

**KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

FİZİK ANABİLİM DALI

**METAL KATKILI HİDROKSİAPATİT YAPAY KEMİK TOZLARININ GAMA
IŞINI SOĞURMA PARAMETRELERİNİN HESAPLANMASI VE ELEMENTEL
ANALİZİ**

DOKTORA TEZİ

Fizikçi Oğuz Kağan KÖKSAL

**OCAK 2019
TRABZON**



KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ



Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsünce

Unvanı Verilmesi İçin Kabul Edilen Tezdir.

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : / /

Tezin Savunma Tarihi : / /

Tez Danışmanı :

Trabzon

**KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**Fizik Anabilim Dalında
Oğuz Kağan KÖKSAL Tarafından Hazırlanan**

**METAL KATKILI HİDROKSİAPATİT YAPAY KEMİK TOZLARININ GAMA IŞINI
SOĞURMA PARAMETRELERİNİN HESAPLANMASI VE ELEMENTEL ANALİZİ**

**başlıklı bu çalışma, Enstitü Yönetim Kurulunun 25 /12/2018 gün ve 1784 sayılı
kararıyla oluşturulan jüri tarafından yapılan sınavda
DOKTORA TEZİ
olarak kabul edilmiştir.**

Jüri Üyeleri

Başkan : Prof. Dr. İsmail Hakkı KARAHAN

Üye : Prof. Dr. Engin TIRAŞOĞLU

Üye : Prof. Dr. Halit KANTEKİN

Üye : Prof. Dr. Hasan BALTAŞ

Üye : Prof. Dr. Gökhan APAYDIN

Karahan.

Tıraşoğlu

Kantekin

Baltas

Apaydin

Prof. Dr. Sadettin KORKMAZ

Enstitü Müdürü

ÖNSÖZ

Doktora eğitimimi tamamlayana kadar sunduğu imkânlardan dolayı Türkiye Cumhuriyeti Devleti'ne sonsuz teşekkürü bir borç bilirim.

Çalışmalarım esnasında her türlü imkânı sağlayan K.T.Ü. Fizik Bölüm Başkanı sayın Prof. Dr. Ahmet Hakan YILMAZ'a teşekkür eder saygılarımı sunarım.

Doktora tezi olarak sunduğum bu akademik çalışmanın ortaya çıkmasında değerli görüş ve yardımlarını esirgemeyen kıymetli hocam ve danışmanım sayın Prof. Dr. Gökhan APAYDIN'a en içten saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Gerekli yardımı ve ilgiyi esirgemeyen hocalarım K.T.Ü. Fizik Bölümü öğretim üyelerinden Sayın Prof. Dr. Engin TIRAŞOĞLU'na, Alanya Alaaddin Keykubat Üniversitesi Öğretim Üyesi Doç. Dr. Erhan CENGİZ'e; Mustafa Kemal Üniversitesi öğretim üyelerinden Prof. Dr. İsmail Hakkı KARAHAN'a ve Arş. Gör. Dr. Ali TOZAR'a, K.T.Ü. Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü Öğr. Gör. Dr. Fatih ÖZKALAYCI'ya teşekkür ederim.

Yurtdışı çalışmalarında verdiği destek ve sağladığı laboratuvar imkânlarından dolayı AGH UST Medikal Fiziği ve Biyofizik bölümündeki Prof. Dr. hab. inż. Marek LANKOSZ başta olmak üzere Dr. inż. Lucyna SAMEK ve Dr. inż. Paweł WROBEL'e teşekkürlerimi sunarım.

Bütün hayatım boyunca maddi ve manevi destekleriyle bu günlere gelmemi sağlayan annem, babam, abim ve kardeşlerime en içten saygı, sevgi, teşekkür ve minnetlerimi sunarım.

Ayrıca tanıdığım günden itibaren desteğini ve ilgisini benden esirgemeyen, ayrı kaldığımız günlere göğüs geren kıymetli eşim Duygu'ya ve doğduğundan beri hayatımın merkezinde olan biricik kızım Aysel Ferah'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Oğuz Kağan KÖKSAL
Trabzon 2019

TEZ ETİK BEYANNAMESİ

Doktora Tezi olarak sunduđum “METAL KATKILI HİDROKSİAPATİT YAPAY KEMİK TOZLARININ GAMA İŐURMA PARAMETRELERİNİN HESAPLANMASI VE ELEMENTEL ANALİZİ ” baŐlıklı bu alıŐmayı baŐtan sona kadar danıŐmanım Prof. Dr. Gökhan APAYDIN’ın sorumluluđunda tamamladıđımı, verileri kendim topladıđımı, deneyleri ilgili laboratuvarlarda yaptıđımı, baŐka kaynaklardan aldıđım bilgileri metinde ve kaynakada eksiksiz olarak gősterdıđımı, alıŐma sūresince bilimsel araŐtırma ve etik kurallara uygun olarak davrandıđımı ve aksinin ortaya ıkması durumunda her tūrlū yasal sonucu kabul ettiđimi beyan ederim. 17/01/2019

Ođuz Kađan KŐKSAL

İÇİNDEKİLER

Sayfa No

ÖNSÖZ.....	III
TEZ ETİK BEYANNAMESİ.....	IV
ÖZET	VIII
ŞEKİLLER DİZİNİ	X
TABLolar DİZİNİ.....	XIII
SEMBOLLER DİZİNİ	XV
1. GENEL BİLGİLER	1
1.1. Giriş	1
1.1.1. Çalışmanın Amacı	1
1.1.2. Gerçek Kemik ve Özellikleri	6
1.1.3. Biyomalzemeler	7
1.1.4. Hidroksiapatit Yapay Kemik Tozu	9
1.1.5. Hidroksiapatit Yapay Kemik Tozunun Yapısı ve Özellikleri	9
1.1.6. Islak Kimyasal Çökeltme Metodu	11
1.1.7. Enerji Ayrımlı X-ışını Floresans Spektroskopisi (ED-XRF).....	12
1.2. Dedektörler	15
1.2.1. Yarıiletken Dedektörler	15
1.2.1.1. Si(Li) Yarıiletken Detektörler.....	16
1.2.1.2. Ultra LEGe Dedektörleri	17
1.2.1.3. Yüksek Saflıklı (HPGe) Detektörler.....	17
1.3. Radyoizotop Uyarıcı Kaynaklar	18
1.3.1. ²⁴¹ Am Radyoizotop Kaynağı	20
1.3.2. Europyum (Eu ¹⁵²) Radyoaktif Kaynak	21
1.3.3. X-ışını Tüpü ve X-ışını Üretimi	22
1.4. Karşılaştırmalı Standart Yöntemi	25
1.5. Gama Işınlmasının Madde ile Etkileşimi.....	28
1.5.1. Elektromanyetik Radyasyonun Soğurulması.....	29

1.5.1.1.	Fotoelektrik Olay	29
1.5.1.2.	Çift Oluşumu	31
1.6.	Lambert Beer Yasası ve Soğurma	32
1.7.	Soğurma Katsayıları	33
1.7.1.	Kütle Soğurma Katsayısı	33
1.8.	Soğurma ve Şiddetlendirme Faktörleri	34
1.9.	Etkin Elektron Yoğunluğu	35
1.10.	Etkin Atom Numarası	36
2.	YAPILAN ÇALIŞMALAR.....	37
2.1.	Numune Üretim Süreci	37
2.2.	EDX ve SEM Sistemleri	39
2.2.1.	Enerji Dağılımlı X-Işını Spektrometresi (EDX) ve Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Sistemleri İçin Numune Hazırlama	39
2.2.2.	EDX ve SEM Ölçüm Sistemleri	41
2.3.	Üç Boyutlu İkincil Hedefli Harici X-Işını Tüpü Tabanlı EDXRF Sistemi	42
2.3.1.	EDXRF Sistemi İçin Standard Numune Hazırlama	42
2.3.2.	EDXRF Deney Geometrisi	45
2.3.2.1.	Sayma Sistemi	47
2.3.2.2.	Güç Kontrol Ünitesi.....	47
2.3.2.3.	Ön Yükseltici	48
2.3.2.4.	Yükseltici.....	49
2.3.2.5.	Analog Dijital Dönüştürücü.....	49
2.3.2.6.	Çok Kanallı Analizör	50
2.3.2.7.	Numunelerin Uyarılması ve Sayılması	50
2.4.	Transmisyon Geometrili Gama Işını Soğurma Sistemi	51
2.4.1.	Numune Hazırlama	56
2.5.	Hesaplamalar	56
2.5.1.	Kimyasal Analiz Hesaplamaları	57
2.5.2.	Gama Işını Kütle Soğurma Katsayı Hesabı	59
2.5.2.1.	Moleküler ve Atomik Tesir Kesitlerinin Hesabı	61
2.5.2.2.	Etkin Atom Numarası	61
2.5.2.3.	Etkin Elektron Yoğunluğu Hesabı.....	62
3.	BULGULAR.....	63

3.1.	Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile İlgili Bulgular	63
3.2.	Enerji Dağılımlı X-Işını Spektroskopisi ile İlgili Bulgular	65
3.2.1.	Harici X-Işını Tüpü Tabanlı EDXRF Sistemi ile İlgili Bulgular	68
3.2.1.1.	EDXRF Sistemine Ait Spektrumlar	68
3.2.1.2.	EDXRF Konsantrasyon Değerleri ile İlgili Bulgular	73
3.3.	Soğurma Parametreleri ile İlgili Bulgular.....	77
3.3.1.	Soğurma Spektrumları ile İlgili Bulgular	77
3.3.1.1.	²⁴¹ Am ve ¹⁵² Eu Kaynakları Kullanılarak Elde Edilen Spektrumlar.....	78
3.3.2.	Kütle Soğurma Katsayısı ile İlgili Bulgular	83
3.3.3.	Atomik ve Moleküler Tesir kesitleri ile İlgili Bulgular.....	88
3.3.4.	Elektron Yoğunluğu ve Etkin Atom Numarası ile İlgili Bulgular.....	93
4.	SONUÇLAR VE TARTIŞMA	99
4.1.	Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizlerinin Değerlendirilmesi.....	99
4.2.	Enerji Dağılımlı X-Işını Spektrometresi (EDX) Analiz Sonuçlarının Tartışılması	99
4.3.	Enerji Dağılımlı X-Işını Floresans (EDXRF) Spektrometresi.....	100
4.4.	Soğurma Parametrelerinin Tartışılması	102
5.	ÖNERİLER.....	105
6.	KAYNAKLAR	106
7.	EKLER	114

ÖZGEÇMİŞ

Doktora Tezi

ÖZET

METAL KATKILI HİDROKSİAPATİT YAPAY KEMİK TOZLARININ GAMA
IŞINI SOĞURMA PARAMETRELERİNİN HESAPLANMASI VE ELEMENTEL
ANALİZİ

Oğuz Kağan KÖKSAL

Karadeniz Teknik Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı

Danışman: Prof. Dr. Gökhan APAYDIN

2019, 113 Sayfa, 7 Sayfa Ek

Bu çalışmada, ıslak kimyasal yöntemle üretilen Hidroksiapatit (HAp) yapay kemik tozlarına demir, kobalt, bakır ve çinko elementlerinin çeşitli konsantrasyonlarda katkılanarak elde edilen numunelerin, çeşitli spektroskopik yöntemler kullanılarak; soğurma parametreleri hesaplanmış ve elementel analizleri yapılmıştır.

Numunelere katkılanan metallerin yapıya girdiğinin tespiti için öncelikle EDX ve SEM analizleri gerçekleştirilmiştir. Daha sonra tüm numunelerin Harici X-ışını tüplü Enerji Dağılımlı X-ışını Flüoresans (EDXRF) sistemi yardımıyla element konsantrasyonları tespit ve Ca/P oranı elde edilmiştir. Kimyasal analiz neticesinde elde edilen yüzde konsantrasyonları kullanılarak teorik kütle soğurma katsayıları hesaplanmıştır. Deneysel kütle soğurma katsayılarının hesaplanması için numuneler ²⁴¹Am ve ¹⁵²Eu kaynaklarından çıkan Gama ışını fotonları ile uyarılmıştır. Numuneden geçen fotonları sırasıyla, ultra düşük enerjili germanyum (Ultra-LEGe) ve yüksek saflıklı germanyum (HPGe) detektörleri ile sayılmıştır. Sonuç olarak yapay kemik ile gerçek kemik tozlarından elde edilen deneysel kütle soğurma katsayıları birbirleri ile ve teorik değerler ile kıyaslanmıştır.

Anahtar Kelimeler: Hidroksiapatit, SEM, EDXRF, Kütle Soğurma Katsayısı, Gerçek Kemik

Doctoral Thesis

SUMMARY

CALCULATION of GAMMA RAY ATTENUATION PARAMETERS AND
ELEMENTEL ANALYSIS FOR METAL SUBSTITUTED HYDROXYAPATITE
ARTIFICIAL BONE POWDERS

Oğuz Kağan KÖKSAL

Karadeniz Technical University
The Graduate School of Natural and Applied Sciences
Physics Graduate Program
First Supervisor: Prof. Dr. Gokhan APAYDIN
2019, 113 Pages, 7 Pages Appendix

In this study, the samples obtained by adding various concentrations of iron, cobalt, copper and zinc to the Hydroxiapatite (HAp) artificial bone powders produced by wet chemical method using various spectroscopic methods; attenuation parameters were calculated and elemental analyzes were performed.

Firstly, EDX and SEM analyzes were performed to determine that the metals added to the samples entered the structure. Then, all samples were detected with the help of the Energy X-ray Fluorescence (EDXRF) system with External X-ray Tube and Ca/P ratio was obtained. The theoretical mass attenuation coefficients were calculated by using the percent concentrations obtained as a result of chemical analysis. The samples were stimulated by gamma ray photons from the ^{241}Am and ^{152}Eu sources for the calculation of the experimental mass attenuation coefficients. The photons passing through the sample were counted with ultra low energy germanium (Ultra-LEGE) and high purity germanium (HPGe) detectors, respectively. In conclusion, experimental mass attenuation coefficients obtained from artificial bone and bone were compared with each other and with theoretical values.

