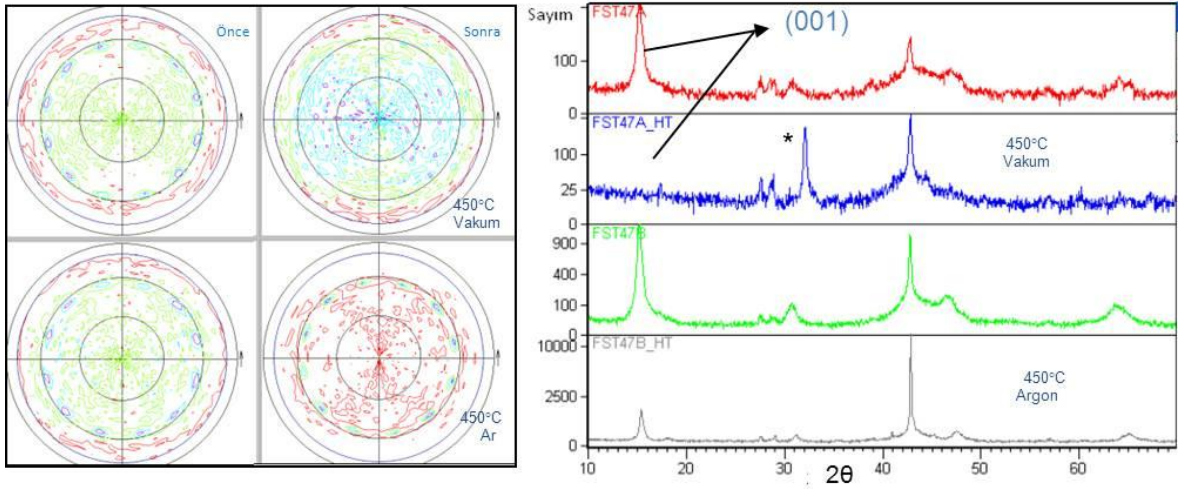


Şekil 35. 315 °C ve 325 °C’de üretilen ince filmlerin direnç geçiş ölçümlerinin sıcaklığa bağlı olarak fonksiyonel değişimi (Speller, 2011)

Şekil 35’te 315°C’de ve 325 °C’de üretilen MgO ve STO altlıklar üzerine çökeltilmiş FST ince filmlerdeki direncin sıcaklığa göre değişimleri gösterilmiştir. Buna göre $T_{c, başlangıç}$ değerinin 12,5 K civarında olduğu ve geniş bir geçiş aralığına sahip olduğu görülmektedir. $T_{c, sıfır}$ değerinin ise 4,2 K’den daha düşük sıcaklıkta olduğu görülmüştür.

3.1.2. Isıl İşleme Tabi Tutulan $Fe_ySe_{(1-x)}Te_x$ Filmler

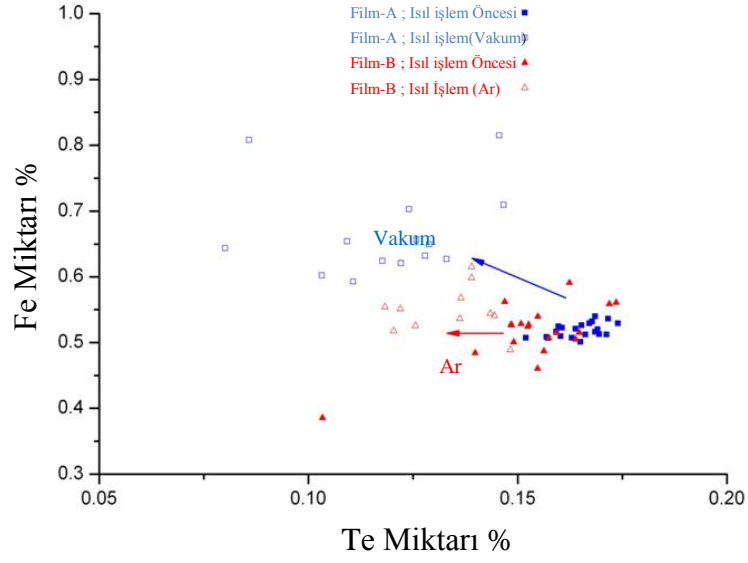
315 °C’de üretilen ince filmlere Argon basıncı ve yüksek vakum altında 350 °C - 450 °C sıcaklıklarında ısıl işlem uygulanmıştır. İşlem sonrasında yapılan XRD ve pole figure sonuçları Şekil 30.’da gösterilmiştir.



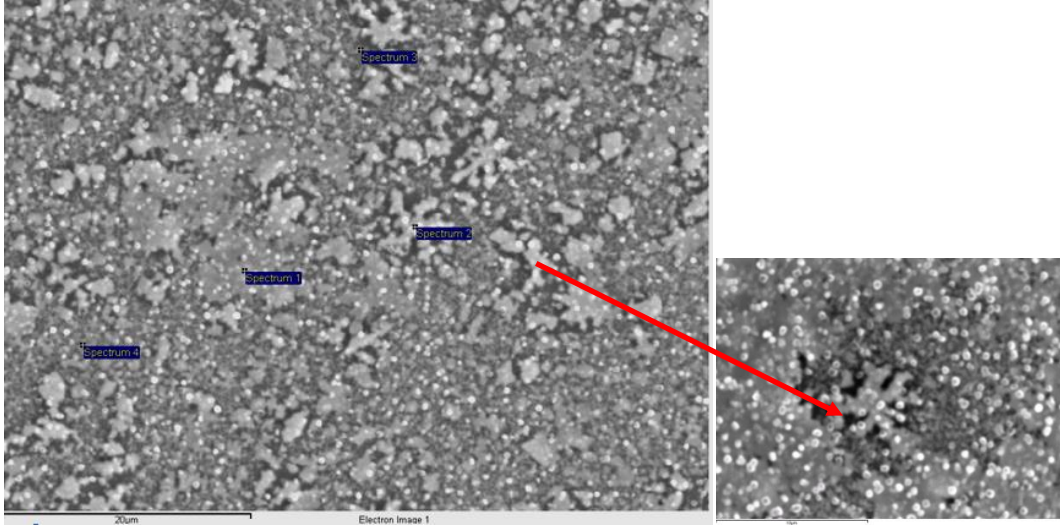
Şekil 36. 450 °C’de Vakum ve Argon basıncında sinterlenen numunelerin XRD ve pole-figure sonuçları

Vakum ve Argon basıncı altında yapılan ısıl işlemler sonucunda Fe(SeTe) faz yönelim piklerinin bazılarının kaybolduğu ve yapının bozulduğu hatta bazı numunelerde tanımlanamayan pikler (*) ortaya çıktığı Şekil 36.’da gözlenmiştir.

Vakum altında 450 °C’de ısıl işlem uygulanan numunelerde Fe yüzde miktarının arttığı Se ve Te miktarının azaldığı gözlenmiştir. Bunun nedeni ,Se ve Te film yüzeyinden buharlaşması olabilir. Argon basıncında ve 450 °C sıcaklıkta ısıl işleme tabi tutulan filmlerde ise Te miktarında çok az bir artış olmuş, Fe miktar oranında ise çok fazla değişiklik olmamıştır.



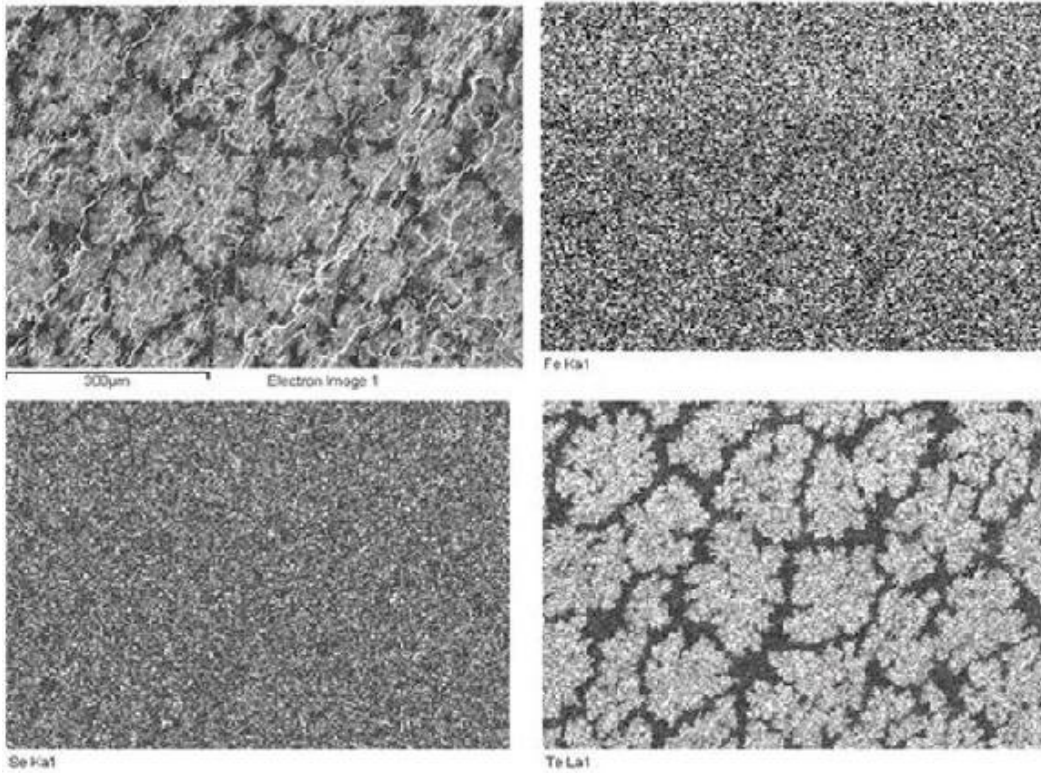
Şekil 37. Ar ve vakum basıncı altında sinterlenip ısıl işleme tabi tutulan filmlerde Te ve Fe miktarı



