



**T.C.
KAHRAMANMARAŞ SÜTÇÜ İMAM ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANABİLİM DALI**

**AFŞİN-ELBİSTAN TERMİK SANTRALİNDEKİ KÖMÜRLERİN KALİTATİF
VE KUANTİTATİF ANALİZİ**

Emine PAKSOY

YÜKSEK LİSANS

**KAHRAMANMARAŞ
Eylül-2009**

T.C.
KAHRAMANMARAŞ SÜTÇÜ İMAM ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANABİLİM DALI

AFŞİN-ELBİSTAN TERMİK SANTRALİNDEKİ
KÖMÜRLERİN KALİTATİF VE KUANTİTATİF ANALİZİ

Emine PAKSOY

YÜKSEK LİSANS

Kod No:

Bu Tez 17/09 /2009 Tarihinde Aşağıdaki Jüri Üyeleri Tarafından
Oy Birliği ile Kabul Edilmiştir.

Prof. Dr. Adnan
KÜÇÜKÖNDER
DANIŞMAN

Prof. Dr. Fikret
ANLI
ÜYE

Yrd. Doç. Dr. Mustafa
DOLAZ
ÜYE

Yukarıdaki imzaların adı geçen öğretim üyelerine ait olduğunu onaylarım.

Prof. Dr. Süleyman TOLUN
Enstitü Müdürü

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

İÇİNDEKİLER

İÇİNDEKİLER.....	I
ÖZET	III
ABSTRACT	IV
ÖNSÖZ	V
ÇİZELGELER DİZİNİ	VI
ŞEKİLLER DİZİNİ	VII
1. GİRİŞ.....	1
1.1. Gama Işınları ve Özellikleri	1
1.2. Gama Işınlınının Madde İle Etkileşmesi Sonucu Meydana Gelen Olaylar	2
1.2.1. Saçılma Olayı	2
1.2.1.1. Compton Saçılması	2
1.2.1.2. Coherent Saçılma	2
1.2.2. Fotoelektrik Olay	3
1.2.3. Auger Olayı	3
1.2.4. Elektron Pozitron Çifti Meydana Gelmesi.....	4
1.3. X-Işınları ve Özellikleri	4
1.4. Karakteristik X-ışınları.....	4
1.5. Sürekli X Işınları	4
1.6. Karakteristik X-Işın Enerji Seviyeleri.....	5
1.7. Karakteristik X-Işın Spektrumları.....	7
1.8. Karakteristik X- Işınlınının Sayılması	8
1.8.1. Katıhal Sayaçları	8
1.8.2. Katıhal Sayaçlarının Çalışma Prensibi	9
1.9. X-Işınlınının Soğrulması.....	9
1.10. Soğurma Kıyısı.....	11
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR.....	12
3. MATERYAL VE METOT	14
3.1. Materyal	14
3.1.1. Afşin-Elbistan Termik Santrali.....	14
3.1.2. Numunelerin Hazırlanması	16
3.1.3. Deney Düzenegi.....	16
3.2. Metot	18
3.2.1. Analiz Metotları.....	18
3.2.1.1. Standart İlave ve Seyreltme Metodu	18
3.2.1.2. Standart Karşılaştırma Metodu	20
3.2.1.2.1. Tek Standart Metot	20
3.2.1.2.2. İki Standart Metot.....	20
4. BULGULAR VE TARTIŞMA	22
4.1. Enerji Kalibrasyonu	22
4.2. Kalitatif (Nitel) Analiz.....	23
4.3. Kuantitatif (Nisel) Analiz.....	28
4.3.1. Standart Karşılaştırma Metodu İle Kuantitatif Analiz	28
4.3.2. Standart İlave Metodu İle Kuantitatif Analiz.....	29
4.3.2.1. Numune İçerisindeki S (Sülfür) Yüzdesinin Tespiti.....	29
4.3.2.2. Numune İçerisindeki P (Fosfor) Yüzdesinin Tespiti	32
5. SONUÇ VE ÖNERİLER	36

KAYNAKLAR.....	37
ÖZGEÇMİŞ	39

**T.C.
KAHRAMANMARAŞ SÜTÇÜ İMAM ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANABİLİM DALI**

YÜKSEK LİSANS

ÖZET

**AFŞİN-ELBİSTAN TERMİK SANTRALİNDEKİ KÖMÜRLERİN
KALİTATİF VE KUANTİTATİF ANALİZİ**

Emine PAKSOY

DANIŞMAN: Prof. Dr. Adnan KÜÇÜKÖNDER

Yıl: 2009 Sayfa: 38

**Jüri: Prof. Dr. Adnan KÜÇÜKÖNDER
: Prof. Dr. Fikret ANLI
: Yrd. Doç. Dr. Mustafa DOLAZ**

Afşin-Elbistan termik santralinden alınan kömür ve kül numunelerinin, kalitatif ve kantitatif analizi XRF tekniği ile yapıldı. Santralden alınan kömür numuneleri, kırma, toz haline getirme ve eleme işlemlerinden geçirildi. Sayıma hazır hale gelen numunelerin kalitatif analizi yapıldı. Kalitatif analiz sonucu kömür numunesi içerisinde, Ca, Fe, Sr, Ba, Mo, S ve P elementleri tespit edildi. Kömür külünde kalitatif analiz sonucu, Ca, Fe, Sr, Ba, Mo, S, P, Ce, I ve Sn tespit edildi. Numuneler, 200 mesh'lik eleklerden geçirilerek sayıldı. Numune miktarları 200 mg olarak alındı. Çalışmada, Am-241 radyoizotop kaynak ve Fe-55 kaynak kullanıldı. Sayım sistemi olarak, Si(Li) katıhal sayacı ile bağlantılı, çok kanallı analizör (4096 kanal) ve NIM modüler kullanıldı. Kül numunesi ve kömür numuneleri içerisindeki madde miktarları, standart karşılaştırma ve standart ilave metotları kullanılarak bulundu.

Anahtar Kelimeler: XRF Tekniği, Afşin-Elbistan Termik Santrali, Standart Karşılaştırma Metodu, Standart İlave Metodu, Kömür, Kömür Külü, Karakteristik X-Işını

**UNIVERSITY OF KAHRAMANMARAŞ SÜTÇÜ İMAM
INSTITUTE FOR GRADUATE STUDIES IN SCIENCE AND ENGINEERING
DEPARTMENT OF PHYSICS**

MSc/PhD THESIS

ABSTRACT

**QUANTITATIVE AND QUALITATIVE ANALYSIS OF COALS SAMPLES
OF AFŞİN-ELBİSTAN THERMAL POWER PLANTS**

Emine PAKSOY

SUPERVISOR: Prof. Dr. Adnan KÜÇÜKÖNDER

Year: 2009, Pages : 38

**Jury: Prof. Dr. Adnan KÜÇÜKÖNDER
: Prof. Dr. Fikret ANLI
: Yrd. Doç. Dr. Mustafa DOLAZ**

Qualitative and quantitative analysis of coal and fly ash samples of Afşin-Elbistan thermal power plants were carried out through the XRF technique. Coal samples of thermal power plants were examined through crush, grind and selecting processes. Qualitative analysis of samples ready to be counted were carried out. In the result of qualitative analysis, in the coal samples, Ca, Fe, Sr, Ba, Mo, S and P elements were detected. In the result of qualitative analysis, in the fly ash sample, Ca, S, P, Fe, Sr, Ba, Mo, Ce, I and Sn elements were detected. Samples were sieved 200 mesh sieve and samples quantity were determined as 200mg. In this study, Am-241 radioisotope source and Fe-55 source were utilized. As a counting system, NIM modules and multi-channelled analyser (4096 channel) related to Si(Li) detector were utilized. Quantitatives of elements in the coal samples and in the fly ash samples were detected by using the standard addition method and comparison standard method.

Key Words: Characteristic X-Rays, XRF Technique, Afşin-Elbistan Power Plants, Standard Addition Method, Comparison-Standard Method, Coal And Fly Ash.

ÖNSÖZ

Bu çalışmada Afşin-Elbistan Termik Santrali Kışlaköy mevkiinin alt zemininden ve üst zemininden alınan kömür numuneleri ile A santralinden alınan kömür külü incelendi. anın esası numunelerin uyarılması ve bunun sonucu yayımlanan karakteristik X-ışınlarının Si(Li) dedektör ile sayılmasına dayanmaktadır. Bu nedenle çalışmanın ilk aşamasında gama ışınları ve gama ışınlarının madde ile etkileşmesi sonucu meydana gelen olaylar, X-ışınları ve özellikleri, X-ışınlarının sayılması ve numunelerin uyarılması hakkında genel bilgiler verildi. İncelenen numunelerin özellikleri, numunelerin nasıl hazırlandığı belirtilerek izah edildi. Son olarak deneysel veriler kaydedilerek değerlendirme yapıldı.

Çalışmalarım esnasında yardımını esirgemeyen, değerli hocam Prof. Dr. Adnan KÜÇÜKÖNDER'e, çalışma boyunca bilgi ve deneyimlerini bizimle paylaşan Burhanettin Göker DURDU'ya, maddi manevi yardımıyla desteğini esirgemeyen değerli arkadaşım Şeyma BİBER'e, tezimde emeği geçen herkese ve aileme teşekkür ederim.

Eylül 2009,
KAHRAMANMARAŞ

Emine PAKSOY

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 1.1. Siegbahn gösterimleri	5
Çizelge 4.1. Am-241 kaynakla yapılan enerji kalibrasyonu için çizelge.....	22
Çizelge 4.2. Demir-55 kaynakla yapılan enerji kalibrasyonu için çizelge	25
Çizelge 4.3. Alt katman kömür numunesinde tespit edilen elementlerin, standart karşılaştırma metodu ile hesaplanan yüzde oranları	28
Çizelge 4.4. Üst katman kömür numunesinde tespit edilen elementlerin, standart karşılaştırma metodu ile hesaplanan yüzde oranları	29
Çizelge 4.5. Kül numunesinde tespit edilen elementlerin, standart karşılaştırma metodu ile hesaplanan yüzde oranları	29
Çizelge 4.6. S ilaveli alt katman kömür numuneleri	29
Çizelge 4.7. S ilaveli üst katman kömür numuneleri.....	30
Çizelge 4.8. S ilaveli kül numuneleri.....	31
Çizelge 4.9. P ilaveli alt katman kömür numuneleri	32
Çizelge 4.10. P ilaveli üst katman kömür numuneleri.....	33
Çizelge 4.11. P ilaveli kül numuneleri.....	34
Çizelge 4.12. Kül numunesinde gözlenen elementler ve yüzde oranları.....	35
Çizelge 4.13. Afşin-Elbistan alt kömür numunesi elde edilen veriler	35
Çizelge 4.14. Afşin-Elbistan üst kömür numunesi elde edilen veriler	35

SEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1. Compton saçılması	2
Şekil 1.2. Fotoelektrik olay, Karakteristik X-ışını oluşumu ve Auger olayı	3
Şekil 1.3. Bir X-ışını oluşum mekanizması.....	4
Şekil 1.4. K_x ve L_x ışınlarını oluşturan elektronik geçişler	6
Şekil 1.5. X-ışını spektrometresiyle elde edilen spektrum	8
Şekil 1.6. Si (Li) Dedektörünün şematik gösterimi.....	9
Şekil 1.7. X-ışının soğurulması	10
Şekil 1.8. K ve L tabakalarına ait soğurma kıyıları	11
Şekil 3.1. Kömür havzası ve termik santral	14
Şekil 3.2. Afşin-Elbistan (A) termik santrali.....	15
Şekil 3.3. Deney geometrisi.....	16
Şekil 3.4. Sayım sisteminin şeması	17
Şekil 3.4. Lineer kalibrasyon doğrusu	19
Şekil 3.5. Standartla karşılaştırma metodu için kalibrasyon doğrusu	21
Şekil 4.1. Enerji kalibrasyon doğrusu.....	22
Şekil 4.2. Am-241 kaynak ve bakır kolimatör kullanılarak, alt kömür numunesinde tespit edilen, Fe, Sr ve Mo elementlerinin karakteristik pikleri	23
Şekil 4.3. Am-241 kaynak ve bakır kolimatör kullanılarak, üst kömür numunesinde tespit edilen, Fe, Sr, Mo ve Ba elementlerinin karakteristik pikleri.....	24
Şekil 4.4. Am-241 kaynak ve bakır kolimatör kullanılarak, kül numunesinde tespit edilen, Ca, Fe, Sr, Ba ve Ce elementlerinin karakteristik pikleri	24
Şekil 4.5. Demir-55 kaynakla kül numunesinde tespit edilen, P, S ve Ca elementlerinin karakteristik pikleri.....	25
Şekil 4.6. Demir-55 kaynakla üst kömür numunesinde tespit edilen Ca elementinin karakteristik piki.	26
Şekil 4.7. Demir-55 kaynakla üst kömür numunesinde tespit edilen, P, S ve Ca elementlerinin karakteristik pikleri.....	26
Şekil 4.8. Demir-55 kaynakla alt kömür numunesinde tespit edilen, P, S ve Ca elementlerinin karakteristik pikleri.....	27
Şekil 4.9. Demir-55 kaynakla alt kömür numunesinde tespit edilen Ca elementinin karakteristik piki	27
Şekil 4.10. Alt katman kömür numunesinin S ilave grafiği.....	30
Şekil 4.11. Üst katman kömür numunesinin S ilave grafiği	31
Şekil 4.12. Kül numunesinin S ilave grafiği	31
Şekil 4.13. Alt katman kömür numunesinin P ilave grafiği.....	32
Şekil 4.14. Üst katman kömür numunesinin P ilave grafiği	33
Şekil 4.15. Kül numunesinin P ilave grafiği.	34

1. GİRİŞ

1895 yılında W.C Roentgen'in X-ışınlarını keşfinden sonra birçok bilim adamı bu ışınların mahiyeti ile ilgili çalışmalara yöneldi. Çalışmalar genellikle farklı maddelerde X-ışınlarının kırınımı, girişimi, soğurulması ve saçılması üzerinde yoğunlaştı. Saçılma deneylerinin bir sonucu olarak, 1908 yılında Barkla ve Sadler X-ışınlarının hedef maddenin karakteristik bileşenleri olduğu sonucuna vardılar ve bu ışınları K ve L olarak adlandırdılar. Karakteristik K tabakası soğurması ilk kez de Broglie tarafından gözlemlendi ve W.L. Bragg ile Siegbahn tarafından yorumlandı (Van Grieken ve Markowicz, 1993).

Son yıllarda karakteristik X-ışını floresans tekniği ile çalışmalar yapıldı ve büyük mesafeler katedildi. Bu teknik maddeler içerisindeki çeşitli elementlerin belirlenmesinde ve elementlerin karakteristik özelliklerinin tayin edilmesinde tercih edilmektedir. Çünkü bu teknik, çalışmaların daha kısa zamanda yapılmasına ve daha hassas sonuçların elde edilmesine imkân vermekte olup ayrıca deney masraflarının daha az olmasını sağlamaktadır.

X-ışını floresans tekniği, maden cevherlerinin analizinde çevre kirliliğinde, seri imalatta, kalite kontrol sisteminde, eczacılıkta, tıp alanında, petrol sanayinde vb. alanlarda kullanılmaktadır (Küçükönder, 1988).

Bu çalışmada Afşin-Elbistan Termik Santralinden alınan kömür numuneleri ve kül numunesi XRF tekniği ile kalitatif ve kantitatif olarak analiz yapıldı. Kalitatif analiz sonunda, santralin Kışlaköy mevkiinden alınan kömür numuneleri içerisinde, Ca, S, P, Fe, Sr, Mo, Ba, kül numunesi içerisinde, Ca, P, S, Fe, Sr, Mo, Ba, Ce, I, Sn, elementleri tespit edildi. Kül numunesi ve kömür numuneleri içerisinde tespit edilen elementlerin yüzde oranları standart karşılaştırma ve standart ilave metodu ile hesap edildi.