Key Words: Hydroxyapatite, SEM, EDXRF, Mass Attenuation Coefficient, Real Bone

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa No

Şekil 1.	Hidroksiapatit Numunesinin Moleküler Yapısı (Rivera-Muñoz, 2011).....	10
Şekil 2.	EDXRF Şeması (Rainer Schramm, 2012).....	13
Şekil 3.	ED-XRF sisteminin bölümleri (Brouwer, 2006)	14
Şekil 4.	Katihal Detektörün Temel Tasarımı (Brouwer, 2006)	16
Şekil 5.	Am-241 elementinin deneysel bozunma şeması (Beling vd., 1952).....	21
Şekil 6.	Eu-152 elementinin deneysel bozunma şeması (Grigorescu vd., 2002).....	22
Şekil 7.	Kenar Pencereless X-Işını Tüpü (Brouwer, 2006)	23
Şekil 8.	X-Işını Tüpünün Temel Gösterimi (Brouwer, 2006).....	24
Şekil 9.	X-Işını Üretimi (Brouwer, 2006).....	25
Şekil 10.	Ağırlık Kesiri ile Şiddet Grafiği	26
Şekil 11.	X-Işını ve Madde Etkileşimi (Brouwer, 2006).....	29
Şekil 12.	Fotoelektrik Olay (Brouwer, 2006)	31
Şekil 13.	Çift oluşumu olayının şematik gösterilmesi (Brouwer, 2006).....	32
Şekil 14.	Soğurma ve Şiddetlendirme Etkileri.....	35
Şekil 15.	Elektron Yoğunluğu.....	36
Şekil 16.	Yapay Kemik Tozu Üretim Sistemi	37
Şekil 17.	a) Numune Kurutma Fırını, b)Agat Havan ve c) Nano Partikül Yapıcı Cihaz.	39
Şekil 18.	a)Kütlelerin Tartıldığı Hassas Elektronik Terazı ve b) Agat Havan	40
Şekil 19.	a) Pellet Basma Makinesi, b) Pres Makinesi ve c) Pellet Formda Numuneler.	40
Şekil 20.	EDX ve SEM Sistemleri için Altın Kaplama Cihazı.....	41
Şekil 21.	Enerji Dağılımlı X-Işını Spektrometresi ve Taramalı Elektron Mikroskobu ...	42
Şekil 22.	Hassas Terazı, pellet ve numune basma cihazı.....	43
Şekil 23.	EDXRF Sistemi için Hazırlanan Standart Numuneler ve Tez Numuneleri	45
Şekil 24.	EDXRF Deney Geometrisi	46
Şekil 25.	Üç Boyutlu İkincil Hedefli Harici X-Işını Tüpü Tabanlı EDXRF Sistemi	
	(AGH UST Krakow, Polonya)	47
Şekil 26.	Güç Kontrol Ünitesi.....	48
Şekil 27.	Si(Li) Dedektörü Ön Yükselticisi.....	49

Şekil 28.	Çok Kanallı Analizör	50
Şekil 29.	Am-241 Kaynaklı Gama Soğurma Geometrisi.....	52
Şekil 30.	Eu-152 Kaynaklı Gama Soğurma Geometrisi	53
Şekil 31.	Eu-152 kaynaklı deney geometrisinde kullanılan kolimatör sistemi.....	54
Şekil 32.	Am-241 kaynaklı deney geometrisinde kullanılan kolimatörler	54
Şekil 33.	Gama Soğurma Spektrometresi	55
Şekil 34.	EDXRF Soğurma Sistemi.....	55
Şekil 35.	Soğurma Çalışması İçin Hazırlanan Numuneler	56
Şekil 36.	Demir, Kobalt, Bakır ve Çinko Standartlarındaki Fosfor Konsantrasyonları ..	57
Şekil 37.	Demir, Kobalt, Bakır ve Çinko Standartlarındaki Kalsiyum	58
Şekil 38.	Demir, Kobalt, Bakır ve Çinko Standartlarındaki Demir, Kobalt, Bakır	59
Şekil 39.	Demir, Kobalt, Bakır ve Çinko Katkılı Hidroksiapatit Numunelerine ait	64
Şekil 40.	Demir, Kobalt, Bakır ve Çinko Katkılı Hidroksiapatit Numunelerine ait	65
Şekil 41.	Demir Katkılı Hidroksiapatit Yapay Kemik Tozlarına Ait	69
Şekil 42.	Kobalt Katkılı Hidroksiapatit Yapay Kemik Tozlarına Ait	70
Şekil 43.	Bakır Katkılı Hidroksiapatit Yapay Kemik Tozlarına Ait	71
Şekil 44.	Çinko Katkılı Hidroksiapatit Yapay Kemik Tozlarına Ait	72
Şekil 45.	EDXRF Konsantrasyon Grafiği.....	75
Şekil 46.	Ca/P Konsantrasyon Oranları	77
Şekil 47.	Soğurucusuz, Gerçek ve Yapay Kemik Tozlarının Soğurma Spektrumları	78
Şekil 48.	nFeHAp ve nCoHAp numunelerine ait Soğurma Spektrumu	79
Şekil 49.	nCuHAp ve nZnHAp numunelerine ait Soğurma Spektrumu	80

Şekil 50.	Soğurucusuz, Gerçek ve Yapay Kemik Tozları ile nFeHAp numunelerine ait Soğurma Spektrumları	81
Şekil 51.	nCoHAp ve nCuHAp numunelerine ait Soğurma Spektrumu	82
Şekil 52.	nZnHAp numunelerine ait Soğurma Spektrumu	83
Şekil 53.	Kütle Soğurma Katsayılarının Numunelere göre değişim grafikleri.....	84
Şekil 54.	Teorik ve Deneysel Kütle Soğurma Katsayılarının Enerjiye Göre Değişimleri	87
Şekil 55.	Am ²⁴¹ Kaynağı için Atomik ve Moleküler Tesir Kesitlerinin Numunelere Göre Değişim Grafiği	89
Şekil 56.	Moleküler Tesir Kesiti Değerlerinin Enerjilere Göre Değişim Grafiği.....	93
Şekil 57.	Am ²⁴¹ Kaynağı için Elektron Yoğunluğu ve Etkin Atom Numarasının Numunelere Göre Değişim Grafiği.....	95
Şekil 58.	Etkin Atom Numarası ve Elektron Yoğunluğunun Enerjilere Göre Değişim Grafiği	98

TABLolar DİZİNİ

	<u>Sayfa No</u>
Tablo 1. Kemięe Ait Kimyasal Bileşim.....	7
Tablo 2. Hidroksiapatinin fizikokimyasal, mekanik ve biyolojik özellikleri	10
Tablo 3. Radyasyon tip ve özellikleri	19
Tablo 4. Kullanılan Numune Özellikleri.....	38
Tablo 5. Demir, Kobalt, Bakır ve Çinko Standartlarına Ait Konsantrasyon Deęerleri ..	44
Tablo 6. nFeHAp, nCuHAp, nCoHAp ve nZnHAp Numunelerine Ait EDX	
Konsantrasyon Deęerleri	66
Tablo 7. Metal Katkılı Hidroksiapatit Yapay Kemik Tozlarındaki	
Elementlerinin Konsantrasyon Deęerleri	74
Tablo 8. Metal Katkılı Yapay Kemik Tozlarına Ait Ca/P Oranları	76
Tablo 9. Metal Katkılı Yapay Kemik Tozlarının ²⁴¹ Am Kaynaęı 59,5 keV Enerjide	
DeneySEL KütLE Soęurma Katsayıları (μ/ρ).....	84
Tablo 10. nFeHAp, nCuHAp, nCoHAp ve nZnHAp Numunelerinin ¹⁵² Eu Kaynaęı	
Çeşitli Enerjilerde (keV) Teorik KütLE Soęurma Katsayıları (μ/ρ)	85
Tablo 11. Metal Katkılı Yapay Kemik Tozlarının ¹⁵² Eu Kaynaęı Çeşitli Enerjilerde	
(keV) DeneySEL KütLE Soęurma Katsayıları (μ/ρ)	86
Tablo 12. nFeHAp, nCuHAp, nCoHAp ve nZnHAp Numunelerinin ²⁴¹ Am Kaynaęı	
59,5 keV’de Moleküler, Atomik ve Elektronik Tesir Kesitleri	88
Tablo 13. nFeHAp, nCuHAp, nCoHAp ve nZnHAp Numunelerinin ¹⁵² Eu Kaynaęı	
Çeşitli Enerjilerde Moleküler Tesir Kesitleri Deęerleri (10^{22}).....	89
Tablo 14. nFeHAp, nCuHAp, nCoHAp ve nZnHAp Numunelerinin ¹⁵² Eu Kaynaęı	
Çeşitli Enerjilerde Atomik Tesir Kesitleri Deęerleri (10^{24})	90
Tablo 15. Metal Katkılı Yapay Kemik Tozlarının ¹⁵² Eu Kaynaęı Çeşitli	
Enerjilerde Elektronik Tesir Kesitleri Deęerleri (10^{25})	92
Tablo 16. nFeHAp, nCuHAp, nCoHAp ve nZnHAp Numunelerinin ²⁴¹ Am Kaynaęı	
59,5 keV Enerjide Elektron Yoęunluęu (10^{23}) ve Etkin Atom Numarası.....	94
Tablo 17. nFeHAp, nCuHAp, nCoHAp ve nZnHAp Numunelerinin ¹⁵² Eu Kaynaęı	
Çeşitli Enerjilerde Elektron Yoęunluęu (10^{23}).....	96

Tablo 18. nFeHAp, nCuHAp, nCoHAp ve nZnHAp Numunelerinin ¹⁵² Eu Kaynağı	
Çeşitli Enerjilerde Etkin Atom Numarası (10 ²³)	97
Tablo 19. Deneysel Hata Kaynakları ve Oranları	104



SEMBOLLER DİZİNİ

ADC	: Analog dijital dönüştürücü
A_i	: i. elementin atom ağırlığı
B_i'	: Ölçüm şiddeti
Ca	: Kalsiyum atomu
Cl	: Klor atomu
Co	: Kobalt atomu
Cu	: Bakır atomu
E	: Gelen fotonun enerjisi
E_b	: K tabakasının bağlanma enerjisi
E_e	: K tabakasından sökülen elektronun enerjisi
E_γ	: Gelen fotonun enerjisi
E'	: Çıkan fotonun enerjisi
EDXRF	: Enerji dağılımlı X-Işını floresans spektrometresi
EDX	: Enerji dağılımlı X-Işını spektrometresi
F	: Fono faktörü
f_i	: Fraksiyonel bolluk
Fe	: Demir atomu
FWHM	: Bir pulsun yarı maksimumdaki tam genişliği
$F(x,Z)$: Atomik form faktörü
F_{ij}	: X-ışınlarının yayımlanma kesri
HAp	: Hidroksiapatit
I	: Geçen ışının şiddeti
I_0	: Gelen ışının şiddeti
I_i	: Net şiddet
K	: Potasyum atomu
K_α	: L kabuğundan K kabuğuna X-ışını geçişi
K_β	: M kabuğundan K kabuğuna X-ışını geçişi
K_i	: Konsantrasyon başına düşen birim zamandaki sayım
MCA	: Çok kanallı analizör

N	: Avagadro sayısı
Na	: Sodyum atomu
N_{el}	: Elektron yoğunluğu
N_{Kx}	: Karakteristik X-ışınlarının dedektörde ölçülen şiddetleri
O	: Oksijen atomu
P	: Fosfor atomu
R	: Dedektör rezölasyonu
R^2	: Regrasyon sabiti
SEM	: Taramalı elektron mikroskobu
t	: Maddenin kalınlığı
T_{e-}	: Elektronun kinetik enerjisi
T_{e+}	: Pozitronun kinetik enerjisi
W_i	: i. Hedefin ağırlık kesiri
Z	: Atom numarası
Z_{et}	: Etkin atom numarası
Zn	: Çinko atomu
μ	: Lineer soğurma katsayısı
μ_m	: Birim kütle başına birim alandaki soğurulma
μ/ρ	: Kütle soğurma katsayısı
σ/ρ	: Saçılma kütle soğurma katsayısı
$\sigma_{t,a}$: Atomik tesir kesiti
$\sigma_{t,el}$: Elektronik tesir kesiti
$\sigma_{t,m}$: Moleküler tesir kesiti
π/ρ	: Çift oluşum katsayısı
ρD	: Birim alan başına düşen madde miktarı
τ/ρ	: Fotoelektrik soğurma katsayısı

1. GENEL BİLGİLER

1.1. Giriş

Günümüzde uygulama alanı ve önemi gittikçe artan biyoyumlu, güvenilir ve etkin olan biyomalzemeler, insan vücudundaki organ veya canlı dokuların tedavilerinde kullanılmak, işlevlerini yerine getirmek veya desteklemek amacıyla kullanılan malzemelerdir. Belirli süre zarfında veya sürekli olarak vücut sıvıları ile temas halindedir. Biyomalzemelerden beklenen en önemli özellik bu sıvılarla çok etkileşmeyen veya kendisini çevreleyen organların değişimlerine engel olmayan bir özelliğe sahip olması beklenir. Bu durum biyoyumluluk diye adlandırılır. Hidroksiapatit (HAp) yapay kemik tozu böylesi bir numune örneği olarak karşımıza çıkmaktadır. Hidroksiapatit (HAp), kalsiyum ve fosfor elementlerinin oluşturduğu bir çeşit kalsiyum fosfat bileşiğidir. Saf HAp, $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$ veya $Ca_5(PO_4)_3(OH)$ şeklindeki bir formülle gösterilir. Hidroksiapatit (HAp), kemik hasarlarında yaygın olarak kullanılması sebebiyle bu tür tedavilerde tercih edilen başlıca biyomalzemelerin başında gelir. HAp biyomalzemeleri, yapay ve doğal temelli olmak üzere iki çeşit yolla üretilirler. Bunlardan karışık ancak güvenilir olanı yapay yoldan elde edilen tipleridir. HAp'ın biyolojik yapıya uygunluğu ve biyoaktif bir malzeme olmasına rağmen, mekanik özellikleri açısından zayıf bir tutum sergilemesi implant malzemesi olarak kullanımını zorlaştırmaktadır. Bu sebepten dolayı biyoyumluluktan ödün vermeden daha sağlam HAp bazlı kompozitlerin üretim ihtiyacı doğmuştur. Günümüzde hidroksiapatit (HAp) bazlı biyokompozitler HAp Alümina, HAp-zirkonya, HAp-biyocam ve HApw (visker) gibi kompozit malzemelerden oluşmaktadır (Demirkol, 2013).