Şekil 38. STO tek kristal altlık üzerine 315 °C'de püskürtme işlemi yapıldıktan sonra 350 °C de 18 dakika çember içinde ısıl işlem yapılan $\text{Fe}_y\text{Se}_{(1-x)}\text{Te}_x$ ince filmdeki SEM görüntüsünde dentritik yapı

Tablo 5. Şekil 38’de görülen SEM görüntüsündeki EDX nokta analizinin atomik yüzde sonuçları

Spektrum	C	O	Ti	Fe	Se	Sr	Ag	Te
Spektrum 1	9.70	51.37	8.39	10.99	5.02	6.29	0.79	7.45
Spektrum 2	8.98	50.58	6.09	14.91	6.82	4.76	-	7.84
Spektrum 3	6.69	66.52	11.87	4.98	0.89	8.17	-	0.88
Spektrum 4	10.47	57.36	10.37	7.37	3.27	8.08	0.20	2.89

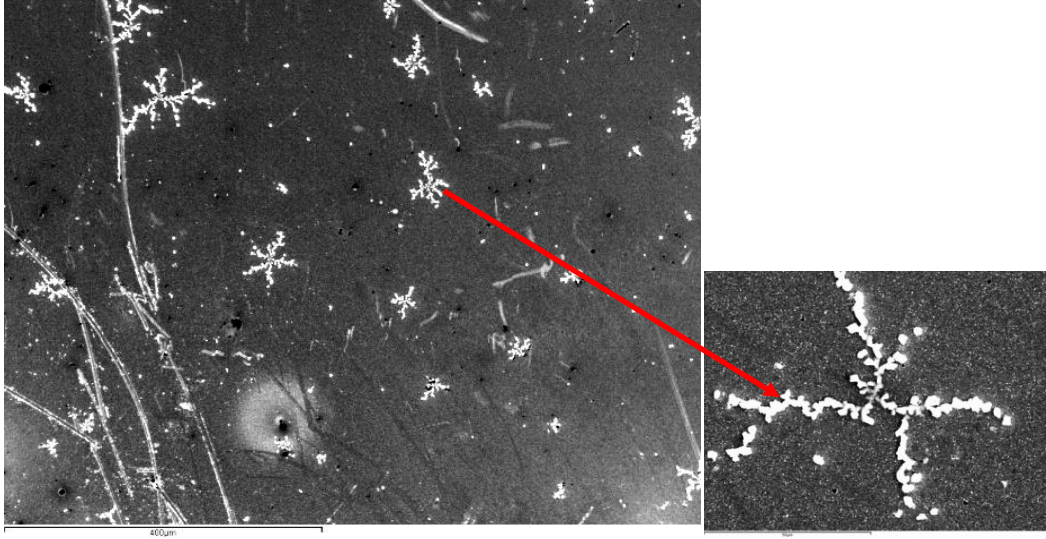


Şekil 39. 325 °C ’de 1 saat süreyle püskürtme yapılan ve daha sonra aynı sıcaklıkta çember içinde 18 dakika ısıl işleme tabi tutulan ince filmlerdeki EDX kompozisyon haritasında Te ayrışması

Isıl işlem görmüş ince filmlerdeki kimyasal yapı bozulmakta ve Te miktarı belirgin şekilde fazla olan, dendritik ayrışmalar ortaya çıkmaktadır. Şekil 38’de dendritik yapılar görülmektedir. Şekil 39.’da EDX haritalandırmasında Te belirgin bir biçimde ayrılmıştır. Ayrıca EDX atomik yüzde sonuçlarında da Te yoğunluğu açıkça görülmektedir.

Dendritik yapılar genelde maddeler sıvı halden gaz haline geçerken dış ortama enerji vererek soğumaya başlarlar. Bu arada ortamın sıcaklığında artırırlar. Katılaşma başladığında ortamın sıcaklığı homojen olmadığından çubuksu dallar şeklinde katı şekiller

oluşur. Bunlara dentrit denir. Dentritler büyüdükçe aradaki sıvı ısının artması sonucu fazla soğuyamayacağından katılaşma hızı azalır. Basınç artışı ya da azalışı donma miktarını etkilediği için dentrit oluşumunu artıran faktörler arasındadır. Her bir dendrit farklı şekillerde büyüyeceğinden katılaşma tamamlandığında, temas yerlerinde tane sınırları oluşur. Şekil 40.'da 400 μm ve 50 μm 'de çekilen SEM görüntüsü Ar basıncında ısıtılma işlemine tabi tutulmuş ince filmin yüzeyinde dendritik yapıları göstermektedir.



Şekil 40. 315 °C'de 30 dakika süre ile püskürtme işlemi ve daha sonra 350 °C'de kuars tüp içinde Argon basıncında ısıtılma işlemine tabi tutulan ince filmlerde Te miktarı fazla olan dendritik yapılar

3.2. Bazı Element, Bileşik ve İnce Filmler İçin Elde Edilen Fiziksel Parametreler

3.2.1. Tesir Kesiti İfadesi ile İlgili Bulgular

Çalışmamızda Zr, Sb, Ta, W elementleri ve bileşikleri için K_i ($i = \alpha, \beta$) üretim tesir kesiti ifadeleri, teorik ve deneysel olarak (2.12) denkleminde hesaplanarak Tablo 6'da gösterilmiştir. Benzer şekilde aynı numuneler için L_i ($i = 1, \alpha, \beta, \gamma_1, \gamma_{2,3}$) üretim tesir kesiti ifadeleri teorik (1.33-1.37) denklemlerinden ve (2.13) denkleminde deneysel hesaplanarak Tablo 7'de gösterilmiştir.

Tablo 6. Ta ve W element ve bileşiklerine ait σ_{Li} ($i=l, \alpha, \beta, \gamma_1$ ve $\gamma_{2,3}$) üretim tesir kesiti değerleri

Numuneler	σ_{Li}		$\sigma_{L\alpha}$		$\sigma_{L\beta}$		$L\gamma_1$		$L\gamma_{2,3}$	
	Deneysel	Teorik	Deneysel	Teorik	Deneysel	Teorik	Deneysel	Teorik	Deneysel	Teorik
Ta	0.0107±0.0005	0.0100	0.213±0.011	0.217	0.324±0.011	0.330	0.0352±0.002	0.0307	0.0366±0.002	0.0298
TaCl ₅	0.0100±0.0005	-	0.205±0.010	-	0.300±0.010	-	0.0397±0.002	-	0.0335±0.002	-
TaI ₅	0.0110±0.0006	-	0.210±0.011	-	0.327±0.011	-	0.0400±0.002	-	0.0350±0.002	-
TaF ₅	0.0110±0.0006	-	0.226±0.011	-	0.326±0.012	-	0.0367±0.002	-	0.0337±0.002	-
TaC	0.0106±0.0005	-	0.2097±0.010	-	0.3238±0.018	-	0.0364±0.002	-	0.0391±0.002	-
TaS ₂	0.0105±0.0006	-	0.2139±0.011	-	0.3210±0.018	-	0.0330±0.002	-	0.0335±0.019	-
TaSi ₂	0.0105±0.0006	-	0.2198±0.112	-	0.3351±0.019	-	0.0376±0.002	-	0.0337±0.002	-
W	0.0115±0.0006	0.0111	0.238±0.012	0.237	0.376±0.020	0.356	0.0405±0.002	0.0336	0.0318±0.002	0.0329
WS ₂	0.0108±0.0006	-	0.235±0.012	-	0.353±0.018	-	0.0381±0.002	-	0.0336±0.002	-
WSi ₂	0.0104±0.0005	-	0.218±0.012	-	0.327±0.018	-	0.0433±0.002	-	0.0310±0.002	-
W ₂ B ₅	0.0106±0.0006	-	0.234±0.012	-	0.317±0.016	-	0.0386±0.002	-	0.0308±0.002	-
WC	0.0115±0.0006	-	0.236±0.012	-	0.422±0.024	-	0.0419±0.002	-	0.0348±0.002	-
WO ₃	0.0114±0.0005	-	0.250±0.013	-	0.424±0.021	-	0.04426±0.002	-	0.0350±0.002	-
Na ₂ WO ₄ 2(H ₂ O)	0.0106±0.0006	-	0.237±0.012	-	0.370±0.021	-	0.0380±0.002	-	0.0312±0.002	-
WCl ₆	0.0109±0.0006	-	0.2340±0.012	-	0.390±0.022	-	0.0426±0.002	-	0.0314±0.002	-

Tablo 7. Zr ve Sb elementlerine ait σ_{Ki} ($i = \alpha, \beta$) üretim tesir kesiti değerleri

Numuneler	$\sigma_{K\alpha}$		$\sigma_{K\beta}$	
	Deneysel	Teorik	Deneysel	Teorik
Zr	1.8242±0.0093	1.9395	0.3000±0.0015	0.3369
ZrF ₄	1.8132±0.0092		0.3073±0.0016	
ZrI ₄	1.8728±0.0095		0.3267±0.0017	
ZrCl ₄	1.7725±0.0090		0.3029±0.0015	
ZrBr ₄	1.8565±0.0047		0.3056±0.0016	
ZrC	1.7490±0.0089		0.2992±0.0016	
Sb	3.9049±0.0199	4.0682	0.8124±0.0041	0.8570
SbI ₃	3.7843±0.0193		0.7950±0.0040	
O ₃ Sb ₂	3.9439±0.0201		0.7859±0.0040	
S ₃ Sb ₂	3.6943±0.0188		0.7783±0.0039	
Br ₃ Sb	3.8774±0.0197		0.7729±0.0039	

3.2.2. Floresans Verim İfadesi ile İlgili Bulgular

Bu çalışmada, K kabuğu floresans verim değerleri deneysel olarak (2.18) denklemi kullanılarak hesaplanmıştır. Bulunan değerler Tablo 8’de diğer araştırmacıların yaptığı deneysel ve yarı-deneysel değerlerle karşılaştırılmıştır. Ortalama L kabuğu floresans verim değerleri ve L₃ alt kabuk floresans verim değerleri sırasıyla (2.45) ve (2.46) denklemleri ile hesaplanmıştır. Elde edilen ortalama L kabuğu floresans verim değerleri için Tablo 9’da ve L₃ alt kabuk floresans verim değerleri Tablo 10.’da gösterilmiş ve diğer araştırmacıların çalışmaları ile karşılaştırılmıştır.