1.1. Gama Işınları ve Özellikleri

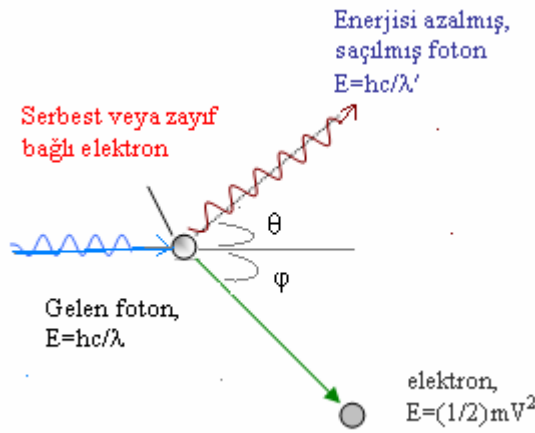
Deneysel çalışmada γ -ışınları kullanıldığı için γ -ışınlarıyla ilgili bilgi verildi. Gama ışınları kısa dalga boylu, elektromanyetik dalgalardır ve radyoaktif parçalanma sırasındaki enerji değişimlerinde gözlenir. Gama yayımlaması elementin atom numarasını ve kütle numarasını değiştirmez ve çoğunlukla radyoaktif parçalanma sonucu uyarılmış duruma gelen çekirdekler, yani yarı kararlı çekirdekler, temel duruma gelmek için γ -yayımlaması yaparlar. Gama ışınları, elektriksel ve manyetik alanlardan etkilenmezler, X-ışınlarına benzerler; fakat dalga boyları daha kısadır ($3 \cdot 10^{-13}$ - 10^{-11} m arasında), dolayısıyla enerjileri ve delici güçleri daha fazladır (Erdik, Sarıkaya, 1997).

1.2. Gama Işınlarnın Madde İle Etkileşmesi Sonucu Meydana Gelen Olaylar

1.2.1. Saçılma Olayı

1.2.1.1. Compton Saçılması

Işığın yani elektromagnetik radyasyonların tanecik karakteri ile izah edilebilen Compton olayı, genellikle 0,5MeV'den büyük enerji değerine sahip fotonunun, serbest elektronla veya atomun dış yörüngesindeki bağ enerjisi çok küçük olan bir elektronla etkileşmesinde gözlenen bir olaydır. Gelen foton, enerjisinin bir kısmını yolu üzerine rastlayan elektrona devreder ve ona, devrettiği enerjiye eşit bir kinetik enerji kazandırır. Gelen foton, ilk doğrultusundan sapar ve enerjisi azalır, yani farklı bir foton halinde yoluna devam eder.



Şekil 1.1. Compton saçılması.

Bu olayda enerji,

$$E_f - E_f' = \frac{1}{2} m_e V^2 \quad (1.1)$$

şeklindedir. Gelen ve saçılan fotonların dalga boyları farkı,

$$\lambda' - \lambda = \Delta\lambda = \frac{h}{m_e c} (1 - \cos\theta) \quad (1.2)$$

burada θ saçılma açısına bağlıdır (Algüneş, 2001).

1.2.1.2. Coherent Saçılma

Gelen gama ışınları, atomun enerjisinde bir değişiklik olmadan saçılırlar. Bu saçılmaya coherent saçılması adı verilir. Coherent saçılması, fotonların elektron üzerinden saçılması yoluyla meydana gelmektedir. İncoherent saçılmada olduğu gibi, coherent

saçılmasında da gelen foton enerjilerinin 0,1-0,5MeV arasında olması gerekmektedir (Küçükönder, 1988).

Coherent saçılma olarak adlandırılan dört tip saçılma vardır. Bunlar; 1-Rayleigh Saçılması, 2-Delbruck Saçılması, 3-Nükleer Rezonans Saçılma, 4-Nükleer Thomson Saçılması'dır.

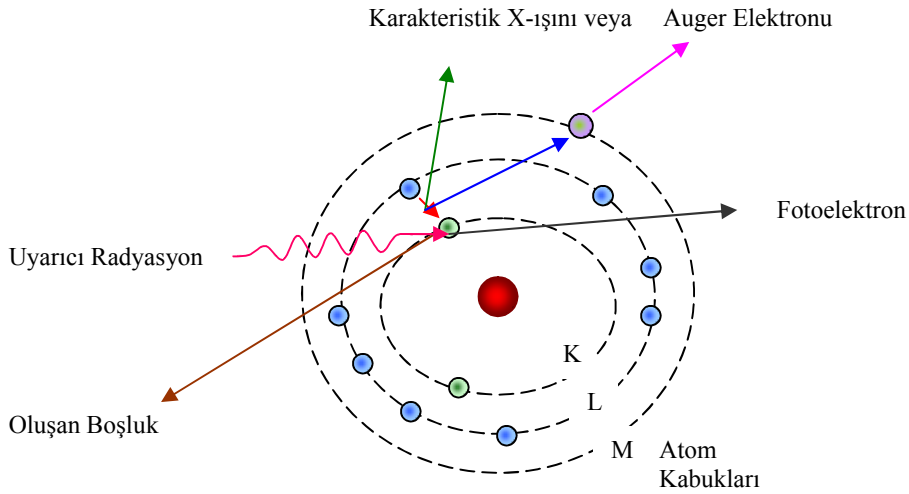
1.2.2. Fotoelektrik Olay

Bu olayda foton, enerjisinin tümünü yolu üzerine rastlayan ve atoma bağlı olan bir elektrona devreder. Fotoelektrik olay, genellikle enerjisi 0,5MeV altında olan fotonlar tarafından oluşturulur. Foton, yörüngeden elektronu koparmak için harcadığı bağ enerjisi kadar enerjiden artı kalanını bu elektrona verir. Bağlı bulunduğu atomdan kopan elektron, kazandığı enerjiyi bu değer sıfır olana kadar sarf eder. Olayda enerjinin korunumu;

$$\text{Gelen Fotonun Enerjisi} = W + \frac{1}{2} m_e V^2 \quad (1.3)$$

Burada, W =Bağ enerjisi, şeklindedir (Algüneş, 2001).

Fotoelektrik olay, şekil 1.2'de gösterilen şema üzerinde verildi.



Şekil 1.2. Fotoelektrik olay, karakteristik X-ışını oluşumu ve Auger olayı (Küçükönder, 1988).

1.2.3. Auger Olayı

Gama ışınlarının maddeyle etkileşmesi sonucu, atomun iç tabakalarından bir elektron söküldüğü zaman meydana gelen boşluk, atomun üst tabakalarından bir elektron tarafından doldurulur. Bu esnada bir X-ışını yayınlanacaktır. Auger olayında ışın yayınlanmayıp, yayınlanması gereken ışın, atomun üst tabakalarından bir elektron sökebilir. Böylece atom iki defa iyonlaşmış olur. Bu olaya "Auger Olayı", sökülen elektrona ise "Auger Elektronu" denir (Küçükönder, 1988).

1.2.4. Elektron Pozitron Çifti Meydana Gelmesi

Yüksek enerjili bir foton, atom numarası büyük bir elementin çekirdeğinin yakınında yok olmasıyla birlikte, fotonun enerjisi, Enistein'in,

$$E = mc^2 \quad (1.4)$$

bağıntısına uyacak şekilde, bir elektron ve bir pozitrona dönüşmektedir ki bu olaya çift oluşumu adı verilir. Bir elektronun ve pozitronun kütlesi $m_e = 9,11 \times 10^{-31} \text{kg}$ olduğuna göre, bir fotounun iyon çifti oluşturması için enerjisi en az, 1,02MeV kadar olmalıdır. (Pehlivan, 1997).

1.3. X-Işınları ve Özellikleri

X-ışınları, yüksek enerjili elektronların yavaşlatılması veya atomların iç yörüngelerindeki elektron geçişleriyle meydana gelen 10^{-5}Å^0 ile 100Å^0 dalga boylu elektromagnetik radyasyon olarak tarif edilir (Şahin, 1994).

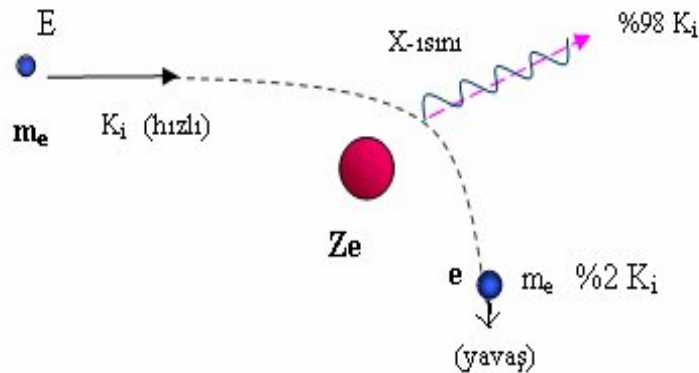
Elektromanyetik ışımadan dolayı X-ışınları çift karakterlidir. Dalga ve tanecik özelliği gösterirler. Fotoelektrik olay, compton saçılması, gaz iyonisasyonu ve sintilasyon tanecik özellikleri ile hız, polarisasyon ve coherent saçılma ise dalga özellikleriyle açıklanabilir (Bertin, 1975).

1.4. Karakteristik X-ışınları

Herhangi bir etki ile uyarılan bir atomun, alt kabuğundan bir elektron söküldüğü zaman, burada meydana gelen boşluk, daha yüksek tabakalardaki bir elektron tarafından 10^{-12} ile 10^{-14} saniye arasında doldurulur. Elektronların bu geçişleri sırasında yayınlanan fotonlar, karakteristik X-ışınları adını alırlar (Küçükönder, 1988).

1.5. Sürekli X-ışınları

X-ışınları hızlandırılmış elektronların, ağır çekirdek yanından geçerken yavaşlayarak enerjisinin önemli bir kısmını X-ışınına dönüştürmesi ile oluşur (Aygün, Zengin, 2000).



Şekil 1.3. Bir X-ışını oluşum mekanizması (Aygün, Zengin, 2000).

1.6. Karakteristik X-Işını Enerji Seviyeleri

Uyarılan bir atomdan yayınlanan karakteristik X-ışınları, elektronik geçişlere göre farklı enerji ve adlara sahiptirler. Şöyle ki; doldurulan tabaka K tabakası ise, K_X -ışınları adını alırlar. K'da meydana getirilen boşluk L tabakasındaki elektronlarla doldurulmuş ise yayınlanan fotonlar K_α fotonları, M tarafından doldurulmuş ise, yayınlanan fotonlar K_β fotonları adını alırlar. L deki boşluk üst tabakalardaki elektronların biri tarafından dolduruluyor ise L_X -ışınları meydana gelir (Küçükönder,1988).Bu geçişlerle ilgili Siegbahn gösterimler çizelge 1.1'de verilmiştir. Bu geçişlerden meydana gelen X-ışınları ise şekil 1.4'te gösterilmiştir.

Çizelge 1.1. Siegbahn Gösterimleri (Van Grieken ve Markowicz,1993).

Siegbahn Gösterimi	Tabakalar Arası Geçiş	Siegbahn Gösterimi	Tabakalar Arası Geçiş	Siegbahn Gösterimi	Tabakalar Arası Geçiş
$K\alpha_1$	K-L _{III}	$L\alpha_2$	L _{III} -M _{IV}	$L\beta_{17}$	L _{II} -M _{III}
$K\alpha_2$	K-L _{II}	$L\beta_1$	L _{II} -M _{IV}	$L\gamma_1$	L _{II} -N _{IV}
$K\beta_1$	K-M _{III}	$L\beta_2$	L _{III} -N _V	$L\gamma_2$	L _I -N _{II}
$K\beta_2^1$	K-N _{III}	$L\beta_3$	L _I -M _{III}	$L\gamma_3$	L _I -N _{III}
$K\beta_2^{II}$	K-N _{II}	$L\beta_4$	L _I -M _{II}	$L\gamma_4$	L _I -O _{III}
$K\beta_3$	K-M _{II}	$L\beta_5$	L _{III} -O _{IV,V}	$L\gamma_4^I$	L _I -O _{II}
$K\beta_4^I$	K-N _V	$L\beta_6$	L _{III} -N _I	$L\gamma_5$	L _{II} -N _I
$K\beta_4^{II}$	K-N _{IV}	$L\beta_7$	L _{III} -O _I	$L\gamma_6$	L _{II} -O _{IV}
$K\beta_5^I$	K-M _V	$L\beta_7^I$	L _{III} -N _{VI,VII}	$L\gamma_8$	L _{II} -O _I
$K\beta_5^{II}$	K-M _{IV}	$L\beta_9$	L _I -M _V	$L\gamma_8^I$	L _{II} -N _{IV(VII)}
L_1	L _{III} -M _I	$L\beta_{10}$	L _I -M _{IV}		
$L\alpha_1$	L _{III} -M _V	$L\beta_{15}$	L _{III} -N _{IV}		

Kabuk Sembolü		Alt Kabuk	n	l	j	Elektron Sayısı	
O		5	5	2	5/2	6	
		4		2	3/2	4	
		3		1	3/2	4	
		2		1	1/2	2	
		1		0	1/2	2	
N		7	4	3	7/2	8	
		6		3	5/2	6	
		5		2	5/2	6	
		4		2	3/2	4	
		3		1	3/2	4	
		2		1	1/2	2	
		1		0	1/2	2	
M		5	3	2	5/2	6	
		4		2	3/2	4	
		3		1	3/2	4	
		2		1	1/2	2	
		1		0	1/2	2	
L		3	2	1	3/2	4	
		2		1	1/2	2	
		1		0	1/2	2	
K		1	1	0	1/2	2	
				← K _x ışınları		← L _x ışınları →	

Şekil 1.4. K_x ve L_x ışınlarını oluşturan elektronik geçişler (Bertin, 1975).

1.7. Karakteristik X-Işını Spektrumları

X-ışını spektrometresiyle elde edilen bir spektrumda, şekil 1.5'te gösterilen tepeler meydana gelir.

Karakteristik X-ışını Tepeleri: Bu tepeler, incelenen numunedeki elementler hakkında bize yeterli bilgiyi verir ve numune içerisindeki elementlerin tespit edilmesini sağlar. Karakteristik X-ışını tepeleri, K_{α} , K_{β} , L_{α} , L_{β} ... v.s. tepeleri olabilir.

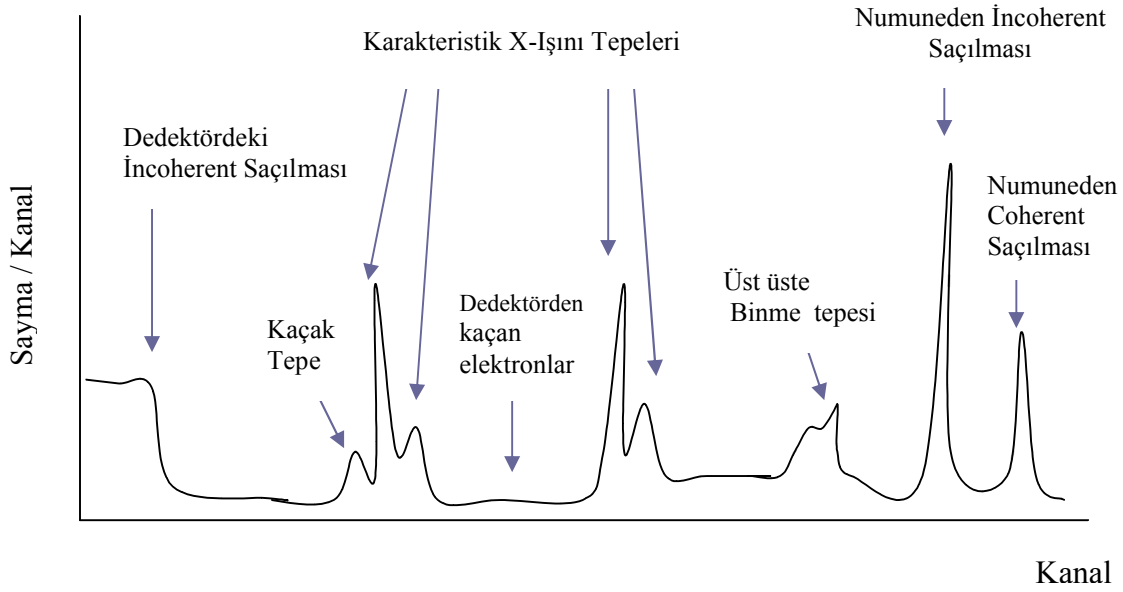
Coherent Tepeleri: Kaynaktan gelen primer gama ışınlarının numuneden Coherent olarak saçılmasıyla meydana gelir. Yani gelen ışınlar, enerjilerini kaybetmeksizin numuneden saçılırlar (Küçükönder, 1988).

Incoherent Saçılmadan Dolayı Meydana Gelen Compton Tepeleri: Kaynaktan numuneye gelen primer X-ışınlarının, numune içerisinde incoherent saçılmaya uğradıkları zaman enerjilerinin bir kısmını kaybetmeleri ve dedektörde sayılmaları ile oluşurlar. Enerji kaybı yüzünden compton piki, coherent pikinden daha düşük enerji bölgesinde oluşur (Küçükönder, 1988).

Incoherent saçılma birden fazla olduğu gibi, dedektör içerisinde de incoherent saçılma olabilir. Primer gama ışınlarının enerjisi büyüdükçe compton ve coherent pikeleri arasındaki enerji farkı da büyür. Bu da bize, numune elementlerinin atom numaralarının küçülmesinin, compton ve coherent pikleri arasındaki enerji farkını büyüttüğünü gösterir (Küçükönder, 1988).