1.1.1.Çalışmanın Amacı

Hidroksiapatit (HAp) yapay kemik tozlarının biyoyumluluğu (Vamze vd., 2015), kemik dolgu malzemesi (Wong vd., 2004), yapı iskelesi (Nie vd., 2015) ve metal kaplama malzemesi (Sun vd., 2009) üzerine çeşitli çalışmalar mevcuttur. Üstelik yapay kemik tozunun kemiğe bağlanma özelliği olarak bilinen biyoyumlu özelliği biyomedikal uygulamalarda yaygın olarak metal kaplamada kullanılmasını sağlamaktadır.(Akazawa ve Ueno, 2015; Duraccio vd., 2015; Razavi vd., 2015). Metal implantın hareketsizleştirilmesi ve yükün iskelete aktarılarak, kemik atrofisi probleminin üstesinden gelmeye yardımcı

olması özelliği ortaya konulmuştur (Itokazu vd., 1998; Kehoe ve Stokes, 2011; Liu vd., 2005; Minguez vd., 1990). Dayanıklılık, eğilme direnci, kırılma tokluğu ve aşınma direnci gibi, yük taşıyıcı olmayan uygulamalar (diş kökü ikame maddeleri, kistik kaviteler, periodontal ceplerin doldurulması ve omurga füzyonları vs.) için bile yeterli mekanik özellikler halen önemlidir. Hidroksiapatit (HAp) yapay kemik tozlarının üretilmesi sonrasında karakterizasyonun yapılması ve sonuç olarak da nasıl bir adsorban özelliği taşıdığı bilgisi araştırılmıştır (Hasret, 2010). Farklı sanayi atıkları kullanılarak üretilen yapay kemik tozlarının adsorban olarak kullanılarak atık sulardan ağır metallerin tekrar elde edilmesi konusu araştırılarak HAp numunelerin başka bir özelliği ortaya konulmuştur (Demir vd., 2015). Biyolojik ve sentetik hidroksiapatit (HAp) yapay kemik tozlarının polilaktik asit (PLA) ve polipropilen (PP) polimer kompozit malzemelerine eklenerek elde edilen yeni malzemenin hazırlanışı, karakterizasyonu ve nihayetinde vücuda uyumu ile bilgiler ortaya konmuştur (Tasdemir vd., 2016). Metalik biyomalzemelerin elektro kaplama yöntemi ile HAp numunelerinin kaplanması, karakterizasyonu, modelleme ve yapay zekâ uygulamaları incelenmiştir (Coşkun vd., 2016). Al_2O_3 , ZrO_2 ve TiO_2 seramik katkılarının doğal hidroksiapatit yapay kemik tozunun sinterlenmesinin bu numunenin mekanik özellikleri üzerindeki etkileri araştırılmıştır (Ozden vd., 2012). Sol-jel üretim metoduyla elde edilen 316L paslanmaz çelik üzerine hidroksiapatit (HAp) yapay kemik tozu kaplaması yapılmış ve malzemenin korozyon özellikleri araştırılmıştır (Azem ve Funda, 2008). Hızlı implantasyon yöntemi ile uygulanan HAp numunesi ve titanyum plazma spreyl kaplı implantların histolojik, histomorfometrik ve klinik olarak kıyaslaması yapılmıştır (Karabuda vd., 1999). Metal katkılı yapay kemik tozlarındaki, çalışmalara baktığımızda ise Bizmut ve Stronsiyum ile katılanmış yapay kemik tozlarının yapısal, mekanik ve termal özellikleri araştırılmıştır (Ahmed vd., 2019). Farklı bir yöntemle Selenyum ve Stronsiyum elementlerini aynı anda birlikte katılarak yapay kemik tozlarının üretilmesi, yapısal ve biyouyumluluk özellikleri araştırılmıştır (Wei vd., 2019). AZ61 magnezyum temelli substratlar üzerinde yüksek hızda oksijen yakıtı ve alev püskürtme yöntemleri ile biriktirilen nanoyapılı yapay kemik tozu kaplamalarının mikroyapı ve korozyon davranışları üzerine karşılaştırmalı bir çalışma ortaya koyulmuştur (Mardali vd., 2019). Kemik dokusu mühendisliği için yapay kemik tozu/zein kompozitinin mekanik ve osteojenik farklılaşma performansı geliştirilmiştir (Lian vd., 2019). Sol-gel mikrodalga yardımcı yöntemiyle sentezlenen metal katkılı (Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn) kalsiyum hidroksiapatitin yapısal analizi gerçekleştirilmiştir (Robles-Águila vd., 2017). Hidroksiapatit yapay kemik tozları ile ilgili

heterojen katalizde sentez, yapı ve uygulamaları ile ilgili derleme bir çalışma yapılmıştır (Fihri vd., 2017). Soğurma çalışması olarak gerçek kemiğin yanı sıra yağ ve kas örneklerinin belirli gama enerjilerindeki soğurma katsayıları çalışıldığı görülmektedir (Akar vd., 2006). Bu çalışmada yapay kemik tozu ve katkılı yapay kemik tozunun kütle soğurma katsayısı çalışılmamış ve gerçek kemik için diğer soğurma parametreleri hesaplanmamıştır.

Üretilen yapay kemik tozlarının insanların kemik tedavilerinde kullanılması fikri akla bir takım soruları da beraberinde getirmektedir. Kemik hasarlarında kullanılacak element katkılı yapay kemik tozlarının insanların kemikle ilgili tedavilerinde kullanılacağı ve dolayısıyla bazı radyasyon ışınlarına maruz kalacağı (Röntgen filmi, magnetik rezonans MR çekirme gibi) düşünülmektedir. Bunlara ek olarak kemik kanseri ve kemiğe metastaz yapmış başka kanser tiplerinin tedavilerinde yüksek enerjili gama fotonları yayan kaynaklar kullanılmaktadır. Bu kaynaklar kullanıldığında metal katkılı ve katkısız yapay kemik tozlarının gerçek kemiğe göre ne kadar bir radyasyon soğurduğu bilgisi önem arz etmektedir. Zira gerçek kemikten daha fazla radyasyon soğurması istenilen bir durum değildir. Çok düşük radyasyon soğurması sebebiyle de görüntüleme tekniklerinde yeterince iyi görüntü elde edilemeyebilir. Kanser tedavilerinde ise bu durum hastaya daha fazla radyasyon verilmesine sebep olabilir ki bu da hasta sağlığı açısından istenilen bir durum değildir. Metastaz sonucu kemiğe sıçramış kanser tedavilerinde radyoaktif Samaryum-153 kullanılmaktadır. Samaryum-153 kemiğe ilgi duyan ona nüfuz eden bir yapıya sahiptir ve hidroksiapatit ile birlikte kemik döngüsündeki bölgelerde yoğunlaştığı bilinmektedir. Bu radyoaktif numunenin yayımladığı enerjilere bakıldığında 103-810 keV aralığında olduğu görülmektedir. Prostat kanserinin gerçek kemiğe metastaz yapması sonucu kemiğe uygulanmış ve tedavi edildiği belirlenmiştir (Sartor, 2004). Ancak metal katkılı yapay kemik tozlarında durum ortaya konulmamıştır. Bu bilinmezliklerin aşılması için öncelikle gama ışını kütle soğurma katsayılarının hesaplanması gereklidir. Geçmiş çalışmalara bakıldığında bu tür numunelerin çeşitli özellikleri ve farklı kullanım alanlarındaki yeri araştırılmış ancak ne kadar radyasyon soğurduğu bilgisi sorusuna cevap aranmamıştır. Bu çalışma ile bu eksikliği gidermek ve HAp tipi numunelerin gama ışınlarıyla atomik düzeydeki etkileşimlerini daha detaylı bir biçimde inceleme fırsatı da bulunmuş olacaktır.

Bu doktora tezi çalışması için demir (Fe), kobalt (Co), bakır (Cu) ve çinko (Zn) katkılı hidroksiapatit yapay kemik tozu numuneleri ıslak kimyasal yöntem kullanılarak farklı konsantrasyon değerlerinde metalin yapıya katkılanması suretiyle hazırlanmıştır. Bu metallerin çeşitli yapay kemik tozuna katkılama sebepleri vardır. Katkısız yapay kemik

tozunun magnetik özelliklerinin arttırmak için demir elementi yapıya katılanmıştır. Böylelikle bu iyileştirme medikal görüntüleme tekniklerinde iyi sonuç vermesini sağlayabilir. (Duguet vd., 2006; Gupta ve Gupta, 2005; Jain vd., 2008; Lu vd., 2007; Pankhurst vd., 2003; J. Wang vd., 2008). Ancak radyasyonu tutma durumu oldukça fazla olması durumu da akla gelmektedir. Kobalt elementinin katılanacak bir başka element olarak seçilme sebebi ise sert dokuların iyileştirilmesinde henüz değerlendirilmemiş olmasıdır. İkinci sebep ise diamagnetik saf hidroksiapatit numunesinin tersine manyetik alanda sonlu manyetik bir moment sağlar ve yıllardır cerrahi implant olarak uygulanan alaşım metalleri olarak da kullanılmıştır. (Patel vd., 2012). Bakır ve çinko metallerinin eklenmesinin sebebi ise metal katkısız yapay kemik tozuna kıyasla antibakteriyel özelliklerinin yüksek olmasından kaynaklanmaktadır (Chen vd., 2010; Ito vd., 2005; Moonga ve Dempster, 1995; Yamaguchi vd., 1987).

Bu çalışma mevcut numunelerinin gama ışınları yardımıyla kütle soğurma katsayılarının hesaplanmasını amaçlar. Metal katkılı HAp'ın kütle soğurma katsayılarını teorik olarak hesaplayabilmek için metal katkılı halin elementel içeriğinin bilinmesi zorunluluğu vardır. Ayrıca Ca/P oranını belirlerken kalsiyum ve fosfor elementlerinin konsantrasyonlarının belirlenmesi elzemdir. Bu amaca ulaşabilmek için çeşitli X- Işını Flüoresans (XRF) teknikleriyle numuneler elementel olarak incelenmiştir.

XRF spektrometresi (Enerji ve dalga dağılımı) biyolojik, çevresel veya endüstriyel örneklerin nitel ve nicel element analizi için yararlı bir araçtır. XRF'nin ppm düzeyinden yüzde ağırlık oranına; element aralığı olarak Sodyum (Na) 'dan Uranium'a (U) kadar geniş element analizlerinin yapılmasını mümkün kılması ayrıca hızlı ve numuneye zarar vermemesi bu tekniğin analiz için uygun bir teknik olduğunu göstermektedir (Apaydın vd., 2010).

Bu çalışmada element katkılı hidroksiapatit (HAp) nanoparçacıklı yapay kemik tozu numunelerinin kimyasal analizleri, harici X-ışını tüpü tabanlı, üç boyutlu ve çok fonksiyonlu bir enerji dağılımlı X-ışını floresan spektrometresi sistemiyle gerçekleştirilmiştir. Molar olarak Ca/P oranının yaklaşık 1,667 şeklinde ayarlanmasıyla üretilen numunelerin XRF spektrumları nicel olarak Axil Dos sistemli ve WinAxill paket programı kullanılmak suretiyle analiz edilerek bu kritik oran doğrulanmıştır. Bunun için AGH Bilim ve Teknoloji Üniversitesi'nde (Krakow, Polonya) mevcut olan molibden hedefli harici X-ışını tüplü EDXRF tekniği kullanılmıştır. Bu sistemde birincil hedef olarak da molibden kullanılmıştır. Bu sistem kullanılırken standart metot sayesinde Ca, P, Fe, Co, Cu ve Zn elementlerinin

nicel olarak belirlenmesi gerçekleştirilmiştir. Elementler, analiz edilmeye çalışılırken analiz için olmazsa olmaz iki şart olan;

- Tekrarlanabilirlik
- Tekrar üretilebilme

ilkeleri de ayrıca göz önünde bulundurulmuştur.

Tekrarlanabilirlik aynı kullanıcı tarafından aynı laboratuvarında aynı test yöntemi ile aynı XRF tekniği ile kısa bir süre içerisinde belirlenen bir element konsantrasyonunun standart sapması olarak anlaşılır. Örneğin tek bir numune pellet olarak varsa bunu birden fazla ölçtüğünüzde sistemin tekrarlanabilirliğini elde etmiş olursunuz. Bu hata bilindik bir numune ile belirlenmelidir. Bu hata numune hazırlama hatasından daha düşüktür ve XRF tekniği için ölçüm hatasına denk gelmektedir. Eğer pellet olarak bir numuneyi birden fazla olacak şekilde hazırlayıp bu numuneleri ölçerseniz numune hazırlamanın ve XRF metodunun tekrarlanabilirliğini elde etmiş olursunuz. Numune hazırlamadaki hata genellikle ölçüm hatasından daha büyük olduğundan onun tekrarlanabilirliği numune hazırlama metodunun kalitesini işaret etmektedir.