Tablo 8. Zr ve Sb element ve bileşiklerinin K kabuğu floresans verim değerleri

Numuneler	$\bar{\omega}_K$						
	Deneyssel	Şimşek (2002)	Krause (1979)	Bhan (1981)	Arora (1981)	Kumar (1987)	Al Nasr (1987)
Zr	0.6874±0.0035	0.738	0.734	0.725	0.700	-	-
ZrF ₄	0.6862±0.0035	-	-	-	-	-	-
ZrI ₄	0.7628±0.0035	-	-	-	-	-	-
ZrCl ₄	0.6525±0.0035	-	-	-	-	-	-
ZrBr ₄	0.6520±0.0035	-	-	-	-	-	-
ZrC	0.6465±0.0035	-	-	-	-	-	-
Sb	0.8261±0.0042	0.883	0.868	-	-	0.866	0.896
SbI ₃	0.7934±0.0040	-	-	-	-	-	-
O ₃ Sb ₂	0.8413±0.0043	-	-	-	-	-	-
S ₃ Sb ₂	0.7788±0.0039	-	-	-	-	-	-
Br ₃ Sb	0.9779±0.0049	-	-	-	-	-	-

Tablo 9. Ortalama L kabuğu floresans verim değerleri

Numuneler	Oksidasyon sayısı	$\bar{\omega}_L$	Cohen (1987)	Hubbell (1994)
Ta	0	0.256±0.013	0.269	0.255
TaCl ₅	+5	0.243±0.013	-	-
TaF ₅	+5	0.262±0.014	-	-
TaI ₅	+5	0.257±0.013	-	-
W	0	0.276±0.010	0.280	0.267
WS ₂	+4	0.265±0.009	-	-
WSi ₂	+8	0.249±0.009	-	-
W ₂ B ₅	+4	0.250±0.009	-	-
WC	+4	0.295±0.009	-	-
WO ₃	+6	0.304±0.009	-	-
Na ₂ WO ₄ ·2(H ₂ O)	+6	0.272±0.009	-	-
WCl ₆	+6	0.280±0.009	-	-

Tablo 10. L₃ alt kabuğu floresans verim değerleri

Numuneler	ω_{L3}	Puri (1993)	Hubbell (1994)	Cengiz (2011)	Krause (1979)
	Deneysel				
Ta	0.238±0.013	0.276	0.269	0.221	0.243
Ta ₂ O ₅	0.224±0.012	-	-	-	-
TaSi ₂	0.246±0.013	-	-	-	-
TaCl ₅	0.229±0.013	-	-	-	-
TaC	0.235±0.013	-	-	-	-
TaF ₅	0.253±0.014	-	-	-	-
TaS ₂	0.239±0.013	-	-	-	-
TaI ₅	0.234±0.013	-	-	-	-
W	0.256±0.014	0.288	0.280	0.245	0.255
WS ₂	0.253±0.014	-	-	-	-
WSi ₂	0.234±0.014	-	-	-	-
W ₂ B ₅	0.254±0.014	-	-	-	-
WC	0.169±0.009	-	-	-	-
WO ₃	0.269±0.015	-	-	-	-
Na ₂ WO ₄ ·2(H ₂ O)	0.255±0.014	-	-	-	-
WCl ₆	0.252±0.014	-	-	-	-

3.2.3. Şiddet Oranı İfadesi ile ilgili Bulgular

K ve L kabuğuna ait X-ışını şiddet oranları K_i/K_j ($i = \alpha, \beta, j = \alpha$) ve L_i/L_α ($i = l, \beta, \gamma_1, \gamma_{2,3}$) sırasıyla, teorik olarak (2.35-2.36) denklemleri ve deneysel olarak (2.49-2.50) denklemleri kullanılarak hesaplandı. K kabuğuna ait deneysel şiddet oranları Tablo 11,12'de verilmiştir. L kabuğuna ait deneysel şiddet oranları Tablo 13'de gösterilmiştir.

Tablo 11. Zr ve Sb element ve bileşiklerine ait K_{β}/K_{α} Şiddet oranı değerleri

Numuneler	$I_{K\beta}/I_{K\alpha}$	
	DeneySEL	Teorik
Zr	0.1645±0.0008	0.1737
ZrF ₄	0.1695±0.0009	-
ZrI ₄	0.1993±0.0011	-
ZrCl ₄	0.1930±0.0010	-
ZrBr ₄	0.1737±0.0009	-
ZrC	0.1869±0.0009	-
Sb	0.2080±0.0011	0.2096
SbI ₃	0.2101±0.0010	-
O ₃ Sb ₂	0.1993±0.0010	-
S ₃ Sb ₂	0.2107±0.0010	-
Br ₃ Sb	0.1993±0.0010	-

Tablo 12. Fe_ySe_(1-x)Te_x ince filmlerindeki Te elementine ait K_{β}/K_{α} Şiddet oranı değerleri

Te	$I_{K\beta}/I_{K\alpha}$	Teorik (Scofield,1974)	Püskürtme Sıcaklığı (°C) /Süre	Isıl işlem (°C) /Süre
FST32	0.1958±0.0109	0.2132	350/ 1 saat	
FST 37b	0.2022±0.0113		350/1 saat	350 / 18 dak.
FST41a	0.2193±0.0112		325/1 saat	
FST41b	0.2148±0.0120		325/ 1 saat	
FST45b	0.1538±0.0086		315/15 dak.	350 V / 18 dak.
FST46b	0.1597±0.0089		320/30 dak.	350 Ar /18 dak.
FST47a	0.2393±0.0133		315/30 dak.	450 V / 18 dak.
FST47b	0.1791±0.0099		315/30 dak.	450 Ar / 18 dak.
FST48b	0.2230±0.0124		315/30 dak.	350 V / 18 dak.

V : Vakum altında ısıl işlem Ar : Argon basıncı altında ısıl işlem

Tablo 13. I_{Li}/I_{La} ($i=1, \beta, \gamma_1$ ve $\gamma_{2,3}$) Şiddet oranı değerleri

Numuneler	$L_i/L\alpha$		$L\beta/L\alpha$		$L\gamma_1/L\alpha$		$L\gamma_{2-3}/L\alpha$	
	Deneysel	Teorik	Deneysel	Teorik	Deneysel	Teorik	Deneysel	Teorik
Ta	0.0950±0.003	0.0461	1.5253±0.078	1.521	0.1652±0.008	0.14	0.1719±0.009	0.137
Ta2O5	0.0467±0.002		1.5462±0.081		0.1487±0.008		0.1819±0.009	
TaCl5	0.0490±0.002		1.4688±0.078		0.1936±0.009		0.1637±0.008	
TaI5	0.0551±0.002		1.5648±0.079		0.1913±0.009		0.1670±0.009	
TaF5	0.0488±0.002		1.4430±0.073		0.1543±0.008		0.1489±0.008	
TaS ₂	0.0507±0.003		1.5246±0.085		0.1714±0.0095		0.1536±0.009	
TaSi ₂	0.0481±0.002		1.5445±0.086		0.174±0.0097		0.1892±0.010	
TaC	0.0494±0.003		1.5007±0.084		0.1543±0.009		0.1568±0.009	
W	0.0486±0.002	0.0468	1.5829±0.080	1.507	0.1487±0.007	0.142	0.1703±0.008	0.139
WS2	0.0459±0.002		1.4991±0.076		0.1714±0.009		0.1621±0.011	
WSi2	0.048±0.002		1.5036±0.077		0.1937±0.009		0.1989±0.010	
W2B5	0.0446±0.002		1.3530±0.069		0.1740±0.009		0.1649±0.008	
WC	0.0488±0.002		1.7843±0.086		0.1622±0.008		0.1770±0.009	
WO3	0.0502±0.002		1.6958±0.086		0.1543±0.008		0.1768±0.009	
Na2WO4·2H2O	0.0449±0.002		1.5589±0.079		0.1913±0.009		0.1603±0.008	
WCl6	0.0469±0.002		1.6625±0.084		0.1653±0.008		0.1824±0.009	

4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Bu çalışmada RF püskürtme yöntemi ile $Fe_xSe_{(1-x)}Te_x$ ince filmlerinin üretilmesi, yapısal analizlerinin incelenmesi sağlandı ve ayrıca Zr, Sb, Te, Ta, W elementleri ve bu elementlere ait bileşikler için K ve L kabuğu floresans parametreleri ölçülüp, elde edilen deneysel değerler, hesapladığımız teorik değerler ve literatürde mevcut diğer teorik, yarı-deneysel ve deneysel değerler ile karşılaştırılmıştır.