Üst Üste Binme Tepeleri: İki veya daha fazla foton aynı anda dedektöre geldikleri zaman, sistem, bu fotonlar için tek bir puls verir. Bu da üst üste binen bir tek tepe olarak meydana gelir (Küçükönder, 1988).

Kaçak Tepeler: Kaynaktan çıkan γ -fotonları numuneye etkileştiği zaman numuneden gelen fotonlar, dedektöre ulaşırlar. Dedektördeki atomların herhangi birinden bir elektron sökülünce, hol elektron çifti meydana gelir. Bu esnada bir karakteristik X-ışını yayınlanır. Yayınlanan bu X-ışını yeniden etkileşme yapmadan dedektöre ulaşmadığı zaman, dedektördeki fotonlar, gerçek enerjilerinden bir kısmını kaybetmiş olarak dedektörde sayılırlar. Bu fotonların spektrum tepeleri, asıl tepelerin düşük enerji bölgelerinde meydana gelirler. Bu tepelere " kaçak tepeler " adı verilir (Küçükönder, 1988).



Şekil 1.5. X-ışını spektrometresiyle elde edilen spektrum (Küçükönder, 1988).

1.8. Karakteristik X- Işınlарının Sayılması

1.8.1. Katıhal Sayaçları

Deney sisteminde kullandığımız sayaç Lityum sürüklenmiş Si(Li) katıhal sayacıdır. X- Işını şiddet ölçümlerindeki en önemli gelişme Lityum sürüklenmiş yarı iletken Si(Li) veya Ge(Li) dedektörlerdir. Yarı iletken dedektörler p ve n-tipi bölgeler ile bu bölgeler arasına yerleştirilmiş i-tipi, boşaltılmış iç bölgeden ibarettir (p-i-n). Boşaltılmış bölge p-tipi Silisyum veya Germanyum içerisine Lityum sürüklenmesiyle elde edilir. Dedektör yüzeyindeki ince p-tipi bölgenin sayma işlemine hiçbir katkısı yoktur. Aktif olmayan bu bölgeye ölü tabaka denir.

Sayaçın en göze çarpıcı fiziki özelliği alanı ve kalınlığıdır (Bertin, 1975). Sayaç alanı arttıkça katı açısı büyürken, soğurma verimi de kalınlıkla artar. Fakat dedektörün ayırma gücü azalır (Bowman ve ark., 1966). Elektrotlar Lityum sürüklenmiş Silisyum veya Germanyum üzerine yaklaşık 200Å kalınlıkta altın buharlaştırılmasından ibarettir. Dedektörün yüksek kazançlı olmasını sağlayan, üzerine yerleştirildiği alan etkili transistör (F.E.T.)'dir (Bertin, 1975).

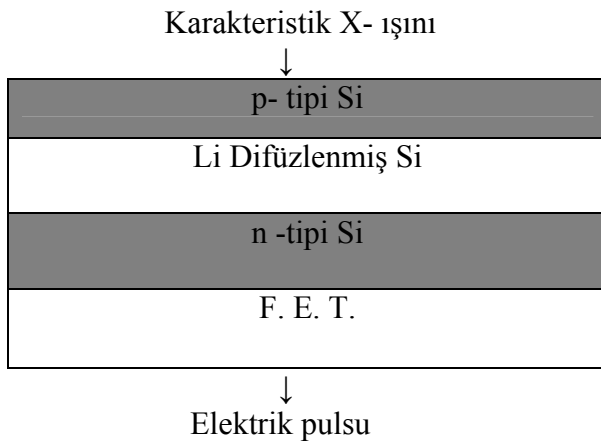
Katıhal sayaçları en iyi ayırma gücünü sağlamak, oda sıcaklığında kolayca buharlaşan lityumun buharlaşmasını önlemek ve elektronik gürültüyü azaltmak için -196 °C sıcaklığında sıvı azot ile sürekli termal temas halindedir. Yarı iletken sayaçlarda, 300–1000 volt arasında bir ters besleme voltajı ile meydana getirilen alan, sayaçta oluşan elektron-hol çiftlerinin, ön amplifikatöre sürüklenmesini sağlar.

1.8.2. Katihal Sayaçlarının Çalışma Prensibi

Sayaca uygulanan, ters besleme voltajı ile oluşan elektrik alanda, serbest yükler harekete geçerek elektron-hol taşıyıcılar ayrılırlar. Ayrılan elektronlar p-tipi bölgeye giderken, holler n-tipi bölgeye giderler. Böylelikle boşaltılan bu bölge, radyasyon hassas dedektör hacmini oluşturur. Bu bölge, 2-5mm kalınlığında, 12,5-80mm² alanında olup, yüksek iletkenlik gösterir. Numuneden gelen karakteristik X-ışınları, dedektörde Lityum sürüklenmiş bölgeye geldiğinde, enerjisini Si veya Ge atomunun bir elektronuna aktarır. Bunun sonucu çıkan fotoelektron, elektron-hol çifti oluşturur. Böyle bir iyonlaşmada, iyon çifti başına enerji kaybı, Si(Li) için 3,8eV, Ge(Li) için 2,9eV olur. Elektrik alan tarafından toplanan Q yükü; Ex, sayaca giren karakteristik X-ışınları foton enerjisi olmak üzere Si(Li) için,

$$Q = (E_x / 3,8)(1,6 \times 10^{-19}) \text{ Coulomb} \quad (1.5)$$

olur. Numuneden gelen foton bu bölgede, enerjisinin tamamını kaybetmiştir. Oluşan akım pulsu, ön amplifikatörde entegre edilerek, numuneden gelen foton enerjisi ile orantılı voltaj pulsuna dönüştürülür (Gedke, 1972).



Şekil 1.6. Si(Li) Dedektörünün Şematik Gösterimi

1.9. X-Işınlarının Soğrulması

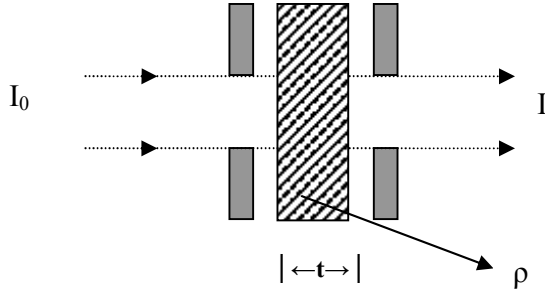
Şekil 1.7’de paralel bir X-ışını demeti t (cm) kalınlığında, ρ (gr/cm³) yoğunluğunda homojen bir soğurucu üzerine gönderilir. Soğurucunun iki tarafına X-ışını geçirmeyen maskeler yerleştirilir. Soğrucudan geçen X-ışını demetinin I şiddeti, her zaman I₀’dan küçüktür. Bu da X-ışınlarının maddeden geçerken şiddetinin azaldığını ya da soğrulmaya maruz kaldığını gösterir. Burada X-ışını şiddetindeki azalma dI ise, çıkış şiddeti;

$$dI/I = -\mu dt \quad (1.6)$$

eşitliği ile verilir. Burada μ lineer soğurma katsayısı ve birimi cm⁻¹’dir. Negatif işaret, X-ışının maddeyi geçerken şiddetinde azalma olduğunu gösterir. Eşitlik 1.6 ifadesi düzenlenerek;

$$I=I_0\exp(-\mu t) \quad (1.7)$$

elde edilir. Bu ifade "Lambert Kanunu" olarak bilinmektedir (Bertin, 1975).



Şekil 1.7. X-ışının soğrulması (Bertin,1975).

Soğurma katsayılarını eşitlik 1.7'ye göre ifade edecek olursak;

1) Lineer soğurma katsayısı: Birim kalınlıkta birim alanda belirlenen soğrulmadır. Eşitlik 1.7'den,

$$\mu = \frac{\log_e(I_0 / I)}{t} \text{ cm}^{-1} \quad (1.8)$$

olur. μ ile gösterilir.

2) Kütle soğurma katsayısı: Birim kütlede birim alanda belirlenen soğrulmadır.

$$\mu_m = \frac{\mu \text{ cm}^2}{\rho \text{ gr}} \quad (1.9)$$

ile gösterilir.

3) Atomik soğurma katsayısı: Birim atomda birim alanda belirlenen soğrulmadır.

$$\mu_a = \frac{\mu A}{\rho N} = \frac{\mu \text{ cm}^2}{n \text{ atom}} \quad (1.10)$$

ile gösterilir.

Burada A=Atom ağırlığı, N=Avogadro sayısı'dır.

4)Molar soğurma katsayısı: Birim molde birim alanda belirlenen soğrulmadır.

$$\mu_{\text{mol}} = \frac{\mu A \text{ cm}^2}{\rho \text{ mol}} = \mu_m A \frac{\text{cm}^2}{\text{mol}} \quad (1.11)$$

ile gösterilir.

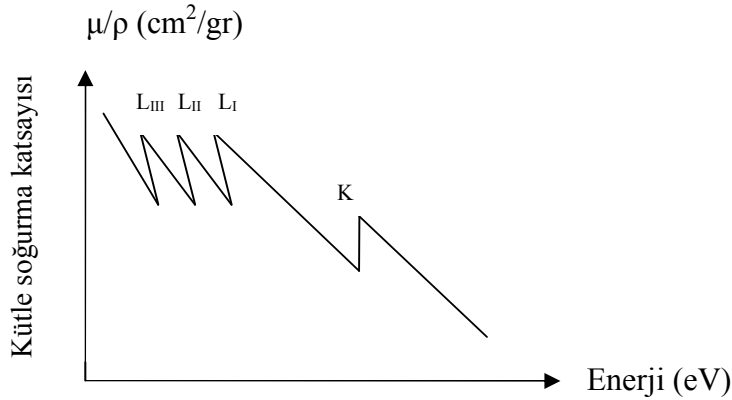
Burada A (gr/mol) atomik ağırlıktır.

Yukarıda ifade edilen dört soğurma katsayısı birbirine aşağıdaki gibi bağlıdır; (Bertin, 1975).

$$\mu = \mu_m \rho = \mu_a \rho \frac{N}{A} = \mu_{\text{mol}} \frac{\rho}{A} \quad (1.12)$$

1.10. Soğurma Kıyısı

Bir elektromagnetik radyasyonun enerjisi dalga boyu ile ters orantılıdır. Kısa dalga boylu fotonlar, daha büyük bir enerjiye ve etki gücüne sahiptir. Bir atomun, herhangi bir yörüngesinden elektron sökebilecek en küçük enerjili veya en büyük dalga boylu fotonun enerjisine, atomun o enerji seviyesinin soğurma kıyısı denir. Her atomun birden çok soğurma kıyısı vardır. Bunun sebebi atomların farklı uyarma potansiyellerine sahip olmalarıdır. K (λ_{Kab}) bir, L ($\lambda_{L I ab}$, $\lambda_{L II ab}$, $\lambda_{L III ab}$) üç, M beş, N yedi tanedir (Bertin, 1975). Şekil 1.8'de soğurma kıyıları enerjisinin soğurma katsayısına karşı çizimi gösterilmiştir.



Şekil 1.8. K ve L tabakalarına ait soğurma kıyıları (Küçükönder, 1988).

2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR

A. Küçükönder tarafından 1988 yılında, XRF tekniğiyle Küre Bakibaba cevherinde Fe ve Cu elementlerinin numune içerisindeki miktarları tayin edilmiştir. Çalışmada Ge(Li) katihal sayacı ile Am-241 radyoizotop kaynak kullanılmıştır. Standart ilave metodu ile miktar analizi neticesinde % 2,25 Cu, % 78,12 Fe tespit edilmiştir.

M. Ertuğrul ve arkadaşları tarafından 1996 yılında, EDXRF tekniğiyle Afşin-Elbistan termik santralindeki kül numunesi içerisinde bazı elementler analiz edilmiştir. Ge(Li) katihal sayacı ile Am-241 radyoizotop kaynak kullanılmıştır. Kalitatif analiz ile As, Sr, Mo, Ba, In ve Ce elementleri gözlenmiştir. Bu elementlerin konsantrasyonları standart ilave metodu ile tespit edilmiştir.

V. Vijayan ve arkadaşları tarafından 1997 yılında, termal güç tesislerinde yanan kömür külü PIXE ve EDXRF tekniği ile incelenmiştir. Yanan kömür külünde K, Ca, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Ni, Cu, Zn, Ga, As, Rb, Sr, Y ve Ph elementleri gözlenilmiştir.

E. Küçükönder tarafından 1999 yılında, radyoizotop X-ışını floresans tekniği ile numune analizi yapılmıştır. Kahramanmaraş ili, Türkoğlu ilçesi mevkiinde bulunan, madenlerden çıkarılan maden cevherinin, zenginleştirme aşaması öncesi kalitatif ve kantitatif analizi XRF tekniği ile yapılmıştır. Kalitatif analiz sonucu maden cevherinde, Cr ve Fe elementleri tespit edilmiş ve madde miktarları standart ilave metodu ile hesaplanmıştır. Deneysel çalışmada Am-241 radyoizotop kaynak ile Si(Li) katihal sayac kullanılmıştır.

O. Doğan ve arkadaşları tarafından 2001 yılında, Türkiye Kemerköy termik santralindeki yanmış kömür külü, XRF tekniği kullanılarak analiz edilmiştir. Beş iz element belirlenmiştir. Bu elementler Ba, Nd, Sr, Mo ve As'dir.

T. Yayla tarafından 2001 yılında, termik santral külleri X-ışını floresans yöntemiyle incelenmiştir. Bu çalışmada, enerji ayırmalı X-ışını floresans tekniği (EDXRF) ile Afşin-Elbistan termik santralinden, Sivas-Kangal termik santralinden, Yatağan termik santralinden ve çevresindeki bitki yapraklarından alınan kül numunelerine, çoklu standart ilave metodu uygulanarak P, S, K, Ca, Ti, Fe, Sr, Zr, Ba ve No'nun elementel analizleri yapılmıştır. Am-241 radyoizotop kaynak ve Si(Li) dedektör kullanılmıştır.

O. Doğan ve arkadaşları tarafından 2001 yılında, Yeniköy termik santralinden alınan kömür külü XRF tekniği kullanılarak analiz edilmiştir. Am-241 radyoizotop kaynak ve Si(Li) dedektör kullanılarak beş iz element gözlenilmiştir. Bu elementler Nd, Ba, Mo, Sr ve As'dir.

U. Çevik ve arkadaşları tarafından 2002 yılında, Akçaabat tütününü ve tütün külü EDXRF tekniğiyle analiz edilmiştir. Bu çalışmada, Fe-55 ve Am-241 kaynak ve Si(Li) dedektör kullanılmıştır. Çalışılan numune içerisinde potasyum, kalsiyum, titanyum, demir, bakır, brom, stronsiyum ve baryum tespit edilmiştir. Bu elementlerin madde miktarları standart ilave metodu ile hesaplanmıştır.

A. Küçükönder ve arkadaşları tarafından 2003 yılında, Manisa Soma- Darkale bölgesinden alınan linyit kömürü ve kömür külü EDXRF tekniği kullanılarak kalitatif ve kantitatif analiz yapılmıştır. Am-241 radyoizotop kaynak ve Si(Li) dedektör kullanılarak numune içerisinde Fe ve Ba elementleri tespit edilmiştir. Standart ilave metodu ile bu elementlerin numune içerisindeki yüzde oranları bulunmuştur.

C. Çakır ve arkadaşları tarafından 2003 yılında, EDXRF tekniği kullanılarak, Erzurum'un üç farklı bölgesinden alınan kömürlerde iz element analizi yapılmıştır. Aşkale, Sütkans ve Balkaya kömürlerinin kalitatif ve kantitatif analizi yapılmıştır. Çalışmada Ge (Li) ve Si(Li) dedektör, Am-241 ve Fe-55 radyoizotop kaynak kullanılmıştır. Çalışılan numunelerde Fe, Ba, Ce, Ti, Ca, K, Ar ve S elementleri tespit edilmiştir. Bu elementlerin konsantrasyonları standart ilave metodu ile bulunmuştur.

O. Doğan, M. Kopya tarafından 2006 yılında, Türkiye Yatağan termik santralindeki kül örnekleri EDXRF yöntemiyle elemental analizi yapılmıştır. Kalitatif analiz ile beş iz element belirlenmiştir. Bu elementler Nd, Ba, Sr, Mo ve As'dir. Bulunan sonuçlar Kemerköy termik santralinden elde edilen değerlerle ile karşılaştırılmıştır.