Tekrar üretilebilme aynı analitik ilke ile fakat değiştirilmiş bazı durumlar altında (örneğin farklı XRF cihazları ile farklı kullanıcılar tarafından farklı laboratuvarlarda) belirlenen bir element konsantrasyonunun standart sapması olarak anlaşılır. Bu, mümkün olduğunca özdeş ve homojen olan bir numunenin değişik laboratuvarlara gönderildiği ve belirtilen test yöntemi ile analiz edildiği yeterlilik testleri için geçerlidir. Aynı, art arda yeni hazırlanmış bir numunenin bir element konsantrasyonunun standart sapması aynı laboratuvarında bir yıl içerisinde belirlenirse laboratuvar tekrar üretilebilme olarak bilinir. (Rainer Schramm, 2012).

Yani tek bir numune ve tek tip XRF sistemi ile analiz yapmak pek de sağlıklı görünmemektedir. Aynı numuneden üçer tane pellet formda hazırlanıp bir XRF tekniği kullanılarak analiz yapıldıktan sonra yine aynı numuneyi aynı formda ayarlayıp bir diğer XRF tekniği ile analiz etmek elementel analiz açısından daha sağlıklı sonuçlar ortaya koyacaktır. Böylelikle analiz sonuçlarının güvenilirliği sağlanmış olacak ve soğurma parametrelerinin hesaplanmasında ve yorumlanmasında elde edilen analiz sonuçlarının güvenilir olduğu ortaya konulmuş olacaktır.

Üretilen metal katkı HAp numunelerinin kimyasal karakterizasyonu EDX-SEM sistemleriyle gerçekleştirilmiş daha sonra ise molibden (Mo) hedefli harici X-ışını tüplü molibden (Mo) birincil hedefli EDXRF sistemi ile yapılmıştır. Bu analizler sonucunda elde

edilen verilerle HAp numuneleri ile sığır kemiği numunelerinin X-ışını soğurma katsayıları hesaplanmıştır. Bu çalışmada biyomedikal uygulamalar için incelenen numunelerden ne kadar radyasyon soğurduğu bilgisi ortaya konulmuştur.

Elementel analiz yapılırken;

- Ca/P oranının 1,667 olup olmadığını test etmek
- Katkılanan metal konsantrasyonların ne kadar yapıya girdiğini belirlemek

Amaçları edinilmiştir. Elde edilecek karışım formülü sayesinde teorik olarak kütle soğurma katsayıları hesaplanmıştır.

HAp numunelerinin en önemli karakteristik özelliklerinden birisi olan Ca/P oranının yaklaşık 1,667 olmasıdır. İkinci husus ise yapıya eklenen elementlerin istenilen atomik konsantrasyonda olup olmadığı bilgisidir. Zira istenilen düzeyde katkılama olmamışsa bu katkı oranları sağlanana dek numune üretim süreçlerinin tekrarlanması gerekmektedir.

Analiz sonuçlarından elde edilen veriler ışığında her bir numune için % konsantrasyon değerleri elde edildi. Daha sonra ise belirli değerlerde saf kemik tozuna demir (Fe), kobalt (Co), bakır (Cu) ve çinko (Zn) metallerinin katkılanması suretiyle elde edilen numunelerle katkısız yapay kemik tozu ve gerçek kemiğin kütle soğurma katsayıları gama ışınları yardımıyla hesaplandı.

1.1.2. Gerçek Kemik ve Özellikleri

Kemik, kan desteğini alan ve çeşitli hücrelerden oluşan canlı bir yapıdır. Canlı hayatı boyunca hiç yara izi bırakmaması ve kendini yenileme gibi önemli bir özelliğinin bulunması bu yapının dinamikliğini göstermektedir. Vücutta mekanik bakımdan sağladığı dayanımın yanı sıra kalsiyum ve fosforca zengin olan mineral deposudur. Kemikler canlı varlıkların iskelet sistemini oluşturmakla beraber kolajen ana faz içerisinde HAp kristalleriyle desteklenmiş doğal kompozit bir yapıya sahiptir. Canlının cinsine, yaşına ve cinsiyetine göre değişmekle beraber, kemik ağırlıkça yaklaşık olarak %20 oranında organik matristir (%90 kolajen ve %10 yağlar, proteinler, polisakkaritler); kemiğin %70'i mineral ve %10'u sudan oluşmaktadır. Kemiğin mineral kısmının ana yapısı kalsiyum, fosfor ve oksijen atomları ile oluşmaktadır. Öte yandan mikroyapısal özelliğindeki çeşitlilik ise Na^+ , Mg^{+2} , K^+ , $(\text{CO}_3)^{-2}$, F^- , Cl^- ve H_2O bileşik ve elementlerinden kaynaklanmaktadır. Kemikteki mineral, temel olarak hidroksiapatit (HAp) olarak adlandırılan yapay kemik tozunun kristal yapısına benzeyen bir çeşit kalsiyum ve fosfat apatitidir. Kemiğin ana bileşen olarak kollojenden

oluşan organik kısmı yumuşak bir yapıya sahiptir. Ancak kemiğe sertlik özelliğini veren bileşen hidroksiapatittir. Aşağıdaki tabloda kemiğin kimyasal bileşimi yer almaktadır (Hench ve Wilson, 1993; İpekoğlu vd., 2004).

Tablo 1. Kemiğe Ait Kimyasal Bileşim

Bileşim	Ağırlıkça % Miktarı
Kalsiyum	34,8
Fosfor	15,2
Ca/P mol oranı	1,71
Sodyum	0,9
Potasyum	0,03
Karbonat	7,4
Flor	0,03
Klor	0,13
Pirofosfat	0,07
Toplam inorganik Mineraller	65
Toplam organikler	25
Su	10

1.1.3.Biyomalzemeler

Son dönemlerdeki teknolojik gelişmeler, tıp alanındaki yatırımların neticesinde araştırmaların etkinliğini olumlu yönde etkilemiştir. Teknolojinin uygulamalı tıbbı aktarımı sayesinde başlayan gelişmeler ve uygulamalar, biyomedikal alanında da pek çok yeniliğe sebebiyet vermiş ve mühendislik çalışmalarının da desteği neticesinde tıpta kullanımı yaygın ve uygun olan biyomalzemeler geliştirilmiştir. Genel bir ifadeyle tanımlamaya çalışırsak biyomalzemeler canlı vücudunun eksiklerini gidermek maksadıyla biyolojik sistemlerle etkileşime girmesi amaçlanan vücutla iyi bir uyum gösterebilen doğal kaynaklı veya özel olarak laboratuvarlarda ortaya çıkarılan metal, plastik, çelik, seramik gibi malzemelerdir (Williams, 1987). Yukarıda anılan amaçlarla, hatırı sayılır oranda gelişmelerin görüldüğü biyomalzeme alanında, vücudun hasarlı, hastalıklı veya kullanılamaz durumundaki

bölümleri için özellikle tasarlanmış, canlı biyolojik organizmalarla etkileşime geçtiğinde uyum içinde işlev görecektir ve herhangi bir yan etki göstermeyecek yeni malzemelerin geliştirilmesi için gayret sarfedilmektedir. Bu alandaki gelişmelere örnek verilecek olunursa;

- Yapay eklem bağlantılarında genel enfeksiyonların ortadan kaldırılmasına yönelik yapılan mücadelede kullanılacak kaplamaların iyileştirilmesi,
- Doku ve organların yeniden oluşturulmasında iskelet yapısını oluşturacak malzemelerin tercih edilmesi gösterilebilir (Hench ve Wilson, 1993).

Biyomedikal uygulamaların temeli travmaya uğramış, hastalıklı veya normal fonksiyonlarını yerine getiremeyen vücut organ ve dokularının iyileştirilmesi veya aynı fonksiyonu yerine getirebilecek şekilde tasarlanan yapay bir sistemle (implant, protez) değiştirilmesine dayanmaktadır. Dolayısıyla, cerrahi işlemden sonra yerleştirilen biyomalzeme, istenilen işlevi yapabilecek şekilde mümkünse hastanın hayatı boyunca güvenli bir şekilde vücutta işlevini yerine getirmelidir. Bu yapay malzemeler; kalp pili gibi vücuda yerleştirilebilen elektronik sistemler olabildiği gibi eklem protezleri, suni kan damarları, diş implantları, kalp kapakçıkları, yumuşak dokular, göz içi lensler gibi uygulamalar da olabilmektedir. Bazı durumlarda geçici olarak vücut içerisine konulan biyosistemler hasarlı dokulara destek olmak amacıyla kullanılmaktadırlar. Bunlara; kemik vida ve plakaları, fiksatörler, yumuşak dokuları birleştirmede kullanılan ipler vb. örnek olarak gösterilebilir (Pasinli, 2004).

Çeşitli uygulama alanlarında yeri olan bu sistemler, canlı vücudunun gösterdiği değişken özelliklerin olduğu durumlarda kullanıldıklarından bu sistemlerin etkin olmaları için üretim aşamalarında çeşitli özelliğe ve fonksiyona sahip malzemelere gereksinim duyulmaktadır. Biyomalzemelerden beklenen temel özellikler;

- Zehirli ve kanser yapıcı özelliği olmamalı,
- Mekanik açıdan yeterli dayanıklılığa sahip olmalı,
- Vücutta oluşması normal olan tepkimeler dışında herhangi bir tepkimeye sebep olmamalı,
- Aşınmaya uğramamalı,
- Zamanla çözünmesi arzu ediliyorsa çözünme hızı kontrol altına alınabilmelidir (Williams, 1987).

Yani kısaca genel manada bir biyomalzeme, biyoyumlu olması, zehirli olmaması, biyobozunur ise biyobozunma ürünlerinin zehirli etkiler göstermemesi, gerekli fiziki özelliklere sahip olması (mekanik dayanım, ıslanabilirlik, yoğunluk, vb.) gerekir.

1.1.4.Hidroksiapatit Yapay Kemik Tozu

Hidroksiapatit kemik ve diş tedavilerinde kullanılan biyomalzemedir. Kemik ve diş minesinde olduğu gibi bir organizmanın dokularının çoğu hiyerarşik yapıya sahiptir. Bu hiyerarşik yapı kemiğin mekaniksel özelliklerini önemli ölçüde belirler. Hidroksiapatit (HAp) nano ölçekli olması dolayısıyla bu hiyerarşinin en alt seviyesini oluşturur. HAp, diş minesinde ve insan kemiğinde doğal olarak bulunan inorganik bir bileşiktir (Dubey ve Tomar, 2009). (HAp) öncelikle kalsiyum ve fosforun sitokiyemetrik olarak 1,667 olduğu bir bileşiktir (Dorozhkin, 2007; J. Y. Kim vd., 2000; Rangavittal vd., 2000).

(HAp) onun mükemmel biyolojik uyumluluğu (Vamze vd., 2015) sebebiyle kemik dolgu malzemesi (Wong vd., 2004), yapı iskelesi (Nie vd., 2015) ve metal kaplama malzemesi olarak (Sun vd., 2009) kullanılmaktadır. Üstelik HAp'ın kemiğe bağlanma özelliğinden dolayı biyomedikal uygulamalarda; yaygın olarak metal kaplamada kullanılmasını sağlamaktadır (Akazawa ve Ueno, 2015; Duraccio vd., 2015; Razavi vd., 2015). Metalik alt tabaka, tasarlanan mekanik özellikleri sağladığından dolayı yeni kemik büyümesi için oste iletken bir yüzey elde etmek amacıyla (HAp) numunesini kullanırlar. Bu numune metal implantın hareketsizleştirilmesi ve yükün iskelete aktarılarak, kemik atrofisi probleminin üstesinden gelmeye de yardımcı olur (Itokazu vd., 1998; Kehoe ve Stokes, 2011; Liu vd., 2005; Minguez vd., 1990). Dayanıklılık, eğilme direnci, kırılma tokluğu ve aşınma direnci gibi, yük taşıyıcı olmayan uygulamalar (diş kökü ikame maddeleri, kistik kaviteler, periodontal ceplerin doldurulması ve omurga füzyonları vs.) için bile yeterli mekanik özellikler güncelliğini korumaktadır.

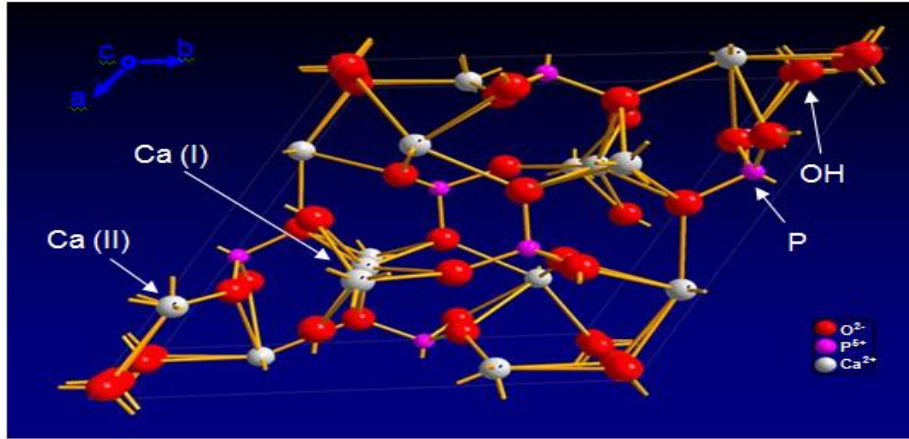
1.1.5.Hidroksiapatit Yapay Kemik Tozunun Yapısı ve Özellikleri

Bir çeşit apatitik mineral olarak tanınan hidroksiapatit, kemiğin temel kalsiyum fosfor (CaP) bileşenidir. İnsan vücudunda yer alan kemik ve diş gibi sert dokuların temel inorganik yapıtaşı olarak bilinmektedir (Suzuki vd., 1984). Hidroksiapatinin fizikokimyasal, mekanik ve biyolojik özellikleri aşağıdaki Tablo 2'de ifade edilmektedir (Murugan ve Ramakrishna, 2005).