Oxford Üniversitesi Malzeme Bölümün'de RF yöntemiyle üretilen ve XRD, texture XRD sonuçları ve SEM görüntüleri alınan ince filmlerin bir kısmı için Te elementi için şiddet oranı Karadeniz Teknik Üniversitesi Fizik bölümü laboratuvarlarında ölçülmüştür. Fe ve Se için XRF spektrumlarında elde edilen sonuçlarda, Selenyumun K kabuğu pikleri ^{241}Am kaynak pikleriyle örtüşmüştür. Bu nedenle bu elementler için yeterli sonuçlar elde edilememiştir. Bu nedenle yalnızca Te elementi için K kabuğu şiddet oranı değerleri hesaplanmıştır. $FeSe_{1-x}Te_x$ ince filmlerden alınan sonuçlar film üretilme sıcaklığı, püskürtme süresi ve üretilen filmlere ısıtma işlemi uygulama çeşidine göre yorumlanmıştır. Buna göre film üretilme süresi numunenin kalınlığını artırdığı gibi şiddet oranını da artırmıştır. Çünkü süre ile birlikte birim hacime düşen atom sayısı artmıştır. Bunun yanısıra numunelere uygulanan ısıtma işlemi numunelerin kimyasal yapısını değiştirdiği gözlenmiştir. Isıtma işleminin in-situ (püskürtme işleminden hemen sonra cihaz içinde) olarak uygulanması numunenin şiddet oranını artırmıştır. Benzer şekilde, ısıtma işleminin film üretildikten sonra kuvars tüp içerisinde vakumlanarak yapılması, şiddet oranlarında belirgin oranda artışa sebep olmuştur. Bunun sebebi vakumun erime noktasını düşürmesi ve numunenin dağılmadan altlık üzerinde birikmesi olabilir. Argon basıncı altında kuvars tüp içerisinde ısıtma işlemi gören numunelerin stoichiometry'yi koruduğu, hatta istenilen $FeSe$ 'nin (001) pikini şiddetlendirdiği söylenebilir. Şekil 36.'da XRD sonuçlarında ısıtma işlemi gören numunelerdeki değişim görülmektedir. Ayrıca üretilen ince filmlerin literatüre uygun olarak süperiletken geçiş gösterdiği Şekil 35.'te görülmektedir.

Bu çalışma da kullanılan kimyasal numunelerin, K ve L kabuğuna ait X-ışını üretim tesir kesitlerinin deneysel ve teorik sonuçları Tablo 6-7'de görülmektedir. Deneysel olarak elde edilen sonuçların doğruluğunu tespit etmek için yapılan teorik hesaplamada. Scofield'in (1974) rölativistik Hartree-Slater metodunu kullanarak hesapladığı yayılım

oranlarından yararlanılmıştır. Deneysel olarak hesaplanan Sb ve Zr element ve bileşikleri için $\sigma_{K\alpha}$ ve $\sigma_{K\beta}$ üretim tesir kesiti değerleri ile teorik olarak hesaplanan değerler sırası ile %1-9. %3-10 uyum içindedir.

Ta ve W için L kabuğu üretim tesir kesitleri σ_{L1} , $\sigma_{L\alpha}$, $\sigma_{L\beta}$, $\sigma_{L\gamma1}$ ve $\sigma_{L\gamma2.3}$, teorik olarak hesaplanan değerler ile sırasıyla %1-6, %1-8, %1-10. %3-25 ve %8-30 aralıklarında farklılıklara sahiptir.

Tesir kesiti sonucunda gözlenen deneysel ve teorik değerlerdeki farklılıklar hata sınırları içerisinde uyumlu olmasına rağmen bazı değerlerde sapmalar gözlenmiştir. Bu sapmaların sebepleri, kimyasal etki ve çoklu iyonizasyon etkisi olabilir. Bir moleküldeki atomun enerji seviyeleri ve elektron geçişlerinde ki kimyasal etkiler, atomdan yayımlanan karakteristik X-ışını şiddetindeki değişime göre yorumlanabilir (Brunner vd. 1987). Molekül yapılarının bireysel karakteristikleri (polarlık, valans, atomların elektro negativitesi, koordinasyon sayısı, bağ tipi vb.) atomik çizgilerin pozisyonlarını önemli derecede etkiler. Kimyasal bağa katılan atom, özellikle valans elektron yoğunluğunda önemli bir değişikliğe sebep olmaktadır. Elektron yoğunluğu molekülde, kristalde veya komplekslerde komşu atomla bağlanmanın tipine bağlı olarak değişir ve buda iç kabuk enerjilerinin değişimine sebep olur (Mazalov ve Treiger, 1983).

İç kabuk enerjileri de atomun elektron bağ oluşumunda atomdan bir valans elektronunun uzaklaştırılması, hem valans elektronlarının yoğunluğunu hem de perdelemeyi değiştirir. Perdeleme etkisinde görülen azalma geri kalan atomların birbirine daha sıkı bağlanmasına sebep olur. Buda iç kabuklardaki elektronların bağlanma enerjilerinde kaymaya yol açar ve bu şekilde bağ oluşumuna katılan valans elektronlarının sayısının artmasıyla bağlanma enerjilerinde artış gözlenir (Agarwal, 1979). Bu durum X-ışını pik şeklinde ve şiddetinde değişikliklere sebep olacaktır. Bu çalışmada kullanılan Ta ve W elementlerinin valans durumları 5d, 6s ve 6p elektronlarından oluşmaktadır. Bu çalışmada, elementlerin kimyasal özelliklerini bu elektronlar belirlemektedir. Kimyasal etkiden en çok L_{β} ve L_{γ} geçişlerinin etkilendiği gözlemlenmektedir. Çünkü bu geçişler valans kabuğundan ve valans kabuğuna yakın kabuklardan gerçekleşmektedir.

Çoklu iyonizasyon süreçleri, enerjik parçacıklarla atomların veya iyonların çarpışması sonucu veya bir iç kabuk boşluğu doldurulduktan sonra atomik kabukların yeniden düzenlenmesi sonucunda oluşur (Zchornack, 2007). İyonize olmuş atomlar için, farklı kabuk veya alt kabuklardan çıkartılan elektronların sayısına bağlı olarak çok farklı konfigürasyonlar mümkündür (Carlen vd.. 1992). Atomların çoklu iyonizasyonu,

gözlemlenen sapmaların bir kaynağı olabilir. Çünkü çalışılan kabuğun üzerinde meydana getirilen ek iyonizasyonlar Auger, Coster-Kronig, Süper Coster-Kronig ve ışımali geçiş olasılıklarını değiştirebilir (Pajek vd., 2003). Çoklu iyonize olmuş atomlarda iç kabuk elektronlarının perdelenmesinin değişmesine bağlı olarak, elektronların bağlanma enerjisi, X-ışını pik şekli ve pik şiddeti de değişir. Pik şiddetindeki ve pik şeklindeki değişim ışımalsız geçişlerle ilişkilidir. Banas vd., (2000) O, Si ve S iyonlarını ve bir Si(Li) detektör kullanarak Ta, Os, Au, Bi, Th ve U elementleri üzerine çoklu iyonizasyon etkisini gözlemladiler ve N kabukları için çoklu iyonizasyon olasılıklarının bu kabukta açık olan Süper Coster-Kronig geçişleri ile arttığını ortaya çıkardılar. Ayrıca; Banas vd., (2003) yaptıkları diğeri bir çalışmada çoklu iyonize olmuş altın atomunda bazı L ve M Coster-Kronig geçişlerinin kapanma etkilerini açıklamıştır. Bu etkinin, L_1 alt kabuğu için güçlü $L_1-L_3M_{4,5}$ geçişlerinde ve sırasıyla M_4 ve M_5 alt kabukları için $M_3-M_5N_{6,7}$ ve için $M_4-M_5O_{3,4}$ geçişlerinde gözlemlenmiştir. Slabkowska ve Polasik (2003) yürüttükleri çalışmada sülfür için, geniş tek konfigürasyon Dirac-Fock metodunu kullanarak L ve M tabakasından elektron kaldırma etkisini incelediler ve bu metodun fotonlarla veya yüklü paçacıklarla uyarılan numunelerin X-ışını spektrumlarını yorumlamak için kullanılabileceğini önerdiler. Mevcut çalışmada Ta ve Pt arasındaki element ve bileşikler için X-ışını floresans parametreleri hesaplanmıştır. Cooper (1944)'a göre bu atom aralığında bir çok ışımalsız geçiş olması nedeniyle deneysel sonuçlarla teorik değerler arasındaki farklar, çoklu iyonizasyonun sebep olduğu ışımalsız geçiş olasılıklarındaki değişikliklerden kaynaklanır.

K kabuğu, L_3 alt kabuğu ve L kabuğu ortalama floresans verim değerleri sırasıyla Tablo 8-10'da verilmiştir. Deneysel değerler, diğeri araştırmacıların yaptığı teorik, yarı-deneysel ve deneysel değerlerle karşılaştırılmıştır. Deneysel K kabuğu floresans verim değerleri Krause (1979)'nin yarı-deneysel değerler ile % 3-9, Şimşek (2002), Bhan (1981), Arora (1981), Kumar (1987), Al Nasr (1987) 'ın değerleriyle sırasıyla %1-12, %5-10, % 1-8, % 2-10 ve % 0-13 ilişkilidir. Deneysel L_3 alt kabuğu floresans verim değerleri sırasıyla Krause (1979)'nin yarı-deneysel değerler ile % 0-7, Puri vd. (1993)'nin rölativistik Hartree-Slater metodunu (RHDS) kullanarak hesapladığı teorik değerler arasında %3-18, Cengiz (2011)'in deneysel değerleri ile %1-15 ve Hubbell (1994)'in teorik değerleri ile %3-16 hata farkı bulunmuştur.

Mevcut L kabuğu ortalama floresans verim değerleri Cohen (1987) ve Hubbell (1994)'in teorik deneyleri ile sırasıyla %0-13 ve ve %1- 18 fark gözlenmiştir.