3. MATERYAL VE METOT

3.1. Materyal

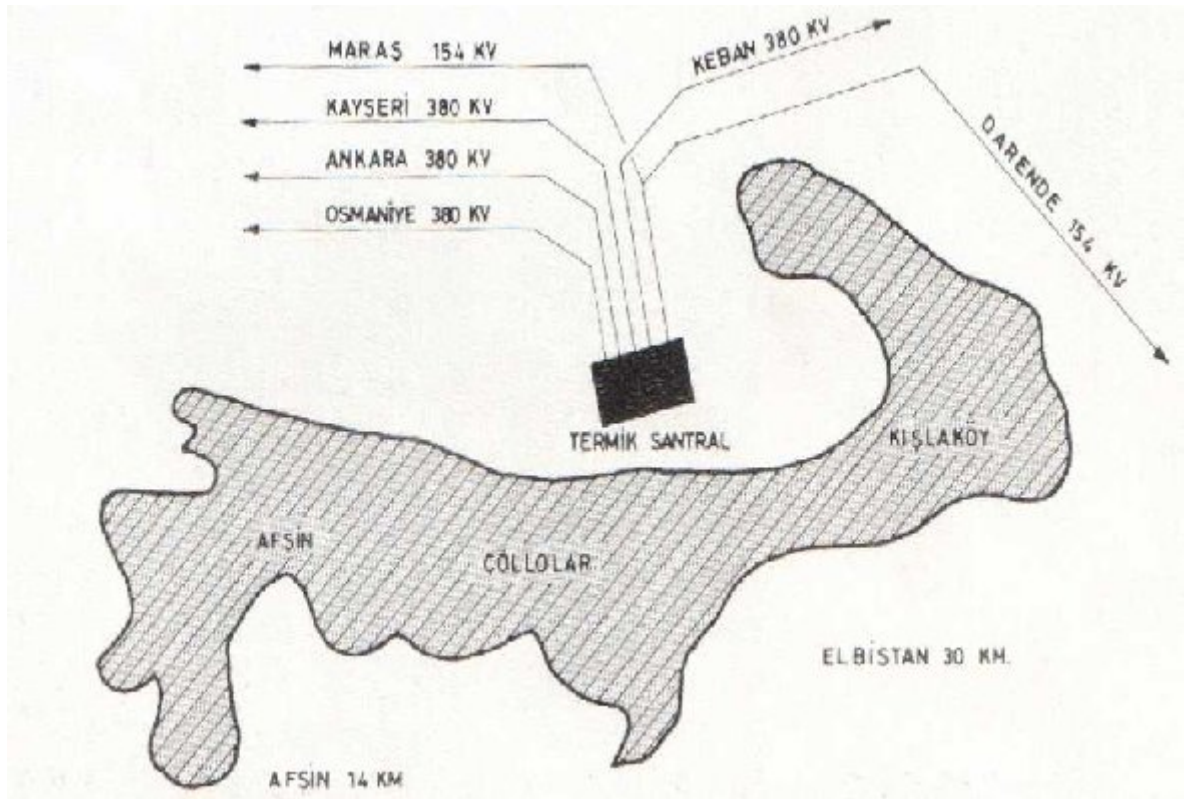
3.1.1. Afşin-Elbistan Termik Santrali

Afşin-Elbistan havzası Kahramanmaraş ili sınırları içerisinde bulunmaktadır. Havzanın doğu bölümünde Elbistan, batı bölümünde ise Afşin ovaları yer almaktadır (Yayla, 2005).

Ülkenin linyit rezervlerinin yaklaşık %45'i Afşin-Elbistan Linyit Havzası'nda bulunmaktadır. Yaklaşık 4 milyar ton rezerve sahip Afşin-Elbistan Linyit Havzası, Türkiye'nin elektrik amaçlı kullanılabilir en önemli linyit potansiyeline sahiptir. Havzada mevcut üretilebilir rezerv ile 30 yıl boyunca santrali besleyebilmek mümkündür (Tamzok, 2007).

Yaklaşık 120km²'lik bir alanı kapsayan linyit havzası; Kışlaköy (A), Çöllolar (B) ve Afşin (C) adı verilen üç ana sektör ile Kuşkayası (D), Elbistan (E ve F) sektörlerinden oluşmaktadır (Otto Gold, 1969).

Afşin- Elbistan (A) projesi 4x344MW gücünde yılda 8,1 Kilowatt-saat enerji üreten bir termik santral ile yıllık üretimi 18,6 milyon ton linyit olan bir açık maden işletmesinden oluşmaktadır (T.E.K.).



Şekil 3.1. Kömür havzası ve termik santral (T.E.K.).

A santrali Kışlaköy bölgesinde çıkartılan linyiti kullanmaktadır. Linyit, bantlar vasıtasıyla 1 milyon ton kapasiteli stok sahasına gönderilmektedir. Stok sahası santralin 15 günlük ihtiyacını karşılayacak niteliktedir. Değişik ısı değerindeki tabakalardan alınmış olan

linyit burada harmanlanmakta ve 1050Kcal/kg'lık ortalama değerdeki linyit bantlarla santrale verilmektedir. Santralin yakıt ihtiyacı saatte 3000 tondur (T.E.K.).

Santralde yakılan linyitten elde edilen buharın sıcaklığı 535 °C ve basıncı 197,5 kg/cm² olup her kazanda saatte 1020 ton buhar elde edilmektedir. Bu buharla çalıştırılan buhar türbinine akuple jeneratörlerde enerji üretilmekte, jeneratör çıkışında 21.000 volt olan gerilim transformatörle 380.000 volta yükseltilerek enterkonnekte sisteme verilmektedir (T.E.K.).

Santralin ihtiyacı olan katma ve soğutma suyu Elbistan'daki Ceyhan Nehri kaynağından alınmaktadır. Su her biri 1metre çapında ve 30km uzunluğunda iki çelik boru ile santrale getirilmektedir. Santralin su ihtiyacı saatte 5400 tondur (T.E.K.).

Linyitin yanması sonucu meydana gelen kül bantlarla madene geri gönderilerek kömürden boşalan yerlere atılacak daha sonra üstü toprakla örtülerek tarıma elverişli arazi haline getirilmektedir (T.E.K.).



Şekil 3.2. Afşin-Elbistan (A) termik santrali (T.E.K.).

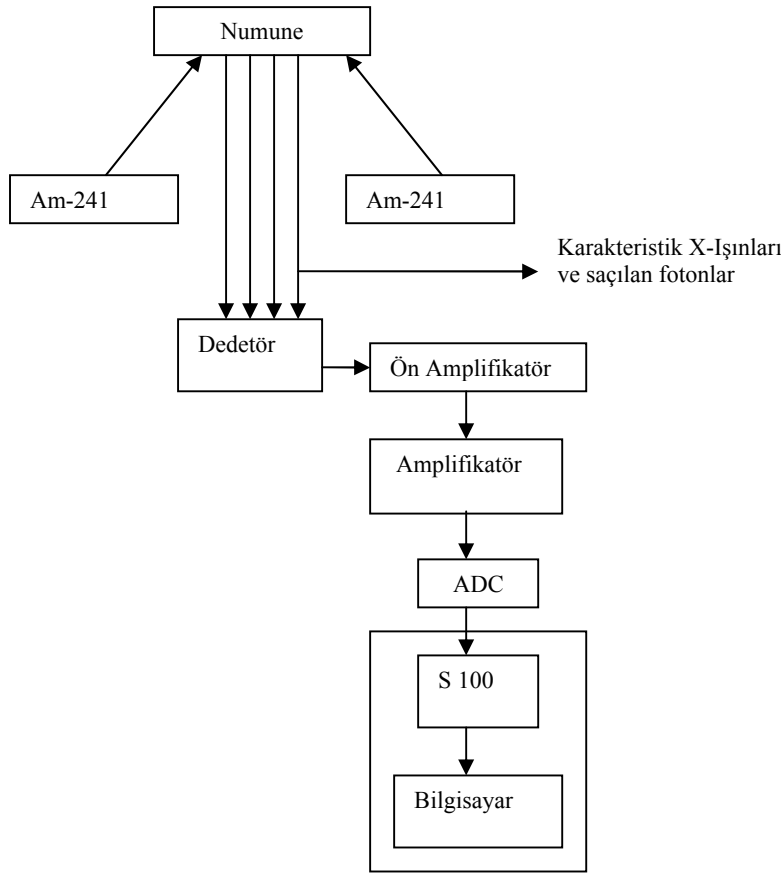
2mm kalınlı-ğında, 12,5mm² aktif alanlı ve 500 volt ters besleme voltajı ile beslenen bir dedektör olup, vakum altındadır (Canberra, 1995).

Elektronik gürültünün azalması ve oda sıcaklığında buharlaşabilen, iletkenlik artırıcı Lityum'un buharlaşarak ayrılmasının önlenmesi amacı ile sıvı azot (-196 °C) içerisine daldırılmış ve termal denge sağlanmıştır. Am-241 radyoizotop kaynak, monokromatik bir uyarıcı kaynak olup, 59543eV'luk gama ışınları yayımlar.

Ön amplifikatör, dedektöre gelen karakteristik X-ışınlarını birkaç milivolt mertebesinde elektrik pulslarına çevirir. Buradan, amplifikatöre ulaşan elektrik pulsları, 0-10 volt mertebesine yükseltilir. Bu elektrik pulsları, ADC'de sayısal değerlere dönüştürülür. Bu değerler, büyüklüklerine göre 4096 kanallı ekranda, enerjilerine uygun kanallarda pikler oluştururlar. Böylelikle farklı sayı ve enerjilerde gelen pulslar, ekranda incelenen numunelerin karakteristik X-ışınları spektrumunu verir (Durdu, 2001).

Uyarıcı-numune, numune-sayaç arası uzaklıkların ayarlanarak ve uygun kolimatör maddeleri seçilerek numunelerin karakteristik X-ışınlarının enerji bölgesine istenmeyen piklerin düşmemesini, mümkün olan en yüksek şiddetle sayım elde edilmesini ve üst üste binme piklerinin gözlenmemesi en iyi ölçüde sağlanmıştır.

Çalışmada Am-241 radyoizotop kaynak ve Fe-55 kaynak kullanıldı.



Şekil 3.4. Sayım sisteminin şeması

3.2. Metot**3.2.1. Analiz Metotları**

X-ışını spektrometrik analiz metotları, matris (soğurma ve şiddetlendirme) etkilerinin azaltılmasına temel yaklaşımları itibariyle sekiz grupta toplanabilir (Bertin, 1975).

1. Standart ilave ve seyreltme metodu: Analit konsantrasyonu numune matrisi içinde miktar olarak değiştirilir. Bu bir veya birkaç numune matrisine, birkaç değişik konsantrasyonda analit veya analit çözeltileri ilave edilerek matris içinde analit miktarının azar azar artırılması ile yapılır.

2. İnce film metodu: Soğurma ve şiddetlendirme etkilerini ortadan kaldırmak için numuneler ince filmler halinde hazırlanır.

3. Matris seyreltme metodu: Bütün numune matrisleri seyreltilerek ve düzgün bir yüzey haline getirilmiş kompozisyon şekline sokularak matris etkileri çözücü tarafından tayin edilir.

4. Standartlarla mukayese metodu: Numuneden yayınlanan karakteristik analit çizgi şiddeti, numuneler ile aynı veya yakın analit ve matris konsantrasyonuna sahip standartlarla mukayese edilir.

5. İç (dahili) standardizasyon: Standartlarla mukayese metodu, özel bir matris içinde analite benzer uyarma, soğurma ve şiddetlendirme karakteristiğine sahip bir dahili standart elementin bütün numunelere ilave edilmesi ile düzeltilir. Kalibrasyon fonksiyonu, analit ve dahili standart çizgilerini şiddet oranını ihtiva eder.

6. Saçılmış x-ışınları standardizasyon: Numune tarafından saçılmış primer x-ışınlarının şiddeti, soğurma-şiddetlendirme etkilerini düzeltmede kullanılır.

7. Deneysel düzeltme: Soğurma ve şiddetlendirme etkilerini yok etmek veya minimuma indirmek için özel deneysel teknikler kullanılır.

8. Matematiksel düzeltme: Soğurma ve şiddetlendirme etkilerini deneysel olarak türetilmiş parametreler kullanılarak matematiksel düzeltme yapılır (Bertin, 1975).

3.2.1.1. Standart İlave ve Seyreltme Metodu

Standart ilave metodunda, her analitin yaklaşık konsantrasyonuna, saf (standart) ilave edilirken, seyreltme metodunda, numune bir seyreltici ile seyreltilir. Numuneye, analit standardının ilavesi, konsantrasyonu ve net alan şiddetini artırırken, seyreltmede analit konsantrasyonu ve net alan azalmaktadır. Analizde kolaylık için, ilave edilecek oranın, numune kütlesine göre küçük olması gerekir. Ayrıca ilave edilen standardın homojen olması, parçacık büyüklüğü ve yoğunluğunun numune analiti ile aynı olması gerektir (Küçükönder, 1988).

Standart ilave ve seyreltme metodu, konsantrante hale getirilmiş veya seyreltilmiş numunelerin, standart olarak alınması ve pik şiddetlerinin karşılaştırılması temeline dayanır. Bu metodun uygulanabilirliği için, hazırlanan numunelerin,

1. Fiziksel form (katı, sıvı, toz)
2. Analit konsantrasyonu
3. Matris kompozisyonu
4. Fiziksel özellikler (Parçacık büyüklüğü, yoğunluk, yüzey, ...) bakımından benzer olmaları gereklidir (Bertin, 1975).

Standart olarak alınan konsantrante veya seyreltilmiş numunelerden ölçülen, bilgi noktalarına düz bir eğri çizmek için, en küçük kare prensibi kullanılır. Bu eğri, bir ölçü takımında, her bir ölçünün sapma karelerinin toplamının minimum olduğu eğridir.

Eğer analizde matris etkisi önemli değil ise, yapılabilecek basit bir kalibrasyon metodu (konsantrasyona karşı, analit net alan şiddeti) ile doğru sonuçlara ulaşılabilir. Fakat matris etkisi önemli bir boyutta ise, kalibrasyon bir veya birkaç diğer metodlar ile desteklenmelidir.

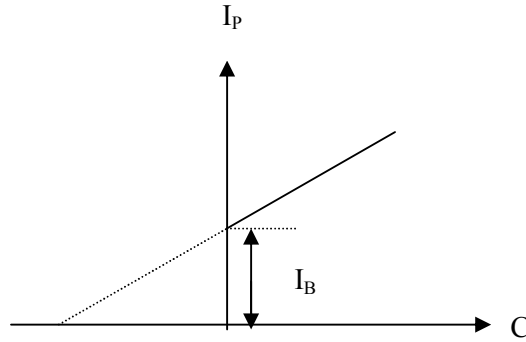
Analizde kullanılan standartların konsantrasyon ve analit net alan şiddeti kullanılarak lineer kalibrasyon doğrusu bulunur. Şekil 3.4'te tipik bir kalibrasyon doğrusu gösterilmektedir. Bu doğru, şiddet eksenini, temel sayma şiddetine eşit gelen yerde keser. Bu grafik, bir ölçüm, sayım metodudur. Bu doğru,

$$I_p = mC + I_B \quad (3.1)$$

ile verilir. Burada m doğrunun eğimi ve bir kalibrasyon faktörüdür.

$$m = \frac{I_p - I_B}{C} \quad (3.2)$$

olur. m birim konsantrasyon başına sayma, I_p pik şiddeti, C ise konsantrasyondur. (Küçükönder, 1988).



Şekil 3.4. Lineer kalibrasyon doğrusu (Bertin, 1975).

Genellikle, kalibrasyon eğrilerinde düz bir eğim arzu edilir. Çünkü analitik konsantrasyonda küçük bir aralığa nispeten, analit pik şiddetinde daha büyük bir faydalı aralık (interval) istenir. Eğim, analit çizgisi için matris kütle soğurma katsayısı ile ters orantılıdır. Yani matris soğurması arttıkça eğim azalacaktır. Eğim ve temel sayma düzeyi, analit çizgisinin dalga boyuna bağlıdır (Jenkins, 1986).

3.2.1.2. Standart Karşılaştırma Metodu

3.2.1.2.1. Tek Standart Metot

Numunelerden gelen analit çizgi şiddeti mümkün olduğu kadar benzer analit konsantrasyon ve matrisine yakın ve aynı numune şekline benzerdir.

Numunedeki elementlerin konsantrasyonu tek standart metodu kullanılarak belirlenir. Aşağıdaki basit orantı, ölçülen net şiddet için oldukça iyi sonuçlar verir.

$$\frac{I_x}{I_s} = \frac{C_x}{C_s} \quad (3.3)$$

Burada I_x ve I_s sırasıyla her bir analiz edilen her bir numunedeki ve standart numunedeki analit için analit net çizgi şiddetidir. C_x ve C_s sırasıyla her bir analiz edilen her bir numunedeki ve standart numunedeki her bir analit için analit konsantrasyonudur (Bertin, 1975).