Tablo 2. Hidroksiapatitin fizikokimyasal, mekanik ve biyolojik özellikleri

Özellik	Değer
Molekül formülü	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ veya $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$
Ca/P oranı	1.667
Kristal Yapısı	Hekzagonal
Bozunma Sıcaklığı	>1000 °C
Biyoaktiflik	
Biyoyumluluk	Yüksek
Hücresel uygunluk	
Kemik iletkenliği	
Biyobozunma	Düşük

Hidroksiapatit temel olarak kalsiyum ve fosfor elementlerinden oluşmuş bir bileşiktir. Moleküler yapısı aşağıdaki Şekil 1’de gösterilmektedir (OH⁻ iyonları bağlı).



Şekil 1. Hidroksiapatit Numunesinin Moleküler Yapısı (Rivera-Muñoz, 2011)

Açık formülü ise $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$ şeklindedir. Onlarca çeşit apatitik yapısı memeli kemiğinde bulunmasıyla önem arz etmektedir. Karakteristik özelliği ise yaklaşık olarak

içerdiği kalsiyum elementinin fosfor elementine molar olarak oranının 1,667'e yakın olmasıdır.

1.1.6. Islak Kimyasal Çökeltme Metodu

Islak kimyasal çöktürme, kalsiyum içeren 1M'lık bir çözelti ile fosfat içeren 0,6M'lık bir çözelti hazırlanır. Sonra yeterli OH iyonu bağlayabilmek için NaOH kullanılarak çözeltinin sahip olduğu pH değeri artırılır. Hazırlanan bu iki çözelti birbirine yavaşça karıştırılır. Aşağıdaki reaksiyon ile bu iki bileşen iyonik düzeyde birleşerek hidroksiapatit numunesinin çökmesi gerçekleşir.



İyon eklemeye ise 1M'lık kalsiyum nitrat yerine, kalsiyum ve numuneye eklenecek iyonun toplamda 1 mol olacağı şekilde bir çözelti hazırlanır. Örneğin atomik yüzde olarak %2 bakır katkılanacaksa 1 litre çözelti için 0,98 mol kalsiyum nitrat ve 0,02mol bakır nitrat konularak bir çözelti hazırlanır ve yukardaki temel işlem gibi pH değeri 10'a ayarlanır. Ardından fosfatlı çözelti metal içeren çözeltiye eklenerek çöktürme işlemi gerçekleştirilir. Çöktürme esnasında manyetik karıştırma işlemi yarım saat süreyle ve daha sonra ultrasonik karıştırma bir saat süreyle uygulanır. Bu işlemlerin sonunda çözünmez bir çökelti elde edilerek hidroksiapatit yapay kemik tozları elde edilmiş olunur.

Bu metod dâhil olmak üzere yaygın yöntemler (Saeri vd., 2003; Wojasinski vd., 2015), hidrotermal (Asl vd., 2015; Suchanek vd., 2015), hidroliz (Mechay vd., 2012; M. C. Wang vd., 2015), mekanokimyasal (Adzila vd., 2013; Zakeri vd., 2013), sol-jel (Malakauskaite-Petruleviciene vd., 2015; S. Singh vd., 2015), ve elektrokimyasal yöntemleridir (Coskun vd., 2014; Lin vd., 2011). Bu yöntemler Nano-hidroksiapatit tozu üretmek için kullanılmıştır. Islak kimyasal çöktürme yöntemi, gerçekleştirme kolaylığı, düşük maliyet ve parçacık büyüklüğü dağılımındaki homojen olması nedeniyle umut verici görünmektedir. Son yıllardaki araştırmalar, bir sentez işlemine katılan çözeltideki kimyasal türlerin reaktivitesinin ıslak kimyasal çöktürme çözeltisinin ultrasonik çalkalama ile uyarıldığını gösterdi (Koksal vd., 2018). Bu tür bir çalkalama, sıvı ve katı reaktifler arasındaki heterojen reaksiyonları, aynı anda ortaya çıkan mikro kabarcıkların oluşması, büyümesi ve çöküşü olarak karakterize edilebilen kavitasyon adı verilen bir kavram ile etkin bir şekilde hızlandırabilir (W. Kim ve Saito, 2001). Kavitasyon, bu tür şiddetli ışınlama işlemi ile

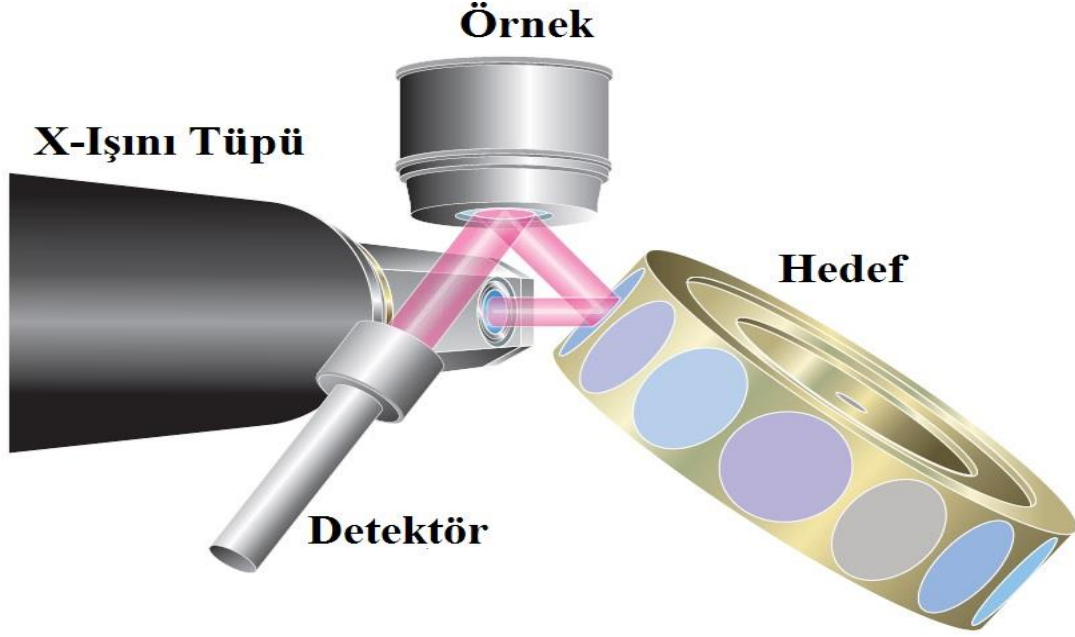
uyarılabilir ve parçacık boyutunu ve ürünün yüzey aktivasyonunu azaltan katıların çözünmesi-çökmesine neden olur (Barbosa vd., 2013; de Campos vd., 2007; Gedanken, 2004).

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

X-ışını floresans spektroskopisi (XRF), atom numarası $Z > 4$ olan elementlerin nitel ve nicel miktarını milyonda bir (ppm) oranında hassasiyetle belirlemede kullanılan tahribatsız analitik metotlardan biridir. XRF metodunun en önemli avantajları; geniş dinamik aralık (ppm' den %' ye), yüksek hassasiyet (0,1%) ve numune hazırlamak için çok az miktarda örnek gerektirmesidir. XRF ilk olarak jeolojide demirli ve demirsiz alaşımlar, yağlar, maden cevheri, mineraller gibi örneklerin rutin analiz çalışmalarında tercih edilen bir yöntemdi (Van Espen ve Lemberge, 2000). Zaman içerisinde analitik laboratuvarlarında ED-XRF spektrometreleri yaygın olarak kullanıldığı görülmektedir. Bunun anlamı günümüzde alışılmış uygulamalar olarak bilinen AAS ve ICP' nin yerini ED-XRF' nin almasıdır. Hem endüstride hem de bilim dallarında ED-XRF' nin kullanımı düşüncesinin mevcut olduğu söylenebilmektedir (R Schramm, 2000).

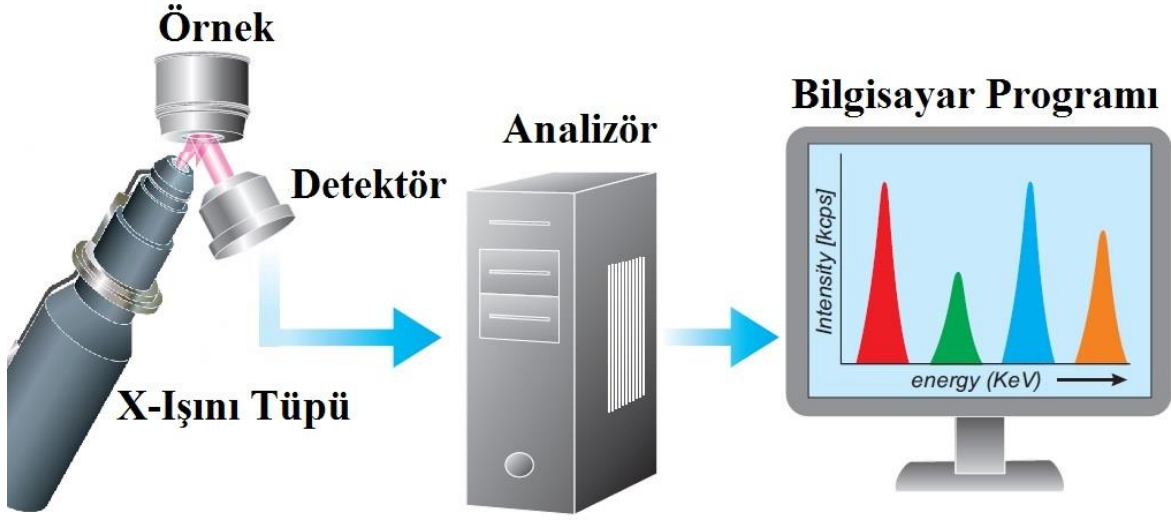
Oda sıcaklıklarında radyasyonun tespiti için sayısız katı malzeme mevcuttur. Bu sıcaklıklarda detektörün zayıf akımından ileri gelen gürültü seviyesi yüzünden, kullanılan malzeme geniş enerji aralıklığına sahip olmalıdır. Ayrıca bu malzemelerin yük transfer özellikleri de yüksek olmalıdır. Bu malzemeler arasında ilk ve yaygın olarak kullanılanları Galyum arsenik (GaAs), Kadmiyum tellür (CdTe) ve Civa iyodür (HgI_2)'dür. Bunlar içerisinde HgI_2 detektörleri, ED-XRF cihazlarında kullanımı ve ticari şeklinin olması sebebiyle en uygun olanıdır. CdTe detektörleri yüksek durdurucu gücü sebebiyle oda sıcaklıklarında gama spektroskopisinde kullanılır. Bu detektörlerde son yıllarda enerji rezolüsyonundaki iyileşme sebebiyle ED-XRF için tercih edilmeye başlamıştır. GaAs detektörleri 1973'lerden sonra pek fazla gelişim gösterememişlerdir. ED-XRF spektroskopisindeki gelişmenin en önemli kısmı, 1970' lerin başında lityum sürüklenmiş silikon detektörlerin (Si(Li)) gelişimiyle başlamıştır. Daha önceleri ED-XRF cihazlar yalnızca sınırlı rezolüsyonlara sahip gaz ayrımlı veya sintilasyon sayaçlarından oluşurdu. Bu yüzden bu detektörler yalnızca üst üste binmiş iki veya üç elementin karakteristik sinyallerini tespit edebilirlerdi. Fakat katı hal yarıiletken detektörleri ise çok daha iyi enerji çözünürlüğü gösterebilirlerdi. Sintilasyon ve gaz ayrımlı sayaçlarla karşılaştırıldığında üst

üste binmiş pikleri ayırmada katı hal detektörlerinde daha az problemlerle karşılaşıldı. Yine de analitik sonuçların kesinliği için üst üste binmiş piklerin çözümleme çalışmaları hala devam etmektedir. X-ışını tüpü tabanlı tipik bir ED-XRF sisteminin şematik olarak gösterimi Şekil 2’de verilmektedir.



Şekil 2. EDXRF Şeması (Rainer Schramm, 2012)

Günümüzde ED-XRF cihazlarını temel alan birçok laboratuvarlarda katı hal detektör tipi olarak LN₂, elektrik soğutmalı (peltier etkili) SSD detektör, Si(Li) veya yüksek saflıkta HPGe detektörleri tercih edilmektedir. Genel olarak ED-XRF spektrometreleri; X-ışını kaynağı (X-ışını tüpü veya radyoaktif kaynak) Katı hal detektörü (SSD elektrik soğutmalı, Si(Li), HpGe, Ge(Li), vb.) destekleyici elektronik kısım (PV, Amplifer , PC vb.) olmak üzere temel üç kısımdan meydana gelmektedir. ED-XRF sisteminin bileşenleri Şekil 3’de şematik olarak gösterilmektedir.