Floresans verim değerleri, diğer arařtırmacıların sonuçları arasında sapmalar göstermektedir. Bu sapmaların en önemli sebeplerinden biri eşitlik (2.18-2.20)'dan anlaşılacağı gibi floresans verim değerlerini hesaplarırken tesir kesiti değerlerini kullanmaktır. Dolayısı ile tesir kesitlerinden kaynaklanan hatalar floresans verimde de gözlemlenmektedir. Diğer arařtırmacıların deneysel sonuçları ile mevcut sonuçlar arasındaki sapma, farklı detektör tipi, uyarma enerjisi, detektör verimi ve spektrometre tipinden kaynaklanabilir. Diğer bir neden ise, bu çalışmada kullanılan numunelerin saf element ve bileşiklerden olması olabilir. Çünkü genelde referans olarak aldığımız çalışmalardaki numuneler saf elementlerden oluşmaktadır.

K ve L kabuklarına ait X-ışını siddet oranlarının deneysel değerleri başka arařtırmacıların teorik ve deneysel değerleri ile birlikte Tablo 11-13'te verilmektedir. Zr ve Sb için deneysel IK_{β}/IK_{α} siddet oranı Krause'nin (1979)'da elde ettiği değerlerle % 0-12 Te elementi için ise ortam koşullarının farklı olmasına baęlı olarak % 0-27 arasında deęişim göstermektedir..

Ta ve W element ve bileşikleri için deneysel IL_1/IL_{α} , IL_{β}/IL_{α} , $IL_{\gamma 1}/IL_{\alpha}$ ve $IL_{\gamma 2,3}/IL_{\alpha}$ siddet oranı değerleri ile Krause (1979)'in yaptığı hesaplamalar arasında sırasıyla %1-6, %1-10, %3-25 ve %8-30 hata farkı hesaplanmıştır.

Şiddet oranları atom numarası arttıkça artış gösterir Aksoy (2012). IX_i/IX_j siddet oranı değeri $\sigma_{X_i}/\sigma_{X_j}$ 'ye esittir. Buna baęlı olarak, floresans verim değerleri gibi siddet oranı değerleri de tesir kesiti değerleri ile iliskilidir. Şiddet oranını hesaplarırken pay ve paydadaki tesir kesitlerinin yüzde farklarındaki artış ya da azalış aynı yönde ise şiddet oranlarındaki sapmalar önemsizdir, ancak deęişim bir birine zıt yönde ise şiddet oranındaki sapmalar büyük olabilir.

Çalışmamızda tüm hatanın yaklaşık olarak %6 olduğu hesaplandı. Bu hata, L floresans parametreleri hesaplamak için kullanılan parametrelerdeki belirsizliklerin kuadratik toplamına eşittir. Bu parametrelerin nereden kaynaklandığı ve miktarları Tablo 14'te verilmiştir.

Tablo 14. Deneysel hata kaynađı ve miktarları

Nicelik	Hatanın kaynađı	Hata %
$N_{K_i.L_i}$	Pik sayımı	≤ 3 %
$I_0 G \epsilon_{K_i.L_i}$	İfade de bulunan parametrelerden gelen hata	≤ 3 %
$\beta_{K_i.L_i}$	Saçılan ve sođurulan foton enerjisinde sođurma d¼zeltme hatası	≤ 2 %
m_i	Numune ađırlıđı ve kalınlıđından gelen hatalar	≤ 2 %

5. ÖNERİLER

Bu çalışmada Radyo Frekans (RF) püskürtme yöntemi ile demir tabanlı süperiletken ince filmler üretilmiş ve yüzey özelliklerinin ortam koşullarına göre nasıl değiştiği incelenmiştir. Ayrıca 241-Am radyoizotop kaynağı kullanılarak üretilen ince filmlerin ve Zr, Sb, Ta, W elementleri ile bu elementlere ait bazı bileşiklerin K ve L tabakalarının uyarılmasıyla bu tabakalara ait X-ışını floresans parametreleri ölçülmüştür.

Üretilen ince filmlerin analizinde XRD, texture XRD, SEM ve EDXRF cihazları kullanılmıştır. Bundan sonraki çalışmalar için ince filmlerin yapı analizinde ayrıca Atomic Force Microscope (AFM), Transmission Electron Microscope (TEM) ve Scanning Tunelling Electron Microscope (STEM) gibi mikroskoplar kullanılabilir. Ayrıca numunelerin magnetik özelliklerinin tespiti için Vibrating Sample Magnetometer (VSM) cihazı kullanılabilir.

Kimyasal numunelerde yer alan saf elementlerin X-ışını floresans parametresinden elde edilen bilgiler atom, molekül ve radyasyon fiziğinde ve değişik numunelerin yıkıcı olmayan karakteristik element analizlerinde önemlidir. Bu nedenle floresans parametrelerin ölçümünün hassas ve doğru bir şekilde yapılması gerekir. Bu çalışmada yapılan çalışmalar dalga ayırmalı X-ışını Floresans (WDXRF) dedektörüyle ve X ışını foton yayılım spektroskopisi (XPS) ve Auger elektron spektroskopisi (AES) ile tekrarlanabilir. Bu şekilde numunelerdeki elementlerin kimyasal yapısı hakkında daha detaylı bilgi edinilebilir.

6. KAYNAKLAR

- Agarwal, B.K., 1979. X-ray Spectroscopy: An Introduction, Springer-Verlag, Berlin, New York.
- Aksoy, C., Tıraşođlu, E., Cengiz, E., Apaydın, G., Saydam, M., Aylıkçı, V., Aylıkçı N.K., 2012., Chemical effects on the L-shell X-ray Fluorescence Parameters of Ta and W Compounds Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena, 556–560
- An Z, Tang C.H, Zhou, C.G., Luo, Z.M., 2000. Measurement of K-shell Production Cross Sections for Ga, Ge and Zr Elements by Electron Impact J. Phys. B: At. Mol. Opt. Phys. 33, 367
- Apaydın, G., 2006. $65 \leq Z \leq 92$ Bölgesinde Bazı Elementlerin K ve L X-ışını Floresans Parametrelerinin Ölçülmesi, Doktora Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon.
- Arndt, E., Brunner, G. ve Hartman, E., 1982. $K\beta/K\alpha$ X-ray Intensity Ratios for X-ray Production in 3d Elements by Photoionization and Electron Capture, J. Phys. B: At. Mol. Phys. , 15, 887-889
- Arora, S.K., Allawadhi, K.L., Sood, B.S., 1981. Measurement of K-shell Fluorescence Yields in Elements $28 < Z < 53$. Physica B& C, 111C, 71–75.
- Arslan Tuğçe, X ışınları ve kullanım alanları, Gazi Üniversitesi , Eğitim Fakültesi OFMA Fizik ,Yüksek Lisans tezi 2010, Ankara
- Atkins, P. ve Jones, L., 1999., Temel Kimya, Kılıç, E., Köseođlu, F. ve Yılmaz, H., 2. Cilt, Third Edition, W.H. Freeman and Company, Newyork, USA. Atomic inner shell Processes edited by B Crasemann, Academic New York 1985, PartA 2
- Aylıkçı, V., Bıyıklıođlu, Z., Cengiz, E., Kup Aylıkçı, N., Apaydın, G., Aksoy, C., Tıraşođlu, E. ve Kantekin H., 2009. Influence Chemical Effect on the K-shell X-ray Production Cross Sections and Radiative Auger Ratios of Zn Complexes, Chem. Phys., 365, 144-149.
- Aylıkçı V., 2006. Chemical Effect on the X-ray Fluorescence Parameters of Hf Compounds, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon.
- Badiger, N.M. ve Bonzi, E.V., 2006. Experimental Determination of L Subshell Fluorescence Yields of Ba, La and Pr Using Synchrotron Radiation, Nucl. Instr. and Meth. B, 243, 34-37.

- Banas, D., Braziewicz, J., Czarnota, M., Fijal, I., Jaskola, M., Korman, A., Kretschmer, Pajek M. ve Semaniak, J., 2003. Closing of Coster-Kronig Transitions in Multiply Ionized Gold Atoms, Nucl. Instr. and Meth. B, 205, 139-143.
- Banas, D., Braziewicz, J., Majewska, U., Pajek, M., Semaniak, J., Czyzewski, T., Jaskola, M., Kretschmer, W., Mukoyama, T. ve Trautmann, D., 2000. Universal Scaling of the M- N-shell Ionization Probabilities Measured in Collisions of O, Si, and Si Ions with Heavy Atoms, J. Phys. B: At. Mol. Opt. Phys., 33, L793-L800.
- Barrea, R.A., Perez, C.A. ve Sanchez, H.J., 2002. Hafnium L Subshell and Fluorescence Yields Determination by Synchrotron Photoionization, Spectrochim. Acta B, 57, 999-1008.
- Barrea, R. A., Perez, C.A. ve Sanchez, H.J., 2004. Barium L Subshells Coster-Kronig and Fluorescence Yields by the Subshell Selective Photoionization Method, Nucl. Instr. and Meth. B, 215, 308-316.
- Baydaş, E., Ekinci, N., Büyükkasap, E. ve Şahin, Y., 1998. Chemical Effects on $L\alpha/L\beta$ X-ray Intensity Ratios of Ba, La and Ce, Spectrochim Acta B, 53, 151-154.
- Bayın, Ö., 1982. Modern Kavramlar Yaklaşımıyla Kimya, 4. Baskı, Fil Yayınevi, İstanbul.
- Beiser, A., 2008. Modern Fiziğin Kavramları, Önengüt, G., Akademi Yayıncılık.
- Bekaroğlu, Ö. Ve Tan, N., 1986. Genel Kimya, Kipaş Dağıtımcılık, İstanbul.
- Beling, J.K., Newton, J.O. ve Rose, B., 1952. The Decay of ^{241}Am , Phys. Rev., 87, 670-671.
- Berger, M. J., Hubbell, J. H., Seltzer, S. M., Coursey, J. S. ve Zucker, D. S., 1998. XCOM: Photon Cross Sections Database, NIST Standart Reference Database, 8, (XGAM)
- Bertin, E.P., 1975. Principles and Practice of X-ray Spectrometric Analysis, Plenum press, Newyork-London.
- Bhan, C., Chaturverdi, S.N. ve Nath, N., 1981. Measurement of K X-ray Fluorescence Cross-sections, X-ray Spectrom., 10, 128-130.
- Bragg W.L., 1913, <http://scripts.iucr.org/cgi-bin/paper?S010876739000410X>, 29 Mart 2012.
- Brundle, C.R., Ewens, C.A. ve Wilson Jr.S., 1992. Encyclopedia of Metaterials Characterization, Butterworth-Heineman, Newyork.
- Brunner, G., 1987. K Shell Fluorescence Yields of Silicon and Germanium by Detector Escapes, J. Phys. B: At. Mol. Opt. Phys., 20, 4983-4991.