3.2.1.2.2. İki Standart Metot

Numune ile standardın analit şiddetlerinin karşılaştırılması temeline dayanır. Başka bir ifade ile anlatılırsa numuneden çıkan analit pik şiddeti, numunelerle aynı partikül büyüklüğünde ve mümkün olduğu kadar aynı analit konsantrasyonuna ve matrise yakın olan standartlarla mukayese edilir. Kullanılan standartların, analiz yapılacak numune ile fiziksel form (katı, sıvı, toz ...), analit konsantrasyonu, matris kompozisyonu ve fiziksel özellikleri (partikül, yoğunluk, yüzey), bakımından benzer olmalıdır. Basit bir kalibrasyonla doğru analiz yapılabilir. Analizde kullanılan standartların konsantrasyonu ve analit tepe şiddetleri kullanılarak lineer kalibrasyon doğrusu bulunur. Bu doğru;

$$I_p = mC + I_B \quad (3.3)$$

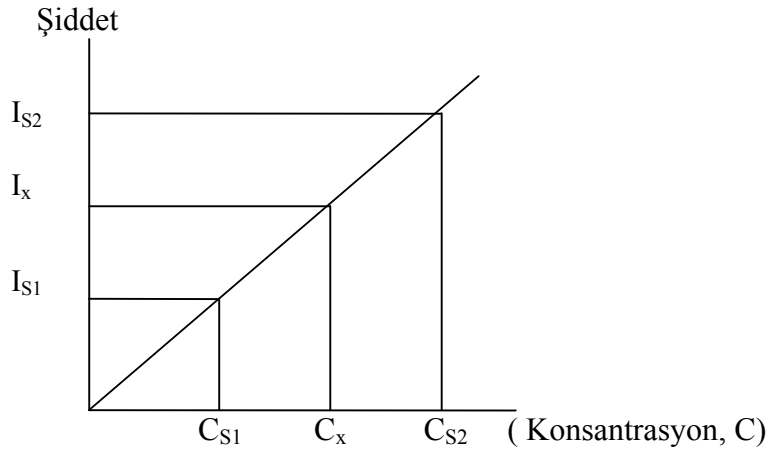
ile verilir. I_p pik tepe şiddeti, C konsantrasyon, m kalibrasyon faktörü birim zamanı ve konsantrasyon başına sayıdır ve I_B denklem sabitidir (Ender, 2006). Numune içindeki analit konsantrasyonu x , iki standart S_1 ve S_2 arasında bulunuyorsa lineer bir doğrudan,

$$C_x = C_{S1} + \frac{I_x - I_{S1}}{I_{S2} - I_{S1}} (C_{S2} - C_{S1}) \quad (3.4)$$

C_x analit konsantrasyonu bulunur. Lineer doğru şekil 3.5'te verilmiştir.

Eğer kalibrasyon doğrusu lineer değilse, iki standart metodu aşağıdaki denklemlerle veririz (Bertin, 1975).

$$\frac{\begin{bmatrix} I_{S1} & C_{S2} \\ I_{S2} & C_{S1} \end{bmatrix}^{-1}}{C_{S2} - C_{S1}} = \frac{\begin{bmatrix} I_{S1} & C_x \\ I_x & C_{S1} \end{bmatrix}^{-1}}{C_x - C_{S1}} \quad (3.5)$$



Şekil 3.5. Standartla karşılaştırma metodu için kalibrasyon doğrusu (Bertin, 1975).

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1. Enerji Kalibrasyonu

Herhangi bir numune ile çalışırken, numuneden gelen karakteristik X-ışınları ile oluşan herhangi bir pikin tepe noktasının enerjisinin hesaplanıp, o pikin hangi elemente ait olduğunu belirlemek amacı ile, çalışılan kaynağın coherent piki ve bilinen bir elementin K_{α} veya K_{β} pikinin enerji değerlerine karşılık gelen, kanal numaralarına göre kalibrasyon eğrisi çizilip, bu eğriye ait denklemin elde edilmesi bir enerji kalibrasyonudur. Bu enerji kalibrasyonunun yapılmasının sebebi ise numuneden alınan piklerin doğru bir şekilde yorumlanması ve değerlendirilmesi için gereklidir.

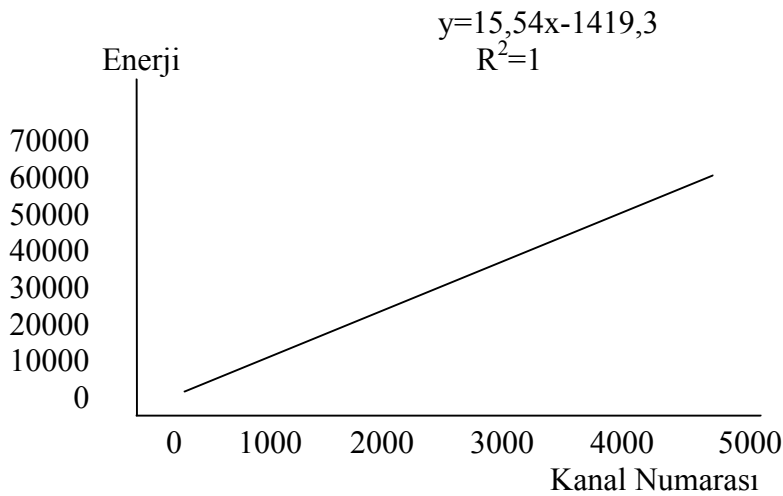
Bu çalışmada Am-241 radyoizotop kaynak kullanıldığı için, Am-241'e ait coherent piki ve %99,9 saflıkta Vanadium'dan elde edilen K_{α} pikinin tepe enerjileri ve bu enerjilerin karşılık gelen kanal numaraları tespit edilip, çizelge 4.1'de verildi. Bu değerlerden yola çıkarak enerjiye karşılık, kanal numarasına ait grafik şekil 4.1'deki olup kalibrasyon denklemi,

$$y = 15,14x - 1419,3 \quad (4.1)$$

şeklindedir. Burada $r^2 = 1$ 'dir. Ayrıca bu denklemden kanal başına düşen enerji de hesaplanabilmektedir (Küçükönder , 1999).

Çizelge 4.1. Am-241 kaynakla yapılan enerji kalibrasyonu için çizelge.

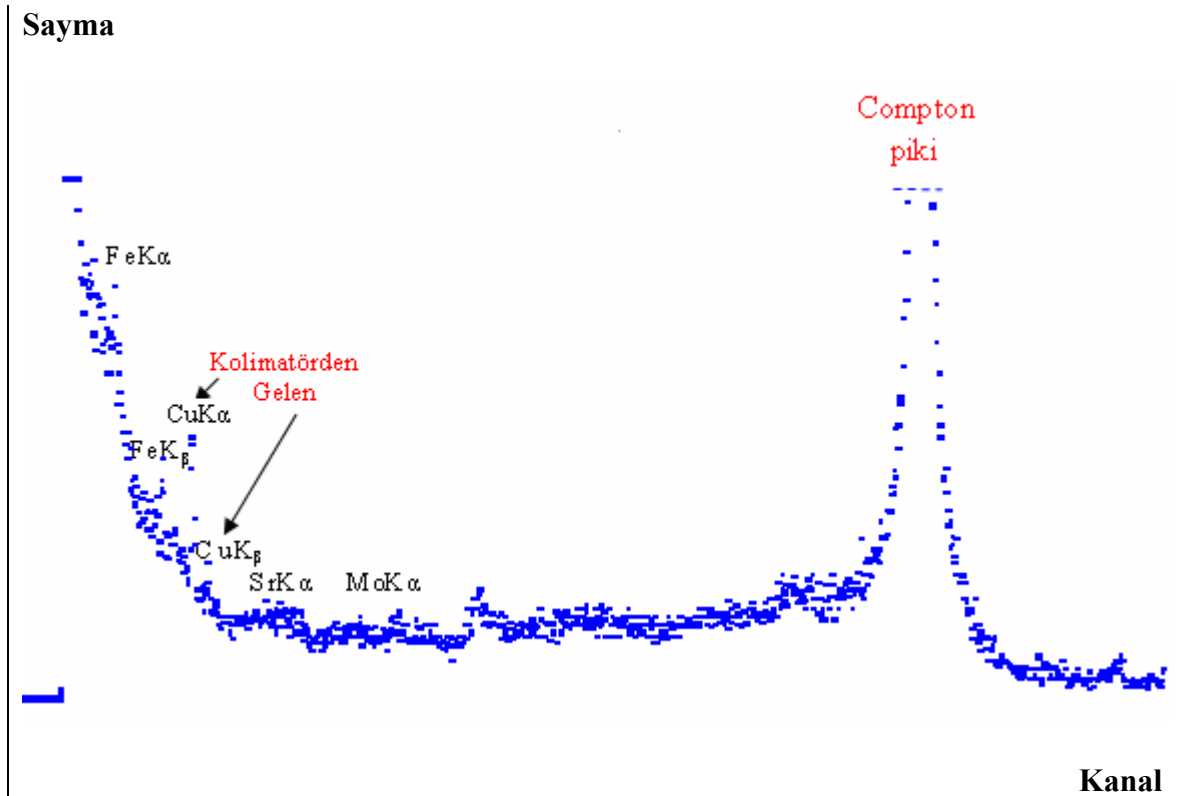
Element ve Işını	Enerji	Kanal Numarası
Am-241(coherent)	59543 eV	3923
V (K_{α})	4952 eV	410



Şekil 4.1. Enerji kalibrasyon doğrusu (Küçükönder, 1999).

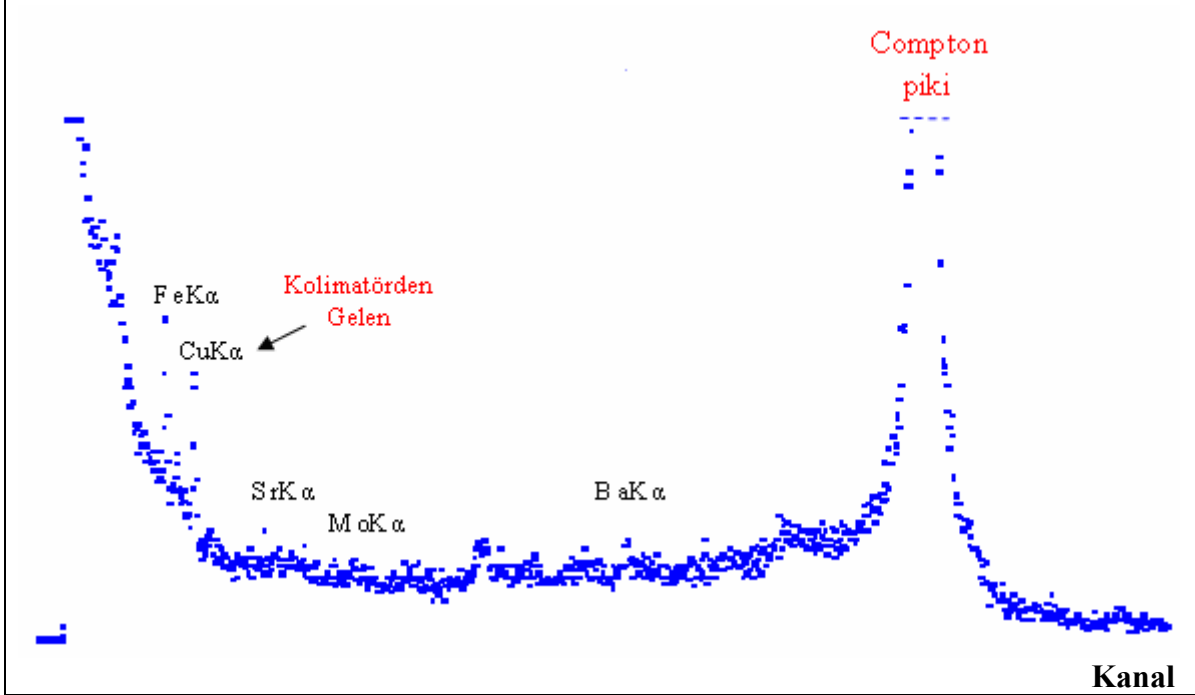
4.2.Kalitatif (Nitel) Analiz

Kalitatif analiz, çalışılan numune içerisinde var olan elementleri belirlemek için yapıldı. Afşin-Elbistan termik santralinden alınan kömür numuneleri, önce kırılıp, dövülerek toz haline getirildi. Toz halindeki numuneler, 200mesh'lik eleklerden geçirildi. Sayım için hazırlanan numuneler 200mg olarak tartıldı. Bu çalışmada, uygun deney geometrisi ile bakır kolimatör ve Am-241 radyoizotop kaynak kullanıldı. Numuneler Si(Li) dedektörde net pikler elde edilene kadar uzun süre saydırıldı. Bakır elementinin varlığını tespit etmek için Am-241 kaynak ile kurşun ve bakır kolimatörler kullanıldı. Çizelge 4.1.'deki enerji kalibrasyonu, Am-241 kaynak ve bakır kolimatör kullanılarak, tespit edilen elementler; Alt katman kömür numunesinde, Fe, Sr ve Mo'dur. Şekil 4.2'de numune spektrumu verildi. Üst katman kömür numunesinde, Fe, Sr, Ba ve Mo'dur. (Şekil 4.3.). Kül numunesinde, Ca, Fe, Sr, Mo, Sn, I, Ba ve Ce'dur. (Şekil 4.4.).



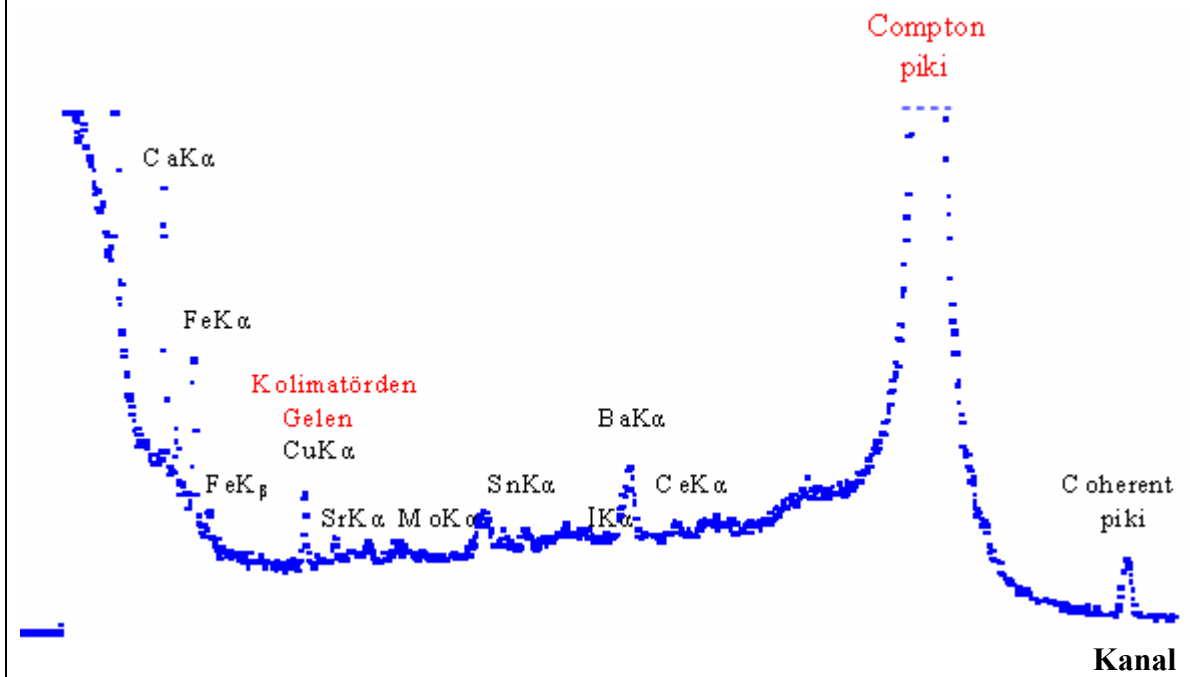
Şekil 4.2. Am-241 kaynak ve bakır kolimatör kullanılarak, alt kömür numunesinde tespit edilen, Fe, Sr ve Mo elementlerinin karakteristik pikleri.

Sayma



Şekil 4.3. Am-241 kaynak ve bakır kolimatör kullanılarak, üst kömür numunesinde tespit edilen, Fe, Sr, Mo ve Ba elementlerinin karakteristik pikleri.