Şekil 3. ED-XRF sisteminin bölümleri (Brouwer, 2006)

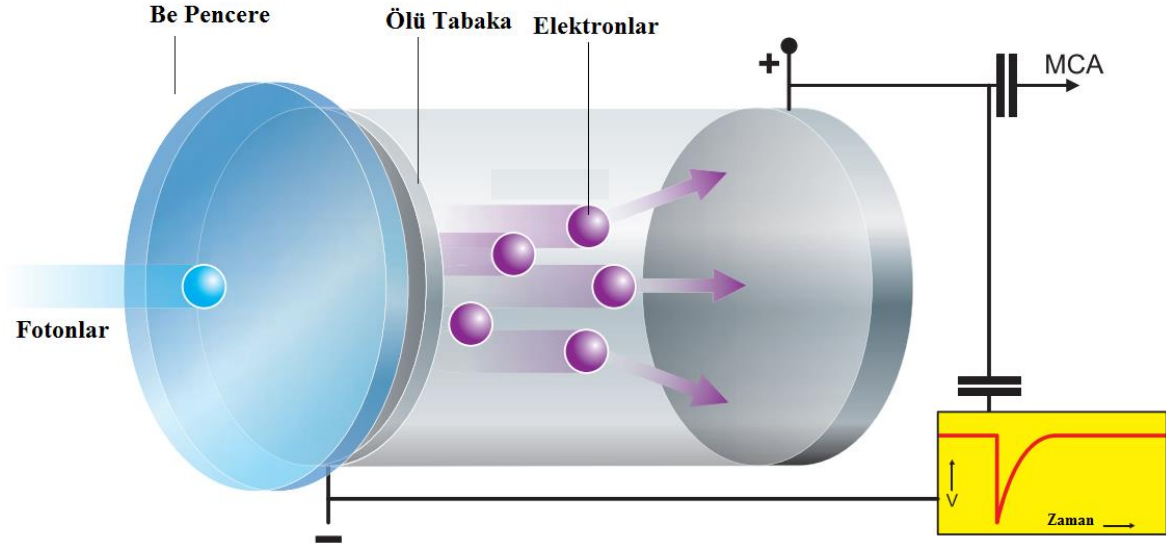
X-ışını tüpünden veya bir radyoaktif kaynaktan bir X-ışını fotonu numuneye çarptığı zaman, X ışını ya atom tarafından soğrulur ya da numune içinde saçılır. Bir X-ışını atom tarafından soğurulması sonucunda tüm enerjisini en içteki elektrona verir ve bu olay “Fotoelektrik etki” olarak adlandırılır. Bu süreçte X-ışının enerjisi yeterli ise elektronu iç kabuklardan söker ve boşluklar oluşturur. Bu boşluklar atomda kararsız bir durum meydana getirir. Atom tekrar kararlı hale dönebilmesi için dış kabuklardan iç kabuklara elektron transfer eder. Elektronun transferi sırasında kabukların bağlanma enerjilerinin arasındaki fark kadar bir enerjide karakteristik X ışınları yayımlanır. Yayımlanmış X-ışınlarının üretimine “X-ışını floresans” veya kısaca XRF adı verilir. X-ışınları yardımıyla yapılan analiz işlemi X-ışını floresans analizi olarak adlandırılır. Analiz işlemlerinde genellikle en içteki K ve L kabukları dikkate alınır. XRF alanındaki analiz çalışmalarının büyük bir bölümünde 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 ilişkilendirilir (Brundle vd., 1992).

1.2. Dedektörler

Nükleer radyasyonu belirleyebilmek için kullanılan tüm dedektörler benzer çalışma özelliklerine sahiptirler. Radyasyon dedektör yüzeyine gelir, dedektörün olduğu malzemenin atomlarıyla etkileşir, enerjisinin bir bölümünü veya hepsini kaybeder ve atom yörüngelerinden elektronların ayrılmasına sebep olur. Bu elektronlar toplanır ve analiz için elektronik devre yardımıyla ya akım pulsu ya da voltaj biçimine dönüştürülür. Dedektör kristalinin seçimi ölçülecek radyasyonun cinsine göre değişmektedir. Gama ışınlarının belirlenmesinde yaygın olarak kullanılan dedektörler, yarıiletken ve sintilasyon sayaçlarıdır. Bu dedektörlerin çalışma prensibi, gama ışınlarının kullanılan malzeme içerisinde iyonlaşarak enerji kaybetmesi ilkesine dayanır.

1.2.1.Yarıiletken Dedektörler

Yarı iletken dedektörler, negatif yük (elektron) veya pozitif yük (boşluk) taşıyıcıları fazla olan n ve p tipi malzemeler temas ettirilerek yapılır. Geri besleme voltajı altında dedektörde, elektron ve boşluk arınmış hassas bir bölge meydana getirir. Dedektör veriminin yüksek olabilmesi için derin bir hassas bölge, derin hassas bölge oluşturmak için de oldukça saf maddeye ihtiyaç vardır. Bir foton, eklem içinden geçtikçe, bir elektron valans bandından iletim bandına iletilir ve elektron-boşluk çifti oluşturulur. İçerideki elektrik alan, elektronları eklem pozitif tarafa sürüklerken boşlukları da negatif tarafa doğru sürükler. Bu da bir sayıcı ile sayılabilen bir puls oluşturur. Yarıiletken materyaller (özellikle yasak enerji aralığı 1 ile 5 eV olan tek kristaller) dedektör yapımında kullanışlıdır. Yarıiletken materyaller içerisinde en çok kullanılan yarı iletkenler IV A grubu elementleri olan Silisyum ve Germanyum'dur. Yarıiletken dedektörlerin basit şematik gösterimi Şekil 4'de verilmiştir.



Şekil 4. Katıhal Detektörün Temel Tasarımı (Brouwer, 2006)

1.2.1.1. Si(Li) Yarıiletken Detektörler

Bir yarıiletken olan Si(Li) detektörü p ve n tipi bölge arasında tek kristal yarıiletken silisyumdan oluşmaktadır. Bu yapının tipik bir özelliği ise yalnızca tek bir yönde akım geçiren bir diyot özelliği taşımasıdır. Bu dedektör tipi yüksek duyarlılığa sahip bir intiristik bölgeyi de içermektedir. Ölü tabaka olarak da adlandırılan ve dedeksiyon işlemine hiç bir katkısı olmayan p tipi tabakası aktif değildir. Detektörün alanı ve kalınlığı onun en önemli iki özelliğini temsil etmektedir. Dedektör alanı arttıkça ve pikleri ayırma gücü azaldıkça artan geometrik verimlilik fotonları saymada önemli bir geometrik özellik olarak karşımıza çıkmaktadır. Bu tip katıhal dedektörlerinin kristallerinin ömürlerinin kısa olmaması, daha temiz spektrumlar elde edebilmek ve gürültüyü azaltabilmek için mutlaka sıfırın altında 196 °C sıcaklığında yani 77 K sıcaklığında sıvı azot yardımıyla tutulmalıdır. Bu soğutmayı yapabilmek için dedektör 30 lt devar diye adlandırılan bir kabın içinde tutulur. Ayrıca dış etkenlerden gelebilecek kirliliği önlemek için çok ince bir kalınlığa sahip berilyum pencere ile korunmuştur. Detektörün pikleri ayırma gücü olarak ifade edilen rezülasyon pikin yarı maksimumdaki tam genişliğiyle ve belirlenen fotonun enerjisinin bir fonksiyonu olarak tanımlanabilir. Enerji rezülasyonu birbirinden bağımsız iki faktörün fonksiyonudur. Bunlardan birisi detektörün enerji rezülasyonu, diğeri ise detektör gürültüsü ve yükseltici

sistemine bağılı faktörlerdir. Katı hal dedektörlerinde, dedektör içinde piklerin sayımlarını arttıracak bir devre elemanı olmadığından düşük gürültüye sahip ve yüksek kazançlı ön yükselticilere ihtiyaç duyulmaktadır. Gürültü seviyesini azaltmak için dedektör sıvı azot sıcaklığında tutulmalıdır. Dedektörden yüksek kazanç elde edebilmenin yolu alan etkili transistör (FET) kullanmaktan geçmektedir.

1.2.1.2. Ultra LEGe Dedektörleri

Ultra-Low Energy Germanyum (Ultra LEGe) yarıiletken dedektörü yaklaşık olarak 200 eV ile 600 keV enerjili fotonları belirlemede kullanılmaktadır. Yarıiletken dedektörlerin tipik özelliklerinden olan alan ve kalınlık bu dedektörde de kendini göstermektedir. Bu tip dedektörler Si(Li) gibi yarı iletken dedektörlerle

- Sıvı azot sıcaklığında tutma
- Berilyum pencereye sahip olma gibi özellikleri açısından aynı özelliklere sahiptirler.

Ultra-LEGe dedektörüne yaklaşık olarak 500 voltluk ters besleme gerilimi uygulanır. Deney sisteminde kullanılan elektronik düzenek aracılığıyla potansiyel pulsu, puls yükseklik analizöründe enerjisine karşılık gelen kanala yerleştirilir. Dedektör sıvı azot kabının içinde bulunan vakum odasına yerleştirilmiştir. Böylelikle dedektörün hassas olan yüzeyi nemden ve diğer kirlenici etmenlerden korunmuş olunur (Debertin ve Helmer, 1988).

1.2.1.3. Yüksek Saflıklı (HPGe) Detektörler

Yarı iletken diyotlar halinde imal edilen yüksek saflıkta germanyum malzemesi, bir dizi kristal şekli ve geometrisi kullanılarak hem yüklü parçacık hem de foton tespitinde kullanılmıştır. Yüksek saflıkta germanyumun başlıca kullanımı, özel olarak geliştirilmiş olan gama ışını spektroskopisinde yer almaktadır. İyonize edici nükleer radyasyon dedektörleri için temel bir nokta, radyasyonun emildiği ve tespit edildiği etkinliktir. Gama ışınları çok nüfuz eder ve bu nedenle dedektör kalınlığı ve bileşimi kritik konulardır. Bir yarı iletken diyot dedektöründe aktif kalınlık tükenme derinliğidir. Gama soğurmalarında yer alan fotoelektrik soğurma, kompton saçılması ve çift oluşum gibi olaylar atom numarası arttıkça daha etkindir. Böylelikle germanyum, silikon elementine göre önemli ölçüde daha soğurucu bir özellik göstermektedir, fakat yüksek atom numaralı sintilasyon dedektörleri ve bileşik

yarıiletken detektörlerine göre daha az verimlidir. Yine de soğurulan gama ışınlarının enerji çözünürlüğü için gama detektörleri pratik araçlar arasında benzersizdir. Yarı maksimum genişlikte 2 keV'den düşük olan pik ayırma özelliği (rezülasyon) 1.33 MeV enerjili gama ışınları için tipiktir. Enerji çözünürlüğü en önemli nokta olarak göz önüne alındığında tek konu olarak kullanılan germanyum dedektörlerinin elektrot düzenlenmesi ve ölçüsü önemlidir. Gerek kaçak akımı azaltmak gerekse gürültüleri en aza indirmek için bu detektör tipleri de sıvı azot sıcaklığında tutulmalıdır. Bu özellik bu tip dedektörlerin başlıca sınırlılıklarındandır. Bu özelliklerine ek olarak germanyum detektörleri çeşitli avantajlara sahiptir (diğer yarıiletken detektör tiplerinde olduğu gibi).

- Hızlı cevap süresi
- Küçük alan
- Magnetik alana bağıl hassassızlık

Soğutma zorunluluğunun haricinde de bir takım dezavantajları vardır.

- Radyasyon etkisine hassastır (tüm yarıiletken detektör tiplerinde olduğu gibi)
- Yüksek enerjili gama ışınlarında verimlilik düşüktür
- Germanyum detektörlerinin performansları malzeme teknolojileri ile her zaman sınırlandırılmaktadır (Darken ve Cox, 1995).

1.3. Radyoizotop Uyarıcı Kaynaklar

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

- Radyoaktif bozunma ve yayımlanan radyasyonun tipi, (α , β , γ yayımlama, K veya L elektronu yakalama)
- Yayımlanan radyasyonun enerjisi,
- Kaynak aktivitesi,
- Kaynağın yarı-ömrü,

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 yayımlanır. Tablo 3’de bozunma sonucu yayımlanan radyasyon tipleri ve özellikleri verilmiştir.

Radyoizotopların aktivitesi, radyoaktif atomların bozunması (parçalanması) ile orantılıdır. Bir kaynağın aktivitesi, saniyedeki bozunma sayısı olarak tanımlanır ve bu Bekerele olarak da isimlendirilir. Bekerele (Bq) yerine SI birim sisteminde Curie (Ci) kullanılır (1 Ci= $3,7 \cdot 10^{10}$ Bq).

Tablo 3. Radyasyon tip ve özellikleri

Radyasyon Tipleri	Özellikleri
Gamma ışıması	Atom çekirdeğindeki fotonlar tarafından yayılan elektromagnetik dalgalaradır.
Beta ışıması	Atom çekirdeğinden yayılan ve elektron olarak da adlandırılan çok yüksek hızlı taneciklerdir.
Alfa ışıması	Atom çekirdeğinden yayılır, iki proton ve iki nötron içermektedir. En iyi örnek elektronsuz Helyum atomu verilebilir.
Nötronlar	Atomun çekirdeğinden kollüzyon ve fisyon tepkimeleri sonucunda yayılan yüksüz taneciklerdir.
X-ışınları	Elektronların enerji seviyelerindeki değişimden yayımlanan elektromagnetik dalgalaradır. Atom çekirdeğinden yayılmazlar.

Yayımlanan ışımların sayısı zamanla azalır. Bir radyoizotop atomun t süre sonundaki bozunanlarının sayısı;

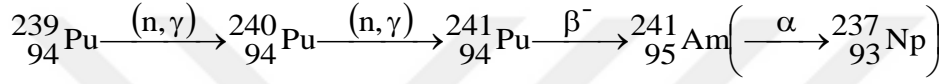
$$N = N_0 e^{-0.693t/T_{1/2}}$$

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 uluslararası 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.