- Bütün, H., 2007, Fe_xZn_{1-x} ince filmlerinde $K\beta/K\alpha$ şiddet oranının ölçülmesi, Sütçü İmam Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kahramanmaraş
- Bellingeri, E., Buzio, R., Gerbi, A., Marre, D., Congiu, S., Cimberle, M.R., Tropeano, M., Siri, A.S., Palenzona, A. and Ferdeghini, C., 2009. High Quality Epitaxial $FeSe_{0.5}Te_{0.5}$ Thin Films Grown on $SrTiO_3$ Substrates by Pulsed Laser Deposition, *Supercond. Sci. Technol.* 22, 105007 -105011.
- Campbell, J.L., 2003. Fluorescence Yields and Coster-Kronig Probabilities for Atomic L Subshells, *Atom. Data Nucl. Data*, 85, 291-315.
- Carlen, M.W., Polasik, M., Boschung, B., Dousse, J.-Cl., Gasser, M., Halabuka, Z., Hozowska, J., Kern, J., Perny, B. ve Rheme, Ch., 1992. M- and L-shell Ionization in Near-central Collisions of 5.5 MeV/amu ^{16}O Ions with Mo Atoms Deduced from Theoretical Analysis of High Resolution K X-ray Spectra, *Phys. Rev. A*, 46, 3893-3903.
- Cengiz E., 2011, 3. Sıra Geçiş Elementi Bileşiklerinin K ve L X-Işını Floresans Parametreleri, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Cengiz, E., Aylıkçı, V., Kaya, N., Apaydın, G. ve Tıraşoğlu E., 2008. Chemical Effects on K and L Shell Production Cross Sections and Transfer Probabilities in Nb Compounds, *J. Radioanal. Nucl. Ch.*, 278, 89-96.
- Cengiz, E., Bıyıklıoğlu, Z., Kup Aylıkçı, N., Aylıkçı, V., Apaydın, G., Tıraşoğlu, E. ve Kantekin H., 2010. Chemical Effect on K Shell X-ray Fluorescence Parameters and Radiative Auger Ratios of Co, Ni, Cu and Zn Complexes, *Chinese J. Chem. Phys.*, 23, 138-144.
- Chang, C. N., Chen, C. T., Yen, C. C., Wu, Y. H., Su, C. W. ve Chiou, S. K., 1994. The Vanadium $K\beta/K\alpha$ X-ray Intensity Ratios of Some Vanadium Compounds, *J. Phys. B: At. Mol. Opt. Phys.*, 27, 5251-5256.
- Chen, M.M., Crasemann, B. ve Mak, H., 1981. Widths and Fluorescence Yields of Atomic L-shell Vacancy States, *Phys. Rev. A*, 24, 177-182.
- Cipolla, S.J., 1999. K X-ray Production Cross-sections, $K\beta/K\alpha$ Ratios, and Radiative Auger Ratios for Protons Impacting Low-Z Elements, *Nucl. Instr. and Meth. A*, 422, 546-550.
- Cohen, D.D., 1987. Average L Shell Fluorescence Yields, *Nucl. Instr. and Meth. B*, 22, 55-58.
- Cooper, J.N., 1944. Auger Transitions and Widths of X-ray Energy Levels, *Phys. Rev.*, 65, 155-161.
- Çevik, U., 1994. Doğu Karadeniz Dip Tortularının X- ışını Floresans Yöntemiyle Belirlenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Karadeniz Teknik Üni., Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon.

- Durak, R. ve Özdemir, Y., 2001. Measurement of K shell Fluorescence Cross-sections and Yields of 14 Elements in the Atomic Number Range $25 \leq Z \leq 47$ using Photoionization, *Rad. Phys. Chem.*, 61, 19-25.
- Ertuğral, B., 2004. K Tabakasından L Tabakasına Boşluk Geçiş İhtimaliyetlerinin Ölçülmesi ve Hesaplanması, Doktora Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon.
- Ertuğrul, M., 2001. Measurements of L_{31} , $L_{3\alpha}$, $L_{3\beta}$, $L_{2\beta}$, $L_{2\gamma}$, $L_{1\beta}$, $L_{1\gamma}$, L_{β} , L_{γ} , L_{1x} , L_{2x} and L_{3x} X-ray Production Cross-Sections and L Subshell Fluorescence Yields for Re, W and Ta at 59.5 keV, *J. Phys. B: At. Mol. Opt. Phys.*, 34, 2081-2088.
- Fang, M.H, Pham, H.M, Qian, B, Liu, T.J, Vehstedt, E.K, Liu, Y., Spinu, L. and Mao, Z.Q., 2008. Superconductivity Close to Magnetic Instability in $\text{Fe}(\text{Se}_{1-x}\text{Te}_x)_{0.82}$. *Physical Review B*, 78, 224503.
- Gowda, R. ve Sanjeevaiah, B., 1974. K-shell Photoelectric Cross Sections for Cu, Zr, Ag, Sn, Ta, Au and Pb for 279.1 and 411.8 keV Gamma Rays, *Phys. Rev. A*, 10, 1188-1191.
- Gürol, A. ve Karabulut, A., 2003. L Subshell Fluorescence Cross-Sections and Relative Intensity Ratios of Some Elements in the Atomic Range $72 \leq Z \leq 92$, *Spectrochim Acta B*, 58, 1473-1480.
- Han, Y., Li, W.Y, Cao, L.X., Wang, X.Y., Xu, B., Zhao, B.R., Guo, Y.Q ve Yang, Z.W., 2009. High-Temperature Superconducting Thin Films: High-Speed Electronics Perspective. *AIP Conf. Proc.* 165, 211-220.
- Hsu F.C., 2008. Superconductivity in the PbO-Type Structure of α -FeSe, *Proc. Natl Acad. Sci., USA*, 105, 14262.
- Hubbell, J.H., Trehan, P.H., Singh, N., Chand, B., Metha, D., Garg, M.L., Singh, S. ve Puri, S., 1994. A Review, Bibliography, and Tabulation of K, L, and Higher Atomic Shell X-ray Fluorescence Yields, *J. Phys. Chem. Ref. Data*, 23, 339-364.
- İsmail, M. A. ve Malhi, B. N., 2000. L-shell X-ray Relative Intensities of Some Heavy Elements Excited by 20.48 keV X-rays, *X-Ray Spectrom.*, 29, 317-319.
- Jihara, J., Izawa, C., Omori, T. and Yoshihara, K., 1990. *Nucl. Instru. and Methods in Physics Research A*, 299, 394-398.
- Kennedy, J., Augusthy, A., Varrier, K.M., Magudapathy, P., Nair, K.G.M., Dhal, B.B., Padhi, H.C., 2000. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res B*, 196, 161-163.
- Jitschin, W., Materlik, G., Werner, U. ve Funke, P., 1985. Coster-Kronig and Fluorescence Yields of Au L Subshells Derived from Photoionisation Measurements, *J. Phys. B: At. Mol. Opt. Phys.*, 18, 1139-1153.