Sayma



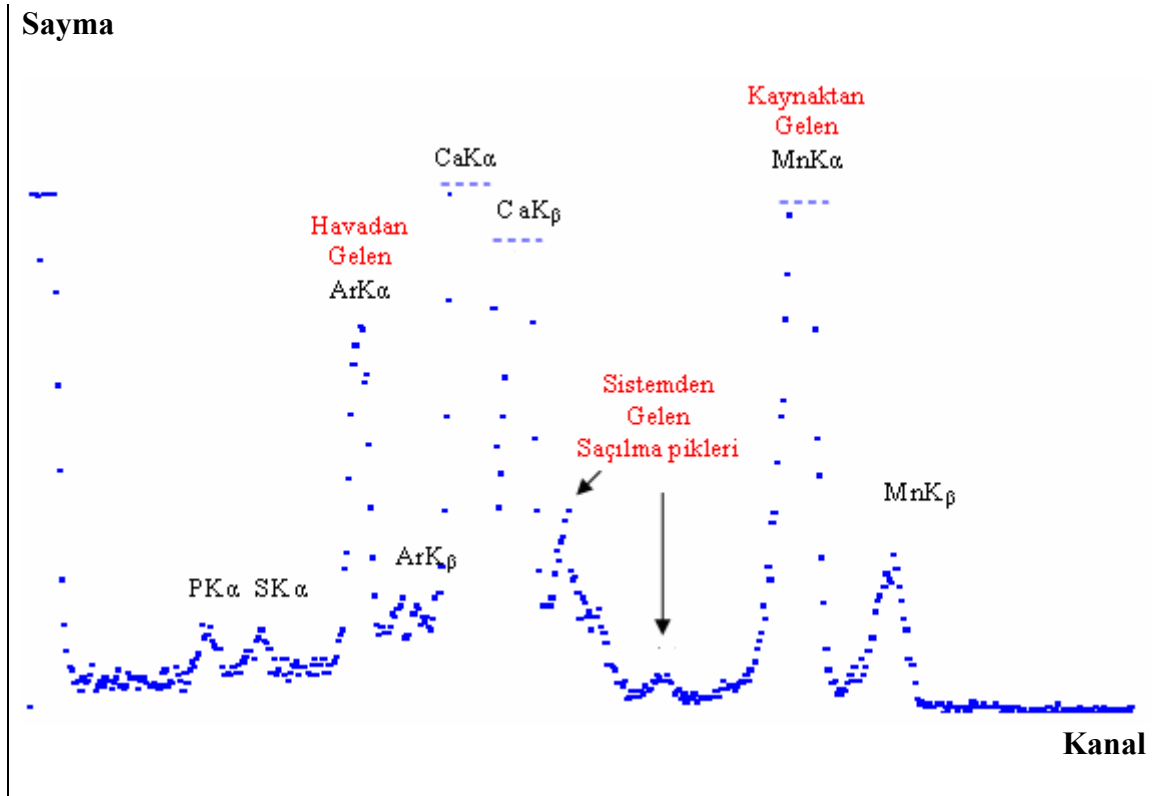
Şekil 4.4. Am-241 kaynak ve bakır kolimatör kullanılarak, kül numunesinde tespit edilen, Ca, Fe, Sr, Mo, Sn, I, Ba ve Ce elementlerinin karakteristik pikleri.

Çalışmada, düşük enerji bölgesi için Fe-55 kaynak ve bakır kolimatör kullanıldı. 5,9keV'lik enerjiye sahip olan Demir-55 kaynağı için önceden belirlenmiş olan enerji kalibrasyonu kullanıldı. Bu değerler çizelge 4.2.'de verildi.

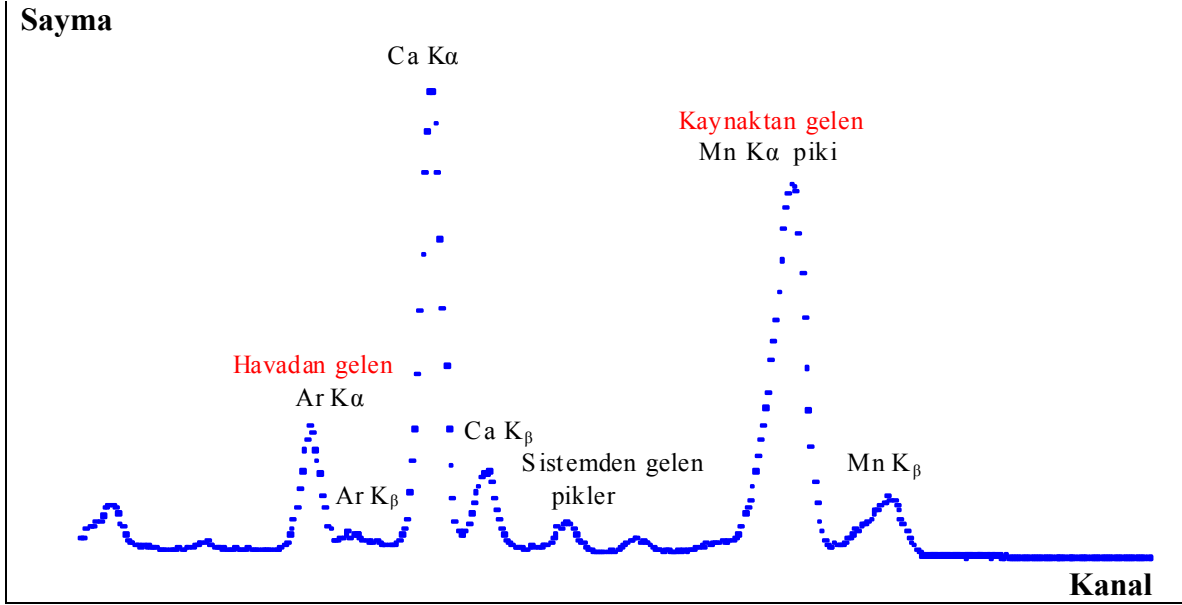
Çizelge 4.2. Demir-55 kaynakla yapılan enerji kalibrasyonu için çizelge.

Element ve Işını	Enerji	Kanal Numarası
Si ($K\alpha$)	1740 eV	206
Ar ($K\alpha$)	2957 eV	286

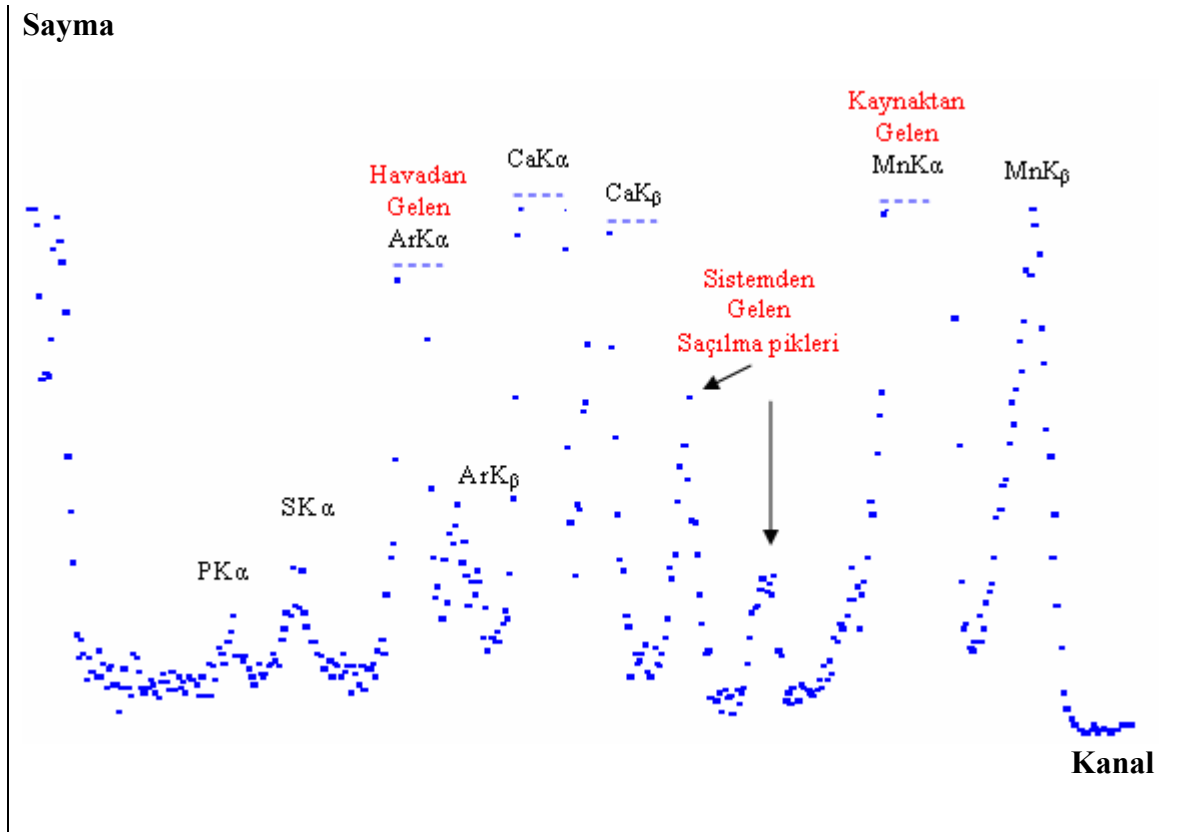
Demir-55 kaynakla numunelerin içerisinde tespit edilen elementler; Alt katman kömür numunesinde, Ca, S ve P'dir. Şekil 4.8. ve 4.9.'da numune spektrumu verildi. Üst katman kömür numunesinde, Ca, S ve P'dir. (Şekil 4.6. ve 4.7.). Kül numunesinde, Ca, S ve P'dir. (Şekil 4.5.).



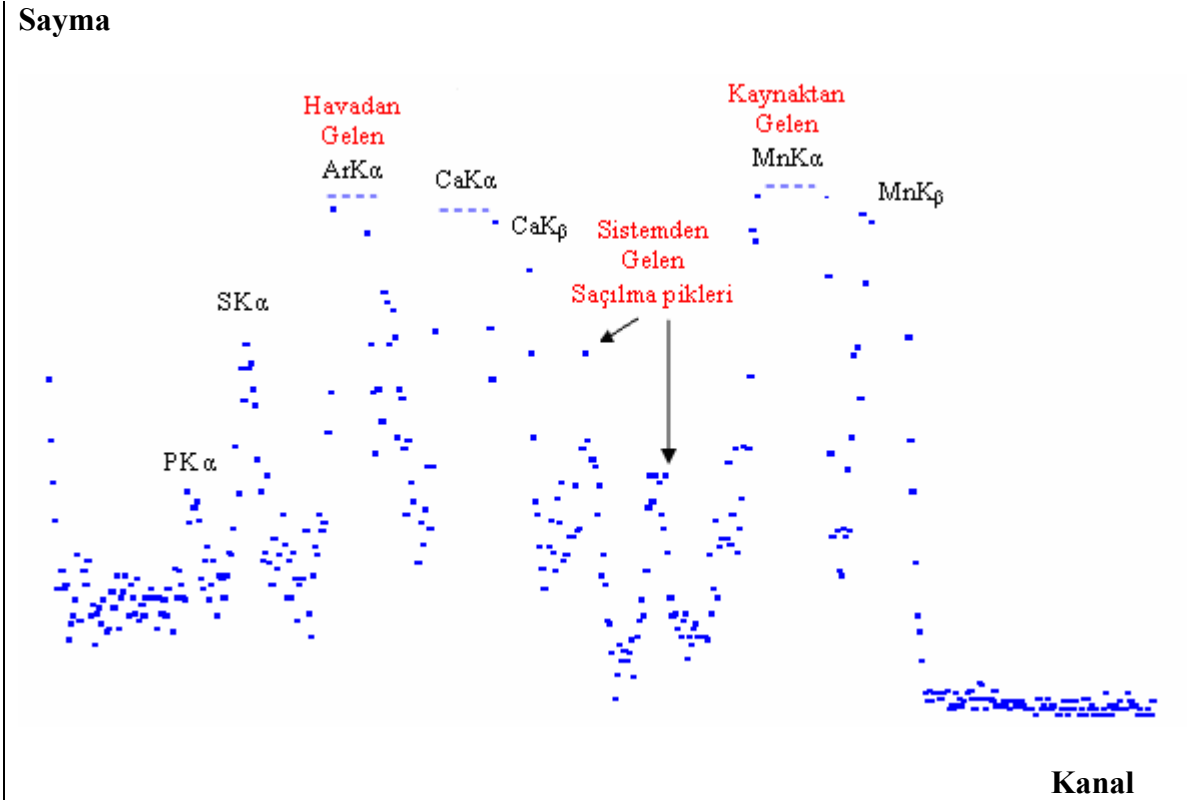
Şekil 4.5. Demir-55 kaynakla kül numunesinde tespit edilen, P, S ve Ca elementlerinin karakteristik pikleri.



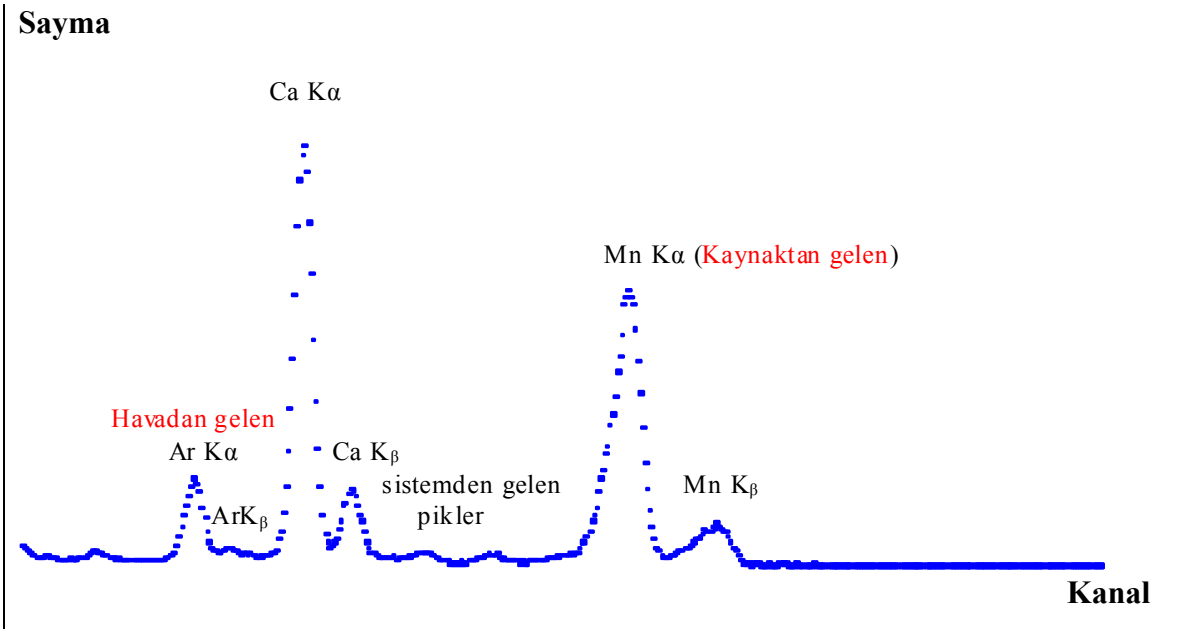
Şekil 4.6. Demir-55 kaynakla üst kömür numunesinde tespit edilen Ca elementinin karakteristik piki.



Şekil 4.7. Demir-55 kaynakla üst kömür numunesinde tespit edilen, P, S ve Ca elementlerinin karakteristik pikleri.



Şekil 4.8. Demir-55 kaynakla alt kömür numunesinde tespit edilen, P, S ve Ca elementlerinin karakteristik pikleri.



Şekil 4.9. Demir-55 kaynakla alt kömür numunesinde tespit edilen, Ca elementinin karakteristik piki.

4.3. Kuantitatif (Nicel) Analiz

Kuantitatif analiz, çalışılan numunedeki bir elementin yüzde olarak oranının belirlenmesi esasına dayanır. Kuantitatif analiz farklı analiz metotları kullanılarak yapılabilir. XRF’de katı, sıvı ve toz halindeki numunelerle çalışılabilir. Bu çalışma da toz halinde numuneler kullanıldı. Nicel analiz için analiz metotlarından standart karşılaştırma ve standart ilave metodu kullanıldı.

Kuantitatif analiz neticesinde, incelediğimiz kömür numunelerinde tespit edilen, Fe, Sr, Ba, Mo ve Ca elementlerinin ve kül numunesinde tespit edilen Ca, Fe, Mo, Sr, Ba ve Ce elementlerinin, yüzde oranlarını hesaplamak için, standart karşılaştırma metodu kullanıldı. Kullandığımız standartta S ve P elementleri yeterince görülmediğinden, kül numunesi ve kömür numunelerinde tespit edilen S ve P elementlerinin yüzde oranlarını hesaplamak için standart ilave metodu kullanıldı.