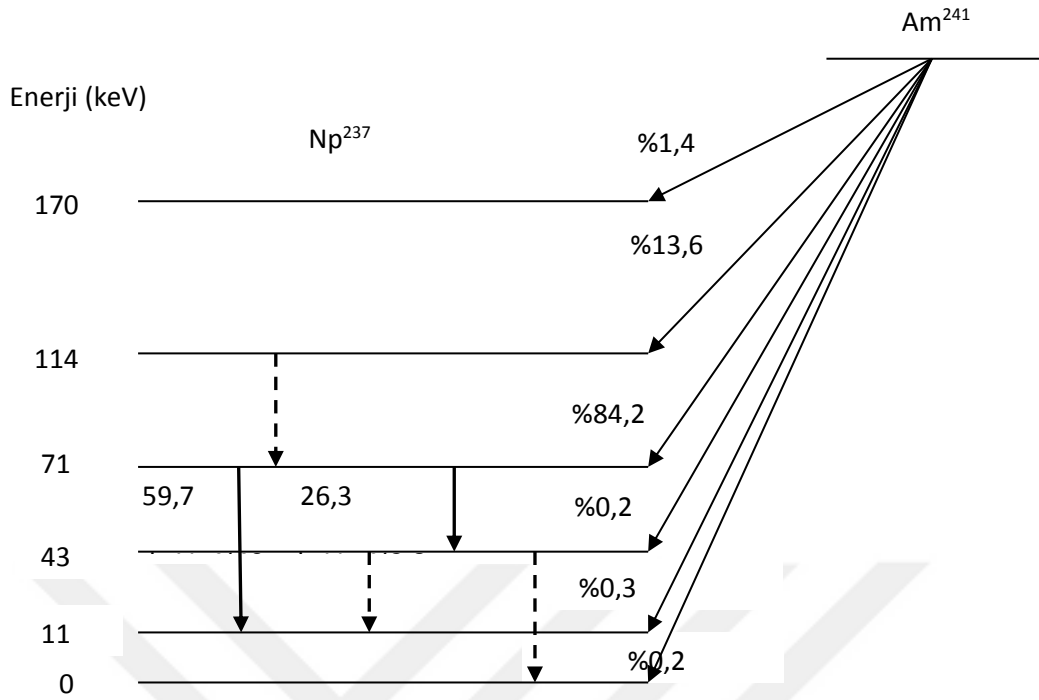
Uluslararası Radyoloji Komisyonu insanın sağlıklı yaşayabilmesi için alabileceği yıllık radyasyon dozunu $3,6 \cdot 10^{15}$ Bq olarak belirlemiştir.

1.3.1. ^{241}Am Radyoizotop Kaynağı

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



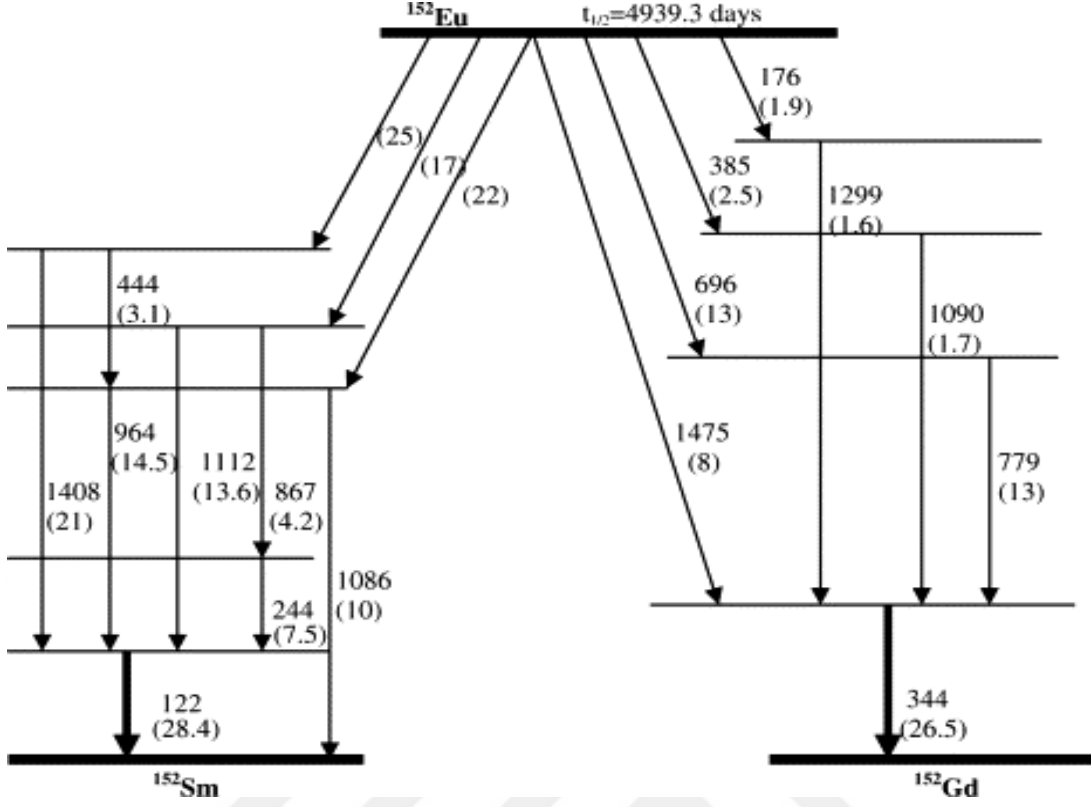
şeklindedir. Daha sonra ^{241}Am elementi α bozunumuna uğrayarak neptünyum radyoaktif çekirdeğine dönüşür ve kararlı bizmut (Bi) oluşana kadar bozunma süreci sürer. Neptünyum ile başlayıp bizmuta kadar süren bozunma süreci neptünyum serisi olarak isimlendirilir. Nötron yakalama, atom çekirdeğinin bir veya daha fazla nötronla çarpıştığı nükleer bir reaksiyon çeşididir ve ağır bir çekirdek oluşturmak için bir araya gelirler. Nötronlar elektriksel yükten yoksun oldukları için, yüklü parçacıklara göre çekirdeğin içine kolaylıkla nüfuz ederler. β^- Bozunumunda zayıf etkileşme; bir nötronu bir protona dönüştürürken bir elektron ve bir antinötrino yayımlanır. Alfa bozunumu ise bir atom çekirdeğinin bir alfa parçacığı yayımladığı bozunma olarak adlandırılır 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 içinde yer alan protonların ve nötronların sayısı sabit kalır. Şekil 5'de ^{241}Am radyoizotopunun ^{237}Np izotopuna dönüşümü gösterilmektedir.



Şekil 5. Am-241 elementinin deneysel bozunma şeması (Beling vd., 1952)

1.3.2. Europyum (Eu^{152}) Radyoaktif Kaynak

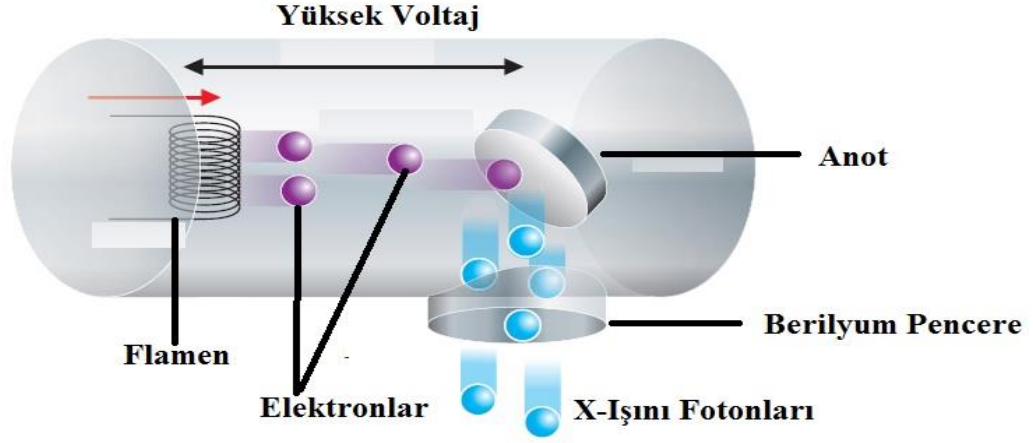
Sıvı kaynak olan Europrium-152 kaynağı 112 keV enerjili fotondan 1457 keV'lik fotona kadar çoklu enerjide fotonlar yayımlamaktadır. Ve bu kaynak Şekil 6'da gösterilen bozunum süreçlerini gerçekleştirmektedir.



Şekil 6. Eu-152 elementinin deneysel bozunma şeması (Grigorescu vd., 2002)

1.3.3.X-Işını Tüpü ve X-Işını Üretimi

Bir X-ışını tüpü temel olarak berilyum pencere vakum içerisinde bulunan bir anot ve bir filamentten oluşmaktadır. Berilyum pencere tüpün yan tarafında yer almışsa bu tüp kenar pencereli X-ışını tüpü olarak adlandırılır. Kenar pencereli bir X-ışını tüpünün temel tasarımı aşağıdaki Şekil 7’de gösterilmektedir.

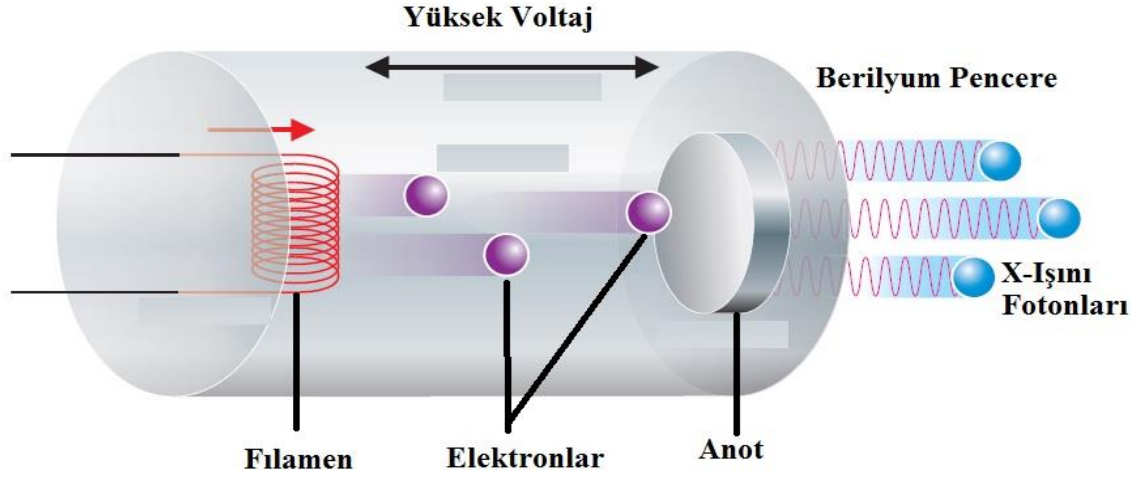


Şekil 7. Kenar Pencere X-Işını Tüpü (Brouwer, 2006)

Bir elektriksel akım filameni ısıtır ve böylelikle elektronlar yayımlanır. Yüksek voltaj (20-100 kV) filamen ve anot boyunca uygulanır ve bu yüksek voltaj elektronları anoda doğru hızlandırır. Elektronlar anoda çarptığında çarpan elektronlar yavaşlar ki bu da X-ışınlarının oluşmasına olanak sağlar. Bu ışımaya Bremsstrahlung (frenleme) ışması olarak adlandırılır.

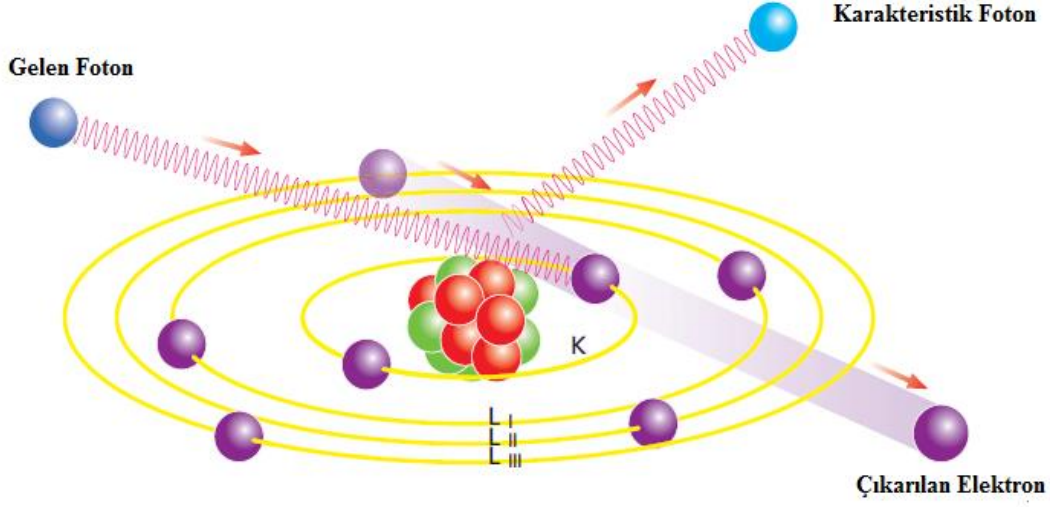
Yayımlanan X-ışınlarının enerji ve şiddetleri aynıdır ancak her biri kendi yoğunluğuna sahip bir enerji spektrumu yayımlar. Spektrumun bu kısmı sürekli spektrum olarak adlandırılır çünkü bu yayımlanan enerjinin sürekli bandıdır. Anottaki atomlara çarpan elektronların bir kısmı bu atomlardan elektronları yörüngelerinden çıkartır. Bu durum da karakteristik radyasyonun oluşmasına sebep olur.