- Kamihara, Y, Watanabe, T, Hirano, M. and Hosono, H. 2008. Iron-based Layered Superconductor $\text{La}[\text{O}_{1-x}\text{F}_x]\text{FeAs}$ ($x = 0.05\text{--}0.12$) with $T_c = 26$ K, *J. Am. Chem. Soc.*, 30, 3296.
- Kaya, A. ve Ertuğrul, M., 2003. Measurement of L X-ray Production Cross Sections and Li Subshell Fluorescence Yields, *J. Electron Spectrosc.*, 130, 111-118.
- Konishi, T., Kawai, J., Fujiwara, M., Kurisaki, T., Wakita, H. ve Gohshi, Y., 1999. Chemical Shift and Lineshape of High-resolution Ni $K\alpha$ X-ray Fluorescence Spectrum, *X-ray Spectrom.*, 28, 470-477.
- Krause, M.O. ve Oliver, J., 1979. Atomic Radiative and Radiationless Yields for K and L Shells, *J. Phys. Chem. Ref. Data*, 8, 307-327.
- Kumar, S., Singh, S., Mehta, D., Singh, N., Mangal, P.C., Trehan, P.N., 1987. Measurement of K X-ray Fluorescence Cross-Sections for Some Elements with $23 < Z < 55$ in the Energy Range 8–60 keV.. *X-ray Spectrom.* 16, 203–206.
- Kumary, T. G., Baisnab, D.K., Janaki, J., Mani, A., Satya, A.T., Sarguna, R.M., Ajikumar, P.K., Tyagi, A.K. ve Bharathi, A., 2009. Superconducting $\text{Fe}_{1+\gamma}\text{Se}_{1-x}\text{Te}_x$ Thin Films: Growth, Characterization and Properties, *Supercond. Sci. Technol.*, 22, 095018.
- Küp Aylıkçı, N., Tıraşoğlu, E., Karahan, İ.H., Aylıkçı, 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 Superalloys Constitute from Al, Ni, and Mo Elements, *Chem. Phys.*, 377, 100-108.
- Küp Aylıkçı, N., 2009. Zn ve Co Elementlerinin Oluşturduğu Alaşımların X-ışını Floresans Parametreleri Üzerine Alaşım Etkisi, Yüksek Lisans Tezi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Trabzon.
- Kupriyanova, T.A., Filippov, M.N. ve Lyamina, O.I., 2003. Chemical Bond Effect on Line Intensities in Arsenic X-ray Emission Spectrum, *Journal of Structural Chemistry*, 44, 410-419.
- Küçükönder, A., 2001. The X-ray Fluorescence Cross Sections for Bromide and Iodide Compounds, *Eur. Phys. J. D*, 17, 293-296.
- Küçükönder, A., Şahin, Y. ve Büyükkasap, E., 1993. Dependence of the $K\beta/K\alpha$ Intensity Ratio on the Oxidation State, *J. of Radio. and Nucl. Chem.*, 170, 125-132.
- Küçükönder, A., Şahin, Y. ve Büyükkasap, E., 1993. The Effect of the Chemical Environment on The $K\beta/K\alpha$ Intensity Ratio, *IL Nuovo Cimento*, 15D, 1295-1300.
- Küçükönder, A., Şahin, Y., Büyükkasap, E. ve Kopya, A., 1993. Chemical Effect on $K\beta/K\alpha$ X-ray Intensity Ratios in Coordination Compounds of Some 3d Elements, *J. Phys. B: At. Mol. Opt. Phys.* , 26, 101-105.

- Llovet, X., Merlet, C. ve Salvat, F., 2000. Measurement of K-shell Ionization Cross Sections of Cr, Ni and Cu by Impact of 6.5-40 keV Electrons, *J. Phys. B: At. Mol. Opt. Phys.*, 33, 3761-3772.
- Luo, Z., An, Z., Li, T., Wang, L., Zhu, Q. and Xia, X., 1997. *J. Phys. B: At. Mol. Opt. Phys.*, 30, 268.
- Miller, M.C., <http://www.fas.org/sgp/othergov/doe/lanl/lib-www/la-pubs/00326405.pdf>. 30 Mart 2012.
- Mazalov, N. ve Treiger, B.A., 1983. Chemical Bonding Effects in X-ray Spectral Analysis, *Struct. Chem.*, 24, 276-305.
- Medvedev, S., 2009. Electronic and Magnetic Phase Diagram of β -Fe_{1.01}Se with Superconductivity at 36.7 K Under Pressure, *Nat. Mater.*, 8, 630.
- Mukoyama, T., Taniguchi, K. ve Adachi, H., 1986. Chemical Effect on $K\beta/K\alpha$ X-ray Intensity Ratios, *Physical Review B*, 34, 3710-3716.
- Mukoyama, T., Taniguchi, K. ve Adachi, H., 2000. Variation of $K\beta/K\alpha$ X-ray Intensity Ratios in 3d Elements, *X-Ray Spectrom.*, 29, 426-429.
- Nasr, I.A., Jabr, I.J., Al-Saleh, K.A., Saleh, N.S., 1987. Fluorescence Yields for Elements in the Range $42 < Z < 57$ Using Radioisotope X-ray Fluorescence (K: Mo, Ag, Cd, In, Sn, Sb, Ba, La), *Appl. Phys. A (Germany)*, A43, 71-73.
- Ölmez, H. ve Yılmaz, V.T., 2004. *Anorganik Kimya-Temel Kavramlar, Otak Form-Ofset Basım San. Ve Tic. A.Ş., Samsun.*
- Özdemir, Y., 2003. Photon Induced L Subshell Auger Yields for Some Elements in the Atomic Number Range $55 \leq Z \leq 92$ Using a Si(Li) Detector, *Rad. Phys. Chem.*, 66, 317-332.
- Özdemir, Y., Durak, R. ve Öz, E., 2002. K-shell X-ray Production Cross-sections and Fluorescence Yields in Some Medium-Z Elements, *Rad. Phys. Chem.*, 65, 199-204.
- Pajek, M., Banas, D., Semaniak, J., Braziewicz, J., Majewska, U., Chojnacki, S., Czyzewski, T., Fijal, I., Jaskola, M., Glombik, A., Kretschmer, W., Trautmann, D., Lapicki, G. ve Mukoyama, T., 2003. Multiple Ionization and Coupling Effects in L Subshell Ionization of Heavy Atoms by Oxygen Ions, *Phys. Rev. A*, 68, 022705.
- Pitcher M.J., Parker, D.R., Adamson, P., Herkelrath, S.J., Boothroyd, A.T., Ibberson R.M, Brunelli M. and Clarke, S.J., Analysis of local chemical and structural inhomogeneities in Fe_ySe_{1-x}Te single crystals.
- Perez, S. L. , 2011, SEM/EDX lecture notes, Departments of Materials, University of Oxford.

- Prakhya, R.S., Parthasaradhi, K., Laskhminarayana, V., Narasimham, K.L., Ramanaiah, K.V. ve Reddy, S.B., 1986. Measurement of K-shell Photoelectric Cross Sections by the Indirect Method, *Phys. Rev. A*, 2440-2443.
- Puri, S. ve Singh, N., 2006. Li ($i=1-3$) Subshell Fluorescence and Coster-Kronig Yields for Elements with $70 \leq Z \leq 92$, *Rad. Phys. Chem.*, 75, 2232-2238.
- Puri, S., Metha, D., Chand, B., Singh, N. ve Trehan, P.N., 1993. L Shell Fluorescence Yields and Coster Kronig Transition Probabilities for the Elements with $25 \leq Z \leq 96$, *X-ray Spectrom.*, 22, 358-361.
- Barrea, R.A., Bonzi E.V., 2001. *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy* 56, 2429- 2437.
- Raj, S., Padhi, H.C. ve Polasik, M., 1998. Influence of Chemical Effect on $K\beta/K\alpha$ X-ray Intensity Ratios of Ti, V, Cr and Fe in TiC, VC, CrB, CrB₂ and FeB, *Nucl. Instrum. Methods B*, 145, 485-491.
- Raj, S., Padhi, H.C. ve Polasik, M., 2000. Influence of Chemical Effect on $K\beta/K\alpha$ X-ray Intensity Ratios of Cr, Mn and Co in CrSe, MnSe MnS and CoS, *Nucl. Instrum. Methods B*, 160, 443-448.
- Rotter M., Tegel, D. and Johrendt, M., 2008. Superconductivity at 38 K in the Iron Arsenide ($Ba_{1-x}K_x$)Fe₂As₂, *Phys. Rev. Lett.*, 101, 107006.
- Saleh, N.S. ve Abu El-Haija, A.J., 1988. Measurement of Photon-induced K X-ray Cross-Sections for Elements with $73 \leq Z \leq 82$, *Phys. B: At. Mol. Opt. Phys.*, 21, 3077-3081.
- Saracoğlu, A.S., 1983. *Temel Kimya*, 3. Baskı, Çağlayan Basımevi, İstanbul, 110-111.
- Sawhney, K.J.S., Lodha, G.S., Kataria, S.K. ve Kulshreshtha, S.K., 2000. Chemical Effects in X-ray Fluorescence by Study of Fe, Pt and U Compounds, *X-Ray Spectrom.*, 29, 173-177.
- 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, *Atom. Data and Nucl. Data*, 14, 121-137.
- Shanker, R. and Hippler, R., 1997. Characteristics and Non characteristic X Ray Emission from SF₆ and SO₂ Molecules by Electron Impact, *Z. Phys. D.*, 42, 161.
- Sharma, M., Singh, P., Shadi, J.S., Metha, D. ve Singh, N., 2005. Li ($i=1-3$) Subshell Fluorescence Yields for ⁷⁹Au, ⁸⁰Hg and ⁸¹Tl, *X-ray Spectrom.*, 34, 35-41.
- Shevelko V.P., Solomon A.M. and Vukstich V.S., 1991. K-Shell Ionization of Free Metal Atoms K, Ca, Rb and Sr by Electron Impact, *Phys. Scr.* 43, 158.