4.3.1. Standart Karşılaştırma Metodu İle Kuantitatif Analiz

Standart karşılaştırma metodu; seçilen bir standartla, analiz edilen numunenin aynı şartlarda hazırlanıp karşılaştırılması esasına dayanır. Bu çalışma da, NIST Standard Reference Material (SRM 1632b) standart kömür numunesi, Afşin-Elbistan termik santralinden alınan, kömür numuneleri ile mukayese edildi. NIST Standard Reference Material (SRM 1633b) standart kül numunesi, Afşin-Elbistan kül numunesi ile mukayese edildi. Mukayese edilen numuneler aynı şartlarda hazırlandı. Numuneler toz halinde, 200mg olarak tartıldı. Daha sonra, aynı deney geometrisine sahip mylar film üzerine homojen bir şekilde yayıldı. Bu çalışmada Am-241 radyoizotop kaynak ve Demir-55 kaynak kullanıldı. Numuneler Si(Li) katıhal sayaçta saydırıldı. İncelenen numunelerde tespit edilen elementlerin karakteristik piklerinin net alanları;

$$\frac{I_x}{I_s} = \frac{C_x}{C_s} \quad (4.2)$$

bağıntısından hesaplanarak mukayese edildi ve tespit edilen elementlerin yüzde oranları hesaplandı. Yüzde oranları hesap edilen elementler Çizelge 4.3., 4.4., 4.5’te verildi. Kül numunesinde tespit edilen I ve Sn elementlerinin pikleri çok küçük olduğundan ve standart numunede de aynı elementler tespit edilemediğinden yüzde oranları hesaplanamadı.

Çizelge 4.3. Fe-55 kaynağı kullanılarak alt katman kömür numunesinde tespit edilen elementlerin, standart karşılaştırma metodu ile hesaplanan yüzde oranları.

Element	Numune içerisindeki % oranı
Ca	2,840
Fe	0,344
Sr	0,015
Mo	0,001

Çizelge 4.4. Fe-55 kaynağı kullanılarak üst katman kömür numunesinde tespit edilen elementlerin, standart karşılaştırma metodu ile hesaplanan yüzde oranları

Element	Numune içerisindeki % oranı
Ca	2,230
Fe	0,927
Sr	0,014
Mo	0,001
Ba	0,023

Çizelge 4.5. Fe-55 kaynağı kullanılarak kül numunesinde tespit edilen elementlerin, standart karşılaştırma metodu ile hesaplanan yüzde oranları

Element	Numune içerisindeki % oranı
Ca	30,00
Fe	1,520
Sr	0,034
Mo	0,007
Ba	0,036
Ce	0,006

4.3.2. Standart İlave Metodu İle Kuantitatif Analiz

4.3.2.1. Numune İçerisindeki S (Sülfür) Yüzdesinin Tespiti

İncelediğimiz kömür ve kül numunelerindeki S ve P elementleri, standart SRM kül ve kömür numunesinde yeterince gözlenemediğinden standart ilave metodu ile yüzde oranları hesap edildi. Tespit için yapılan işlemler, 150mg olarak tartılan kömür numunesine belirli miktarlarda 20, 40, 60, 80 mg K₂SO₄ bileşiği ilave edilip, spex karıştırıcıda 10 dk karıştırıldı. Elde edilen karışım homojen bir şekilde mylar film üzerine yayıldı. Daha sonra Si(Li) katıhal sayaçta saydırıldı. Elde edilen veriler, çizelge 4.6. ve 4.7’de verildi.

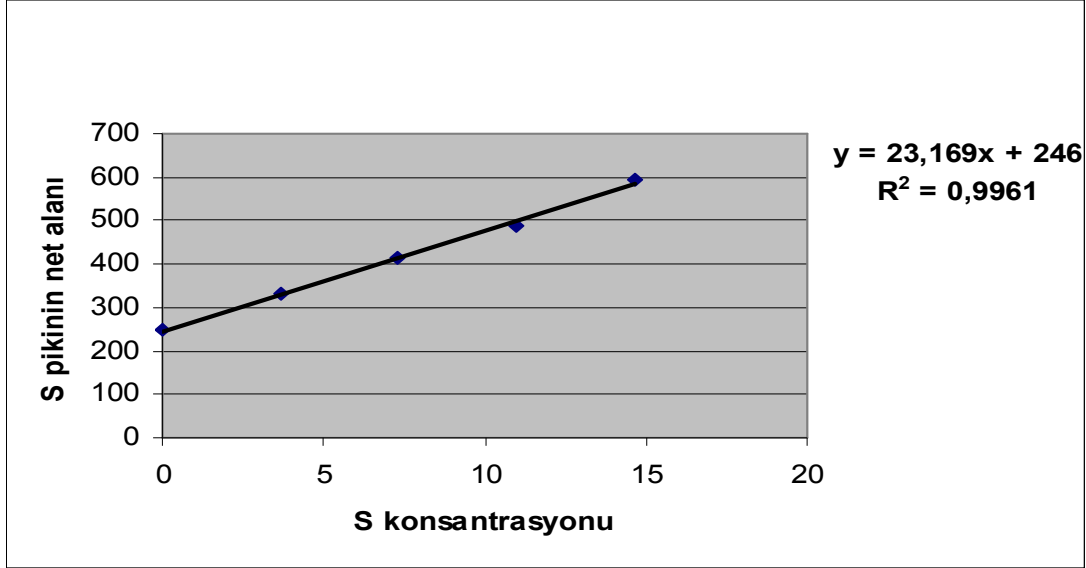
Çizelge 4.6. S ilaveli alt katman kömür numuneleri.

Numune Miktarı	K ₂ SO ₄ Miktarı	S Konsantrasyonu	S K _a Pikinin Net Alanı
150 mg	0 mg	0	249
150 mg	20 mg	3,66	331
150 mg	40 mg	7,32	416
150 mg	60 mg	10,98	487
150 mg	80 mg	14,64	595

Çizelge 4.6’dan S konsantrasyonu ve S K_a pikinin net alanı alınarak Excel programından elde edilen grafik şekil 4.10’da verildi. Şekil 4.10’daki grafikten,

$$y = 23,169x + 246 \quad (4.3)$$

şeklinde olup, $R^2 = 0,9961$ 'dir. Denklem 4.3'ten x değeri hesaplandı. 150 mg alt katman kömür numunesi içerisinde 10,617 mg S elementi bulunmaktadır. İncelenen alt katman kömür numunesi içerisinde % 7,07 oranında S tespit edildi.



Şekil 4.10. Alt katman kömür numunesinin S ilave grafiği.

Çizelge 4.7. S ilaveli üst katman kömür numuneleri.

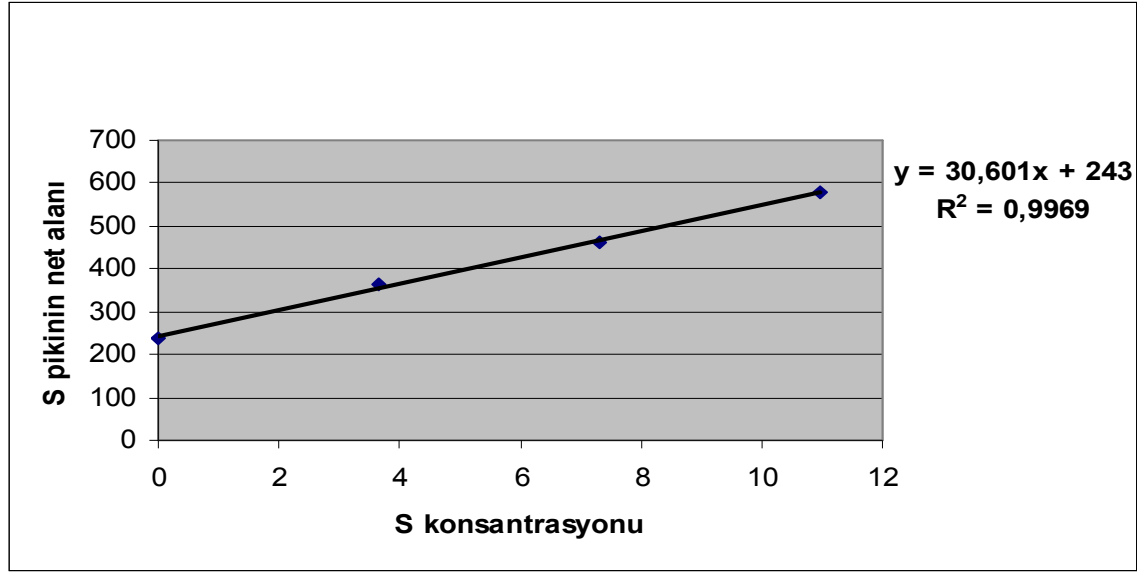
Numune Miktarı	K ₂ SO ₄ Miktarı	S Konsantrasyonu	S K _a Pikinin Net Alanı
150 mg	0 mg	0	238
150 mg	20 mg	3,66	366
150 mg	40 mg	7,32	460
150 mg	60 mg	10,98	580

Çizelge 4.7'den S konsantrasyonu ve S K_a pikinin net alanı alınarak Excel programından elde edilen grafik şekil 4.11'de verildi. Şekil 4.11'deki grafikten,

$$y = 30,601x + 243 \quad (4.4)$$

şeklinde olup, $R^2 = 0,9969$ 'dur. Denklem 4.4'ten x değeri hesaplandı. 100 mg numunede ise, 5,29 mg S bulundu. İncelenen üst katman kömür numunesi içerisinde % 5,29 oranında S tespit edildi.

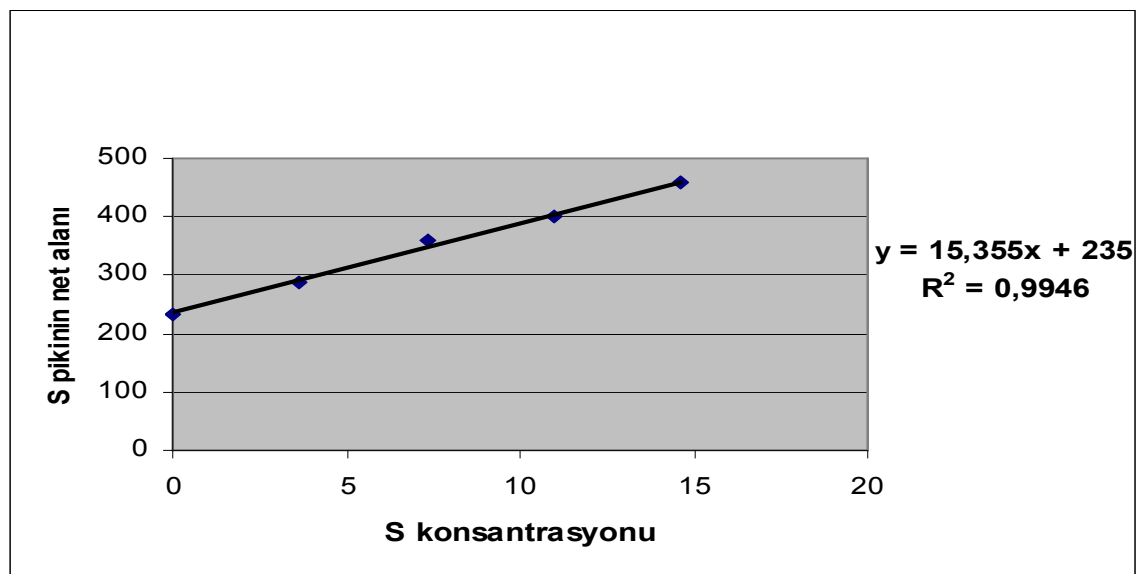
İncelediğimiz kül numunesindeki S elementinin yüzde oranı tespit edildi. Tespit için yapılan işlemler, 200mg olarak tartılan kül numunesine belirli miktarlarda, 20, 40, 60, 80 mg K₂SO₄ bileşiği ilave edilip, spex karıştırıcıda 10 dk karıştırıldı. Elde edilen karışım homojen bir şekilde mylar film üzerine yayıldı. Elde edilen veriler, çizelge 4.8.'de verildi.



Şekil 4.11. Üst katman kömür numunesinin S ilave grafiği.

Çizelge 4.8. S ilaveli kül numuneleri.

Numune Miktarı	K ₂ SO ₄ Miktarı	S Konsantrasyonu	S K _a Pikinin Net Alanı
200 mg	0 mg	0	232
200 mg	20 mg	3,66	289
200 mg	40 mg	7,32	359
200 mg	60 mg	10,98	399
200 mg	80 mg	14,64	458



Şekil 4.12. Kül numunesinin S ilave grafiği.

Çizelge 4.8'den S konsantrasyonu ve S K_{α} pikinin net alanı alınarak Excel programından elde edilen grafik şekil 4.12'de verildi. Şekil 4.12'deki grafikten,

$$y = 15,355x + 235 \quad (4.5)$$

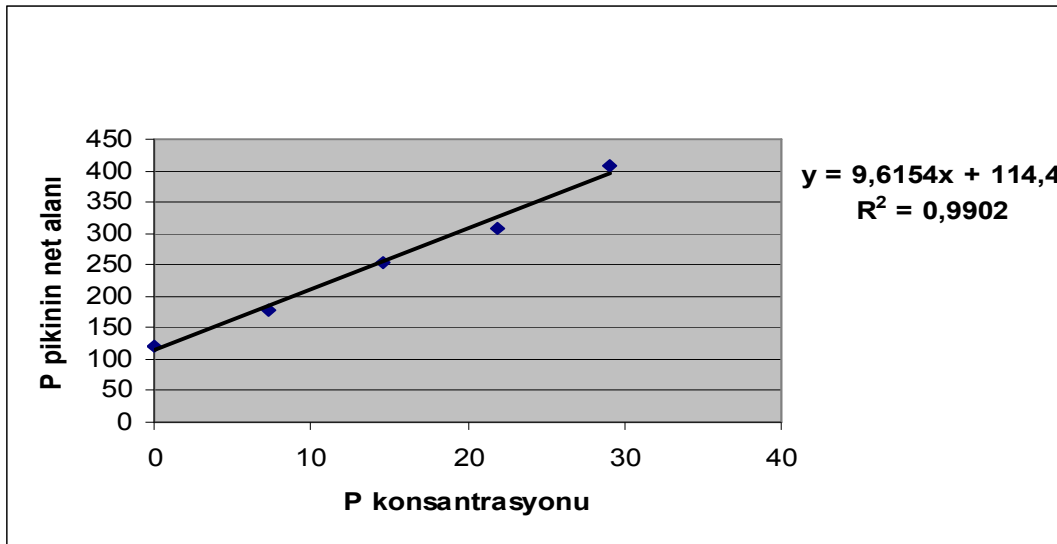
şeklinde olup, $R^2 = 0,9946$ 'dır. Denklem 4.5'ten x değeri hesaplandı. 200 mg kül numunesi içerisinde 15,304 mg S elementi bulundu. 100 mg numunede ise, 7,65 mg S bulundu. İncelenen kül numunesi içerisinde % 7,65 oranında S tespit edildi.

4.3.2.2. Numune İçerisindeki P (Fosfor) Yüzdesinin Tespiti

İncelediğimiz kömür numunelerindeki P elementinin yüzde oranı tespit edildi. Tespit için yapılan işlemler, 150mg olarak tartılan kömür numunesine belirli miktarlarda, 20, 40, 60, 80 mg $\text{Ca}(\text{PH}_2\text{O}_2)_2$ bileşiği ilave edilip, spex karıştırıcıda 10 dk karıştırıldı. Elde edilen karışım homojen bir şekilde mylar film üzerine yayılarak sayım yapıldı. Elde edilen veriler, çizelge 4.9. ve 4.10'da verildi.

Çizelge 4.9. P ilaveli alt katman kömür numuneleri.

Numune Miktarı	$\text{Ca}(\text{PH}_2\text{O}_2)_2$ Miktarı	P Konsantrasyonu	P $K_{(\alpha+\beta)}$ Pikinin Net Alanı
150 mg	0 mg	0	122
150 mg	20 mg	7,28	179
150 mg	40 mg	14,56	255
150 mg	60 mg	21,84	309
150 mg	80 mg	29,12	407



Şekil 4.13. Alt katman kömür numunesinin P ilave grafiği.

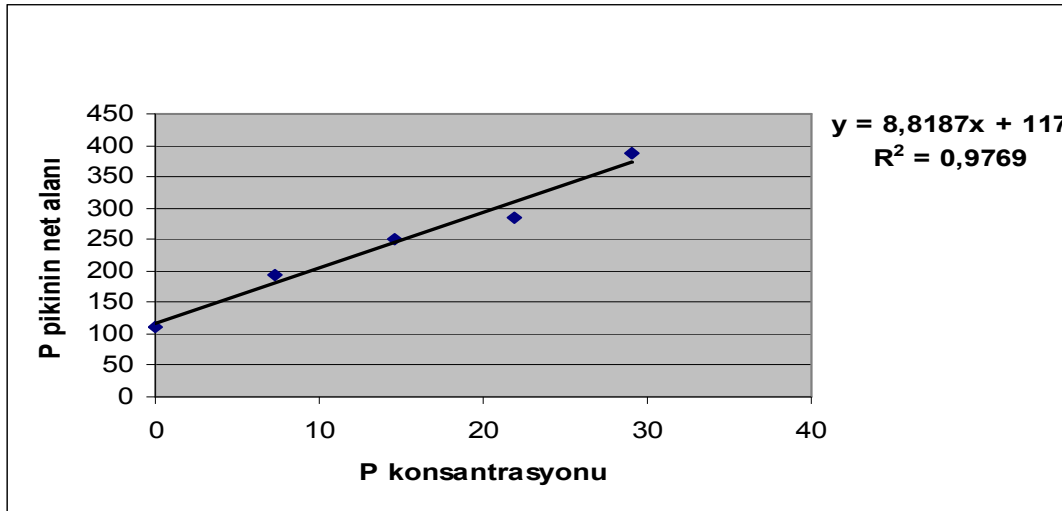
Çizelge 4.9'dan P konsantrasyonu ve P $K_{(\alpha+\beta)}$ pikinin net alanı alınarak Excel programından elde edilen grafik şekil 4.13'te verildi. Şekil 4.13'teki grafikten,

$$y = 9,6154x + 114,4 \quad (4.6)$$

şeklinde olup, $R^2 = 0,9902$ 'dir. Denklem 4.6'dan x değeri hesaplandı. 150 mg alt katman kömür numunesi içerisinde 11,897 mg P elementi bulundu. 100 mg numunede ise, 7,93mg P bulundu. İncelenen alt katman kömür numunesi içerisinde % 7,93 oranında P tespit edildi.

Çizelge 4.10. P ilaveli üst katman kömür numuneleri.

Numune Miktarı	Ca(PH ₂ O ₂) ₂ Miktarı	P Konsantrasyonu	P K _(α+β) Pikinin Net Alanı
150 mg	0 mg	0	111
150 mg	20 mg	7,28	193
150 mg	40 mg	14,56	252
150 mg	60 mg	21,84	285
150 mg	80 mg	29,12	386



Şekil 4.14. Üst katman kömür numunesinin P ilave grafiği.

Çizelge 4.10'dan P konsantrasyonu ve P K_(α+β) pikinin net alanı alınarak Excel programından elde edilen grafik şekil 4.14'te verildi. Şekil 4.14'teki grafikten,

$$y = 8,8187x + 117 \quad (4.7)$$

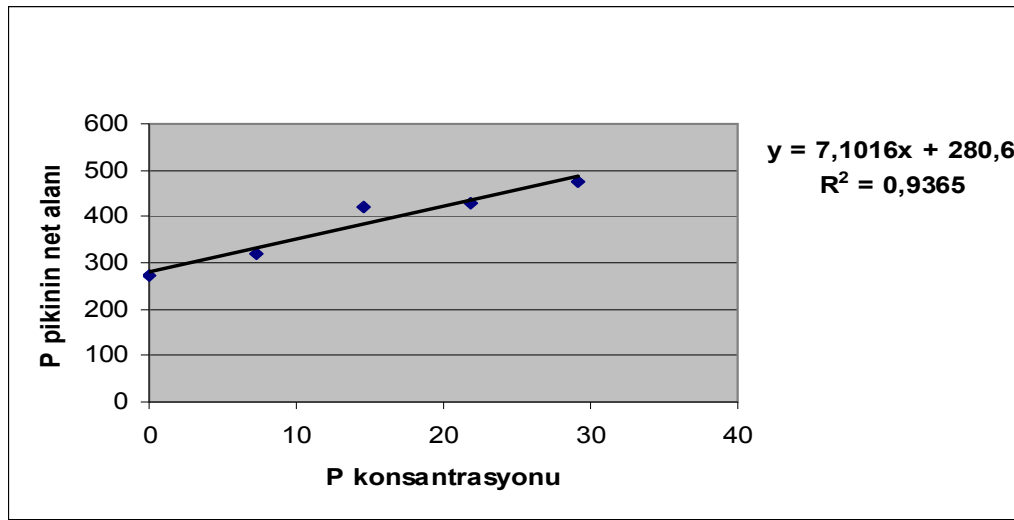
şeklinde olup, $R^2 = 0,9769$ 'dur. Denklem 4.7'den x değeri hesaplandı. 150 mg alt katman kömür numunesi içerisinde 13,267 mg P elementi bulundu. Buda 100 mg numunede ise, 8,84 mg P olduğunu gösterir. İncelenen alt katman kömür numunesi içerisinde % 8,84 oranında P tespit edildi.

İncelediğimiz kül numunesindeki P elementinin yüzde oranı tespit edildi. Tespit için yapılan işlemler, 200 mg olarak tartılan kül numunesine belirli miktarlarda

$\text{Ca}(\text{PH}_2\text{O}_2)_2$ bileşiği ilave edilip, spex karıştırıcıda 10 dk karıştırıldı. Elde edilen karışım homojen bir şekilde mylar film üzerine yayıldı ve sonra saydırıldı. Elde edilen veriler, çizelge 4.11’de verildi.

Çizelge 4.11 P ilaveli kül numuneleri.

Numune Miktarı	$\text{Ca}(\text{PH}_2\text{O}_2)_2$ Miktarı	P Konsantrasyonu	P $K_{(\alpha+\beta)}$ Pikinin Net Alanı
200 mg	0 mg	0	272
200 mg	20 mg	7,28	321
200 mg	40 mg	14,56	422
200 mg	60 mg	21,84	428
200 mg	80 mg	29,12	477



Şekil 4.15. Kül numunesinin P ilave grafiği.

Çizelge 4.11’den P konsantrasyonu ve P $K_{(\alpha+\beta)}$ pikinin net alanı alınarak Excel programından elde edilen grafik şekil 4.15’te verildi. Şekil 4.15’teki grafikten,

$$y = 7,1016x + 280,6 \quad (4.8)$$

şeklinde olup, $R^2 = 0,9365$ ’dir. Denklem 4.8’den x değeri hesaplandı. 200 mg kül numunesi içerisinde 39,512 mg P elementi bulundu. 100 mg numunede ise, 19,756 mg P bulundu. İncelenen kül numunesi içerisinde % 19,756 oranında P tespit edildi.

Bu çalışmada kül numunesinden elde edilen verilerle literatürde rastlanan veriler çizelge 4.12’de karşılaştırıldı. Bulunan sonuçların bir miktar farklı çıkmasının nedenleri, numunelerin alındığı yerler, deneysel metotların farklılığı ve çalışılan deney sistemlerinin farklılığından kaynaklanabilir.

Litaratürde XRF tekniği kullanılarak Afşin-Elbistan linyit kömürü numune analiziyle ilgili bir çalışmaya rastlanılmadı. Bu çalışmada elde edilen veriler çizelge 4.13. ve çizelge 4.14’te verildi.

Çizelge 4.12. Kül numunesinde gözlenen elementler ve yüzde oranları

ELEMENT	Fe-55 kaynağı kullanılarak bulunan yüzde miktarları	Am-241 kaynağı kullanılarak bulunan yüzde miktarları	M.ERTUĞRUL (%)
Ca	30,00	-	-
S	7,650	-	-
P	19,756	-	-
Fe	-	1,520	-
Sr	-	0,034	0,002
Mo	-	0,007	0,851
Ba	-	0,036	0,232
Ce	-	0,006	0,124

Çizelge 4.13. Afşin-Elbistan alt kömür numunesi elde edilen veriler.

ELEMENT	Fe-55 kaynağı kullanılarak bulunan yüzde miktarları	Am-241 kaynağı kullanılarak bulunan yüzde miktarları
Ca	2,840	-
S	7,070	-
P	7,930	-
Fe	-	0,344
Sr	-	0,015
Mo	-	0,001

Çizelge 4.14. Afşin-Elbistan üst kömür numunesi elde edilen veriler.

ELEMENT	Fe-55 kaynağı kullanılarak bulunan yüzde miktarları	Am-241 kaynağı kullanılarak bulunan yüzde miktarları
Ca	2,230	-
S	5,290	-
P	8,840	-
Fe	-	0,927
Sr	-	0,014
Mo	-	0,001
Ba	-	0,023

5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışmada, Afşin-Elbistan termik santralinden alınan alt katman kömür, üst katman kömür ve kömürün yakılmasıyla elde edilen kül numunesi, XRF tekniği kullanılarak kalitatif ve kantitatif olarak analiz edildi. Elde edilen sonuçlar bize kömür ve kül numunesinin elementel konsantrasyonu hakkında bilgi edinmemizi sağladı.

Afşin-Elbistan Termik Santralinden alınan alt katman kömür ve üst katman kömür numuneleri Kışlaköy mevkiinden alındı. Arazinin alt zemininde bulunan, "Bager 5" olarak adlandırılan bölgeden, kalori değeri yüksek kömür numunesi alındı. Aldığımız numuneye "Alt katman kömür" ismi verildi. Arazinin üst kısmında bulunan "Bager 1" olarak adlandırılan bölgeden, kalori değeri düşük kömür numunesi alındı. Bu numuneye de "Üst katman kömür" ismi verildi. Yüksek ve düşük kalorili kömürlerin birleşerek yandığı A termik santralinden kül numunesi alındı. Atom numarası büyük elementler için Am-241 radyoizotop kaynak ile atom numarası küçük elementler için Fe-55 kaynak kullanıldı. Kül numunesi ve kömür numuneleri net pik elde edilene kadar sayaçta uzun süre saydırıldı. Çalışmada, kalitatif analiz neticesinde; alt katman kömür numunesinde, Ca, S, P, Fe, Sr ve Mo elementleri, üst katman kömür numunesinde, Ca, S, P, Fe, Sr, Mo ve Ba elementleri, kül numunesinde, Ca, S, P, Fe, Sr, Mo, Ba, Ce, I ve Sn elementleri tespit edildi. Kül numunesi ve kömür numuneleri içerisindeki elementlerin madde miktarları, standart karşılaştırma ve standart ilave metotları kullanılarak yapıldı.

Sonuç olarak, XRF tekniği kömür ve kül numunelerinde başarı ile uygulandı. XRF tekniğinin uygulamada pratik ve ekonomik olması çalışmamızda bize kolaylık sağladı. XRF tekniğinin toz halindeki numunelere uygulanabilirliği gözlemlendi.

Bu çalışma ile elde edilen veriler bundan sonraki çalışmalara kaynak teşkil edecektir. Bundan sonraki çalışmalarda, Türkiye'deki diğer santrallerde işletilen linyit kömürleri de incelenerek ülkemizdeki linyit kömürlerinin elemental konsantrasyonları kıyaslanabilir.

KAYNAKLAR

- ALGÜNEŞ, Ç., 2001. Radyasyon Biyofiziği. Trakya Üniversitesi Matbaası, Edirne, 135s.
- AYGÜN, E, ZENGİN D.M.,2000. Kuantum Fiziği. Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümü. Ankara, 304s.
- BERTİN, E.P., 1975. Principles and Practice of X-Ray Spectrometric Analysis. Second Edition, Plenum Pres, New York, 1079s.
- BOWMAN, H.R., HYDE, E.K., THOMSON, S.G., 1966. Application of High Resulation Semiconductor Dedectors in X-Ray Spectrography Science.151,562.
- CANBERRA,1995.Edition Ten Product Catalog.Canberra Endustries, Inc Connecticut, USA.
- ÇAKIR C., BUDAK G., 2003. Analysis of tarace elements in different three region coal in Erzurum (Turkey): a study using EDXRF. Journal of Quantitative Spectroscopy & Radiative Transfer, 76, 101-106.
- ÇEVİK U., ERGEN E., 2003. Elemental analysis of Akçaabat tobacco and its ash by EDXRF spectrometry. Journal of Quantitative Spectroscopy & Radiative Transfer 78, 409-415.
- DURDU, B.G., 2001. Re, Pt ve Au Elementlerinin L X-Işını Şiddet Oranlarının Enerjiye Bağımlılığı. Yüksek Lisans Tezi. KSÜ, Kahramanmaraş, 45s.
- DOĞAN O., KOPYA M., 2006. Elemental analysis of trace elements in fly ash sample of Yatağan thermal power plants using EDXRF. Journal of Quantitative Spectroscopy & Radiative Transfer 101, 146-150.
- DOĞAN O., ŞİMŞEK O., 2001a. X-Ray fluorescence spectrometry analysis of trace elements in fly ash samples of Yeniköy thermal power plants. Instrumentation Science & Technology, 29(5), 433-439.
- 2001b.X-Ray Fluorescence Spectrometry Analysis of Trace Elements in Fly Ash Samples of Kemerköy Thermal Power Plants. Journal of Trace and Microprobe Tecniques, volume 19, pages 289-295.
- ENDER, B, 2006. Erzincan (Büyükardıç) Ve Erzurum (Güllüdere, Tasmator, Tetikom Ve Mağratepe) Kazılarında Ele Geçen Demir Çağına Ait Seramiklerin XRF Tekniği İle İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi. Gazi Üniversitesi, Ankara, 100s.
- ERDİK, E., SARIKAYA, Y, 1997.Temel Üniversite Kimyası.Gazi Kitabevi.Ankara, 738s.
- ERTUĞRUL, M., 1996. Radioizotope X-Ray Floresans Analysis of Some Elements in Fly Ash of Afşin-Elbistan Power Plants. Journal of Radionalytical and Nuclear Chemistry, Articles, Vol. 203, No.1 , 119-123.
- GEDKE, D.A.,1972. The Si(Li) X-Ray Energy Analysis System Operating Principles. X-Ray Spectrometry, 1, 129, 141.
- JENKINS, R., 1987. An Introduction to X-Ray Spectrometry. Willey Heyden, New York, 162.
- KÜÇÜKÖNDER, A., 1988. Radyoizotop X-Işını Floresans Tekniği İle Küre Bakibaba Cevherinde Fe ve Cu Miktarlarının Tayini, Yüksek Lisans Tezi. Atatürk Üniversitesi, Erzurum, 56s.
- KÜÇÜKÖNDER, A., ÇAM H., 2003. Qualitative and quantitative analysis of lignite coal and its ash samples taken from Soma-Darkale region. Journal of Quantitative Spectroscopy & Radiative Transfer 77, 329-333.
- KÜÇÜKÖNDER, E., 1999. Radyoizotop X-Işını Floresans Tekniği İle Numune Analizi. Yüksek Lisans Tezi. KSÜ Kahramanmaraş, 36s.
- NIST Standard Reference Materials catalog (1995-1996).

- OTTO-GOLD, 1969. Lignite Deposit Afşin-Elbistan Feasibility Report. Voli, Köln.
- TAMZOK, N., 2007. "Afşin-Elbistan Linyit Havzası ve Enerji Yönetiminde Planlama Hataları" EMO Enerji Dergisi, Sayı:2, Ankara.
- (T.E.K.)Türkiye Elektrik Kurumu Afşin-Elbistan Termik Santrali. Emekli Ofset.188744.Ankara
- PEHLİVAN, F., 1997. Biyofizik, Ankara, 412s.
- ŞAHİN, Y., 1994. Çekirdek Fizikinin Esasları. Atatürk Üniversitesi Yayınları, ikinci Baskı, Erzurum, 407.
- YAYLA, M.E., 2005. Afşin-Elbistan (A) Açık İşletmesinde Optimum Ocak Sınırlarının Belirlenmesi Ve Mevcut Uygulanma İle Karşılaştırılması. Yüksek Lisans Tezi. Çukurova Üniversitesi. Adana, 60s.
- YAYLA T, 2001. Termik Santral Küllerinin X-Işını Floresans Yöntemiyle İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi. Karadeniz Teknik Üniversitesi, 68s.
- VAN GRIEKEN, R., MARKOWICZ, A.A., 1993. Handbook of X-Ray Spectrometry, Marcel Dekker, New York, 704.
- VIJYAN V., 1997. Elemental Composition of Fly Ash from a Coal-Fired Thermal Power Plant: a Study Using PIXE and EDXRF. X-Ray Spectrometry, vol. 26, 65-68.

ÖZGEÇMİŞ

1983 yılında Kahramanmaraş'ta doğdu ilk ve orta öğrenimini Kahramanmaraş'ta tamamladı. 2002–2006 yılları arasında Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik bölümünde lisans öğrenimini tamamladı.

2006 yılında KSÜ Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Anabilim Dalında yüksek lisansa başladı.