- Si, W., Lin Z-W.Q., Yin, W.G., Zhou, F.R., Gu, G. ve Johnson, P.D., 2009. ronalchalcogenide FeSe_{0.5}Te_{0.5} coated superconducting tapes for high field applications Applied Physics Letters, 95, 052504.
- Slabkowska, K. ve Polasik, M., 2003. Effect L- and M-shell Ionization on the Shapes and Parameters of the K X-ray Spectra of Sulphur, Nucl. Instr. and Meth. B, 205, 123-127.
- Sögüt, Ö., 1995. K ve L X-ışını Şiddet oranları üzerine Kimyasal Etkiler, Yüksek Lisans Tezi, Atatürk Üniversitesi, Erzurum.
- Sögüt, Ö., 2000. Coster Kronig Geçiş İhtimaliyetleri, Floresans Tesir Kesitleri ve Floresans Verimler Üzerine Kimyasal Etkiler, Doktora Tezi, Atatürk Üniversitesi, Erzurum.
- Sögüt, Ö., 2000. Coster-Kronig Geçiş İhtimaliyetleri, Floresans Tesir Kesitleri ve Floresans Verimler Üzerine Kimyasal Etki, Doktora Tezi, Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum.
- Sögüt, Ö., Apaydın, G., Şimşek, Ö., Cengiz, E., Saydam, M., Küp, N. ve Tıraşoğlu, E., 2009. Measurement of L Subshell Fluorescence Yields of Some Elements in the Atomic Range $75 \leq Z \leq 92$ Using Photoionization, Rad. Phys. Chem., 78, 307-310.
- Sögüt, Ö., Büyükkasap, E. ve Erdoğan, H., 2002. Chemical Effect Variation of $K\beta/K\alpha$ X-ray Intensity Ratios in 3d Elements, Radiation Physics and Chemistry, 64, 343-348.
- Sögüt, Ö., Küçükönder, A., Durdu, B.G. ve Büyükkasap, E., 2003. Chemical Effects on L Shell Cross-sections and Fluorescence Yields of Th and U Compounds, Phys. Scr., 67, 219-222.
- Speller, S., Aksoy, C., Saydam, M., Taylor, H., Burnell, G., Boothroyd, A. T. and Grovenor, CRM., 2011. Analysis of Fe_ySe_{1-x}Te_x thin films grown by radio frequency sputtering, Supercond. Sci. Technol., 24, 075023.
- Stötzel, R., Werner, U., Sarkar, M. ve Jitschin, W., 1992. Fluorescence, Coster-Kronig and Auger Yields of the ⁶²Sm L Subshells Measured with the Synchrotron Photoionization Method, J. Phys. B: At. Mol. Opt. Phys., 25, 2295-2307.
- Şahin Y., Gocayev N., 2008. Moleküllerin Yapısı ve Özellikleri, Nobel Yayınları
- Şahin, M., Demir, L. ve Budak, G., 2005. Measurement of K X-ray Fluorescence Cross-sections and Yields for 5,96 keV Photons, Appl. Radiat. Isot., 63, 141-145.
- Şimşek, Ö., Ertugrul, M., Karagöz, D., Budak, G., Karabulut, A., Yılmaz, S., Doğan, O., Turgut, Ü., Sögüt, Ö., Polat, R. ve Gürol, A., 2002. K Shell Fluorescence Yields for Elements with $33 \leq Z \leq 53$ Using 59.5 keV Photons, Rad. Phys. Chem., 65, 27-31

- Şimşek, Ö., Doğan, O., Turgut, Ü. ve Ertuğrul, M., 1999. Measurement of L Shell Fluorescence Yields Some Elements in the Atomic Range $56 \leq Z \leq 64$ Using Photoionization, *Rad. Phys. Chem.*, 54, 229-233.
- Tadic, T., Makuma, Y., Fujii, K., Horino, Y., Brnicevic, N., Planinic, P., Jaksic, M., 1997. *Applied Superconductivity*, 5, 16, 93-99.
- Talukder, M.R., Bose, S., Takamura, S., 2008. Calculated Electron Impact K-shell Ionization Cross Sections for Atoms, *International Journal of Mass Spectrometry*, 269, 118-130
- Thakkar, R., Sharma, B. ve Allawadhi, K.L., 2006. Energy and CKT Dependence of Proton Induced L Subshell X-ray Intensity Ratios in Elements $57 \leq Z \leq 92$, *Rad. Phys. Chem.*, 75, 1482-1489.
- Tıraşoğlu, E. ve Tekbıyık, A., 2005. Influence of Chemical Effect on the $K\beta/K\alpha$ X-ray Intensity Ratios for Calcium and Potassium Compounds, *Spectrochim. Acta B*, 60, 549-553.
- Tıraşoğlu, E., 1994. Enerji Dispersiv X-ışını Floresans Analizinde Şiddetlendirme Etkisi, Doktora Tezi, Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum.
- Tıraşoğlu, E., Çevik, U., Ertuğral, B., Apaydın, G., Ertuğrul, M. ve Kobya, A. İ., 2003, Chemical Effects on $L\alpha$ $L\beta$ $L\gamma$ $L\delta$ and $L\eta$ X-ray Production Cross-Section and $L\delta/L\alpha$ Eur. Phys. J. D., 26, 231-236.
- Tıraşoğlu, E., Çevik, U., Ertuğral, B., Apaydın, G., Ertuğrul, M. ve Kobya, A.İ., 2003. Chemical Effects on $L\alpha$, $L\beta$, $L\gamma$, $L\delta$, and $L\eta$, X-ray Production Cross Sections and $L\delta/L\alpha$ X-ray Intensity Ratios of Hg, Pb and Bi Compounds at 59.54 keV, *Eur. Phys. J. D*, 26, 231-236.
- Tıraşoğlu, E., Söğüt, Ö., Tekbıyık, A., Apaydın, G. ve Ertuğral, B., 2007. Measurement of K Shell Fluorescence Cross-section of Ca and K Compounds, *J. Quant. Spectrosc. Rad. Trans.*, 103, 275-280.
- Tsoufanidis, N., 1995. Measurement and Detection of Radiation, Taylor&Francis, Washington.
- Tunalı, N.K. ve Özkar, S., 2009. Anorganik Kimya, 7. Baskı, Gazi Kitabevi, Ankara.
- Tuzluca, F. N., 2007, Bazı elementlerin L tabakasından M ve N Tabakasına BoşlukGeçiş İhtimallerinin Ölçülmesi, Sütçü İmam Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kahramanmaraş.
- URL-1, <http://www.thm.ankara.edu.tr/tac/YAZOKULU/yazokulu4/.../iakkurt.pdf>., Fotonların şiddetinde soğurucu madde kalınlığına bağlı olarak değişiminin şematik gösterimi, 12 Kasım 2011
- URL-2, <http://www.amptek.com/xrf.html>. Fotoelektrik olay, 11 Nisan 2012

- URL-3, <http://www.flickr.com/photos/mitopencourseware/4706123553/>Çift Oluşum, 12 Kasım 2011
- URL-4, [http://www.ciasem.com/PSD/PASI%20PP T/Lyman%201_EDS%20\(Mon\).ppt](http://www.ciasem.com/PSD/PASI%20PP T/Lyman%201_EDS%20(Mon).ppt)"></nocrt / , Kabuklararası X-Işını geçişleri
- URL-5, http://www.springerimages.com/Images/LifeSciences/1-10.1007_s00226-005-0055-4-4, Pole-figure, 11 Mart 2012
- URL-6, <http://www.ekimya.com/article.php?artid=70&action=part1>, Bağ Enerjisi, 08 Mayıs 2011.
- URL-7, http://tr.wikipedia.org/wiki/Kovalent_ba%C4%9F, Kovalent Bağ, 18 Şubat 2011.
- URL-8, <http://www.fenokulu.net/kovalentbag.htm>, Kovalent Bağ, 18 Şubat 2011.
- URL-9, http://www.babylon.com/definition/oxidation_number/English, Oksidasyon Sayısı, 10 Şubat 2010.
- URL-10, http://shodhganga.inflibnet.ac.in/bitstream/10603/3292/9/09_chapter%20.pdf, RF Magnetron sputtering, 1 Ocak 2012
- URL-11, http://tr.wikipedia.org/wiki/Saçtırma_biriktirme, Sputtering, 20 Aralık 2011.
- URL-12, <http://www.panalytical.com/index.cfm?pid=142>, Texture XRD, 31 Mart 2012.
- URL-13, <http://www.science.unitn.it/~gcsmf/facilities/rf-sputtering.htm>, 31 Mart 2012.
- URL-14, <http://www.weblearn.ox.ac.uk/.../Texture%20XRD.ppt>, XRD texture, 1 Ocak 2012
- Xu, J.Q., 1991. L Subshell Fluorescence Yields for Elements with $73 \leq Z \leq 83$, Phys. Rev. A, 43, 4771-4779.
- Wu, Y., An Z., Duan, Y.M., Liu, M.T., Ouyang, X.P., 2012. K-shell Ionization Cross Sections of K and $L\alpha$ X-ray Production Cross Sections of I by 10–30 keV Electron Impact , Canadian Journal of Physics, 90, 2, 125-130.
- Yu, Y.C., Hsu, J.Y. ve Chen, K.M., 2005. K-shell X-ray Production of In and Sn by Proton, Helium, and Lithium Ions, Nucl. Instr. and Meth. B, 241, 90-93.
- Zeren, M.A., 2008. Atomlar Moleküller, Birsen Yayınevi, İstanbul.
- Zhou, C., An, Z., Luo, Z., 2002, Measurement of K-shell production cross sections for Ga, Ge and Zr elements by electron impact, J. Phys. B: At. Mol. Opt. Phys., 35, 841–845.
- Zschornack, G., 2007. Handbook of X-ray Data. Springer Berlin Heidelberg Press, Newyork.

ÖZGEÇMİŞ

1980 yılında Ardahan'ın Göle ilçesinde doğdu. İlk ve orta öğrenimini Kars'ta, lise öğrenimini Trabzon'da Beşikdüzü Anadolu Öğretmen Lisesi'nde tamamladı. 1999 yılında Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümünde başladığı üniversite lisans öğrenimini 2003 yılında bitirdi. 2003-2005 yılları arasında 19 Mayıs Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünde Fizik Eğitimi Tezsiz Yüksek Lisans programını tamamladı. 2004-2009 yıllarında Milli Eğitim Bakanlığı'na bağlı özel dersanelerde Fizik Öğretmenliği yaptı. 2008 yılında Karadeniz Teknik Üniversitesi'nde doktora programına başladı. 2010-2011 yılları arasında Erasmus staj hareketliliğinden yararlanarak Oxford Üniversitesi Malzeme Bölümü'nde akademik araştırmacı olarak 9 ay çalıştı ve tez çalışmalarının bir kısmını burada gerçekleştirdi. SCI kapsamında ve uluslararası dergilerde basılmış toplam 5 makalesi, ayrıca uluslararası sempozyumlarda sunulmuş 7 bildirisi ve en başarılı poster sunum ödülü bulunmaktadır. İyi derecede İngilizce bilmektedir.