Bir diğer alternatif tüp tasarımı da Şekil 8'de gösterilmektedir. Bu tüpte ise elektronlar anoda çarpar ve X-ışınları oluşur. Bu X-ışınları anodu geçer ve karşı taraftan tüpü terk eder. Bu tip tüpler hedef transmisyon X-ışını tüpü olarak isimlendirilir.



Şekil 8. X-Işını Tüpünün Temel Gösterimi (Brouwer, 2006)

Bir atomun klasik modeli pozitif yüklü protonlar ile yüksüz nötronlardan oluşan ve kabuklarda veya orbitallerde elektron gruplarınınca çevrelenmiş bir çekirdek olarak tanımlanır. En içteki kabuk K kabuğu, onu takip eden kabuk L, M kabukları ve diğerleri (şeklinde dışarıya doğru giderek) olarak adlandırılır. L kabuğu üç alt kabuktan M kabuğu ise 5 alt kabuktan oluşmaktadır. K kabuğu en fazla 2 elektron barındırırken, L kabuğunda bu sayı en fazla 8, M kabuğunda ise 18 elektron olarak sınırlıdır. Bir elektronun enerjisi onun bulunduğu kabuğa ve ait olduğu elemente bağlıdır. Bir atom uyarıldığında, X-ışını fotonları ve yeterli enerjiye sahip elektronlar gibi parçacıklar, bir elektronu atomdan çıkartabilir. Bu durum Şekil 9'da gösterilmektedir.



Şekil 9. X-Işını Üretimi (Brouwer, 2006)

Bu süreç kabukta bir delik oluşturarak atomu yüksek enerjili kararsız bir durumda bırakır. Bu kabukta oluşan delik başlangıç boşluğu olarak adlandırılır. Atom bu deliği bir üst kabuktaki elektronun doldurmasıyla kararlı hale geçer. Bu durum spektrumda bir çizgi olarak gözlemlenir.

Bir elektron çekirdeğin yakınından geçtiğinde yavaşlar ve yolu saptırılır. Kaybolan enerji, üretilen X-ışını fotonu olarak gönderilir. X-ışını içindeki X-ışınlarının yaklaşık% 80'i bu şekilde üretilen X-ışınlarından oluşur.

X-ışını tüpü kullanıcıları, üretilen X-ışını ışınının özelliklerini değiştirmek için X-ışını tüpünün yönetildiği güç ünitesinden akım ve voltaj ayarlarını değiştirebilir. Böylelikle farklı şiddetlerde X-ışını üretimi gerçekleştirilmiş olunur. Tüpün içindeki anot malzemesinin yapıldığı element de değiştirilerek çeşitli enerjilerde X-ışınları elde edilmiş olunur.

1.4. Karşılaştırmalı Standart Yöntemi

Sayım sayısını element miktarı ile ilişkilendiren en basit denklem,

$$I_i = K_i' W_i \quad (1)$$

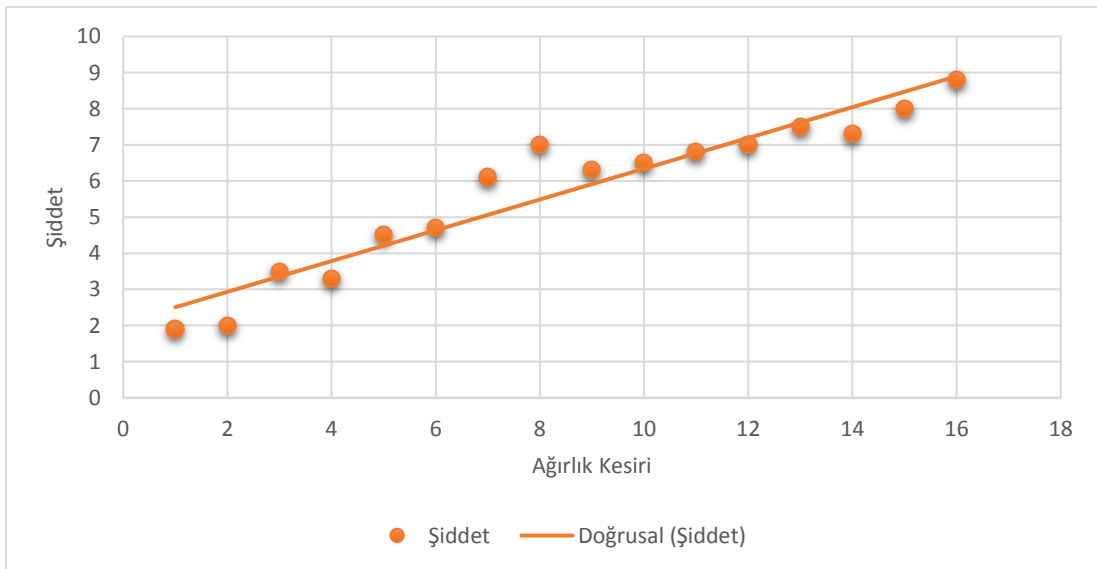
ile ifade edilmektedir. Burada K'_i sabit olarak kabul edilir. Denklem, analit üzerindeki toplam matris etkisinin sabit olduğu durumlarda (örneğin, düşük alaşımlı çeliklerde veya ince film numunelerindeki küçük ve eser miktar seviyelerinde elementler için) geçerlidir. Denklemdeki I_i şiddeti net şiddettir (arka plan, çizgi çakışması vb. için düzeltilmiş ölçülen şiddet). Uygulamada, ölçülen şiddet, doğrudan arka plan çıkarma olmadan kullanılır, daha genel bir denkleme yol açar. Bu durum da denklem (2) ile ifade edilmektedir.

$$I_i = B'_i + K'_i W_i \quad (2)$$

Bu denklemde $W_i=0$ olduğunda B'_i ölçüm şiddetidir. Eğer üstüste binmiş düzeltilmemiş bir çizgi varsa, B'_i temel sayıdır. Bu eşitlik tekrardan aşağıdaki denklem (3) gibi tekrar düzenlenebilir

$$W_i = B_i + K_i I_i \quad (3)$$

Burada K_i sabiti hassaslık olarak tanımlanır ve konsantrasyon başına düşen birim zamandaki sayım olarak ifade edilir (örneğin yüzde, $\mu\text{g/L}$, vb.). Belirli sayıdaki standart numunelerindeki B_i ve K_i sabitlerinin belirlenmesindeki en yaygın kullanılan yöntem doğrusal regresyon yöntemidir (veya B'_i ve K'_i). Doğrusal regresyon, W veya I terimlerinin kare rezidülerinin toplamını en aza indirgeyerek yapılabilir; Şekil 10'da bu durum ifade edilmektedir.



Şekil 10. Ağırlık Kesiri ile Şiddet Grafiği

Teorik olarak, en küçük kareler yöntemi, bağımlı değişkenin [W de W'deki hataları varsayar] normal olarak dağıtılır. Elde edilen iki çizgi (birincisi DW'yi en aza indirgeyerek diğeri DI'yi en aza indirgeyerek) aynı değildir. Çünkü analiz için yoğunluk I_i ölçülür, W_i için en aza indirmek önerilir. Ayrıca, genel olarak, ölçülen yoğunlukların göreceli hatası, standart numunelerdeki miktarlarının göreceli hatasından daha küçüktür. Bu, eser elementlerin belirlenmesi için özellikle geçerlidir. K_i ve B_i parametrelerinin değerlerini belirlemek için aşağıdaki denklem (4) ve (5) kullanılabilir.

$$W_i = B_i + K_i I_i \quad (4)$$

$$K_i = \frac{\sum_{j=1}^n W_{ij} I_{ij} - (\sum_{j=1}^n W_{ij} \sum_{j=1}^n I_{ij})/n}{\sum_{j=1}^n I_{ij}^2 - (\sum_{j=1}^n I_{ij} \sum_{j=1}^n I_{ij})/n} \quad (5)$$

Toplamlar standart numunelerin üzerindeyse, $j = 1; 2; \dots; n$, analit i için kullanılan standart numune sayısı ile n . bununla birlikte, aynı derecede önemli olan parametreler üzerinde sapmalar belirlenmiştir. Değişimleri hesaplayabilmek için formüller geçmiş çalışmalarda bulunabilir (Draper ve Smith, 1966) ve istatistiksel paketler gibi yaygın olarak kullanılan bilgisayar programları da ilgili hesaplamaları içerir. Bu durum ile ilgili bazı önemli sonuçlar şunlardır:

- Standart numunelerin miktarları beklenen miktarların aralığını kapsamalıdır.
- Hesaplanan miktarlar, çizginin merkezinde en uç noktaya göre daha doğrusaldır; W_x için tahmini varyans ($W_x - W_{ortalama}$) ile artar.
- Bir kalibrasyon çizgisi çeşitli standartlardan gelen verileri kullanarak türetildiğinden, bilinmeyenlerin analizi bazen standart örneklerin doğruluğundan daha doğru olabilir; bunun nedeni ortalamanın etkisidir.

Arka plan, brüt sayım hızından düzgün çıkarılırsa, arka plan sıfırdır ve eşitlik aşağıdaki gibi olur.

$$W_i = K_i I_i \quad (6)$$

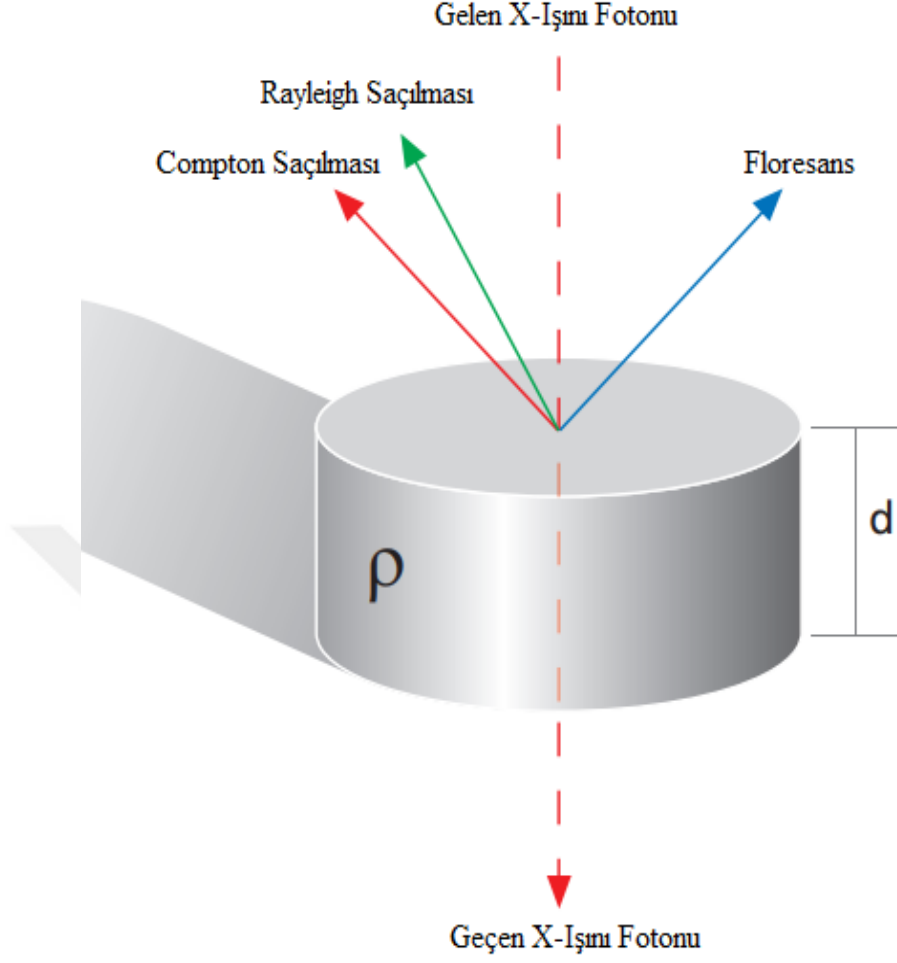
Bu durumda, K_i eğimi için değer,

$$K_i = \frac{\sum_{j=1}^n W_{ij} \sum_{j=1}^n I_{ij}}{\sum_{j=1}^n I_{ij}^2} \quad (7)$$

Formülü ile ifade edilmektedir (Van Grieken ve Markowicz, 2001).

1.5. Gama Işınlarnının Madde ile Etkileşimi

Gama ışınları, atom çekirdeğinin enerji seviyelerindeki farklılıklardan meydana gelir. Bir alfa veya bir beta parçacığı yayınlayan çekirdek genellikle kararlı bir durumda olmaz. Çekirdeğin kalan fazla enerjisi bir elektromagnetik radyasyon halinde yayınlanır ve çekirdek kararlı hale gelir. Bir elektromagnetik spektrumda gama ışınlarının dalga boyları 10^{-10} m ile 10^{-14} m arasında yer almaktadır. Bu ışınlar hayli yüksek giricilik özelliği sergilerler. Bu sebepten dolayı canlı dokuların bu ışınlara maruz kalarak bu ışınları soğurması önemli zararlar oluşturabilirler. Önlem olarak bu tür zararlı ışınların yakınlarında çalışanlar, soğurucu özelliği iyi olan kurşundan yapılmış kalın tabaka benzeri koruyucularla korunmaları gerekmektedir. Gama ışınları fotoelektrik olay, saçılma ve çift oluşumu biçiminde madde ile etkileşebilirler. Bu durum Şekil 11'de gösterilmektedir.



Şekil 11. X-Işını ve Madde Etkileşimi (Brouwer, 2006)

1.5.1. Elektromanyetik Radyasyonun Soğurulması

Elektromanyetik radyasyonun madde içerisinde soğurulması çeşitli olaylar sonucunda meydana gelmektedir ve bu olayların en baskın olanları fotoelektrik olay ve çift oluşumdur.

1.5.1.1. Fotoelektrik Olay

Enerjisi $h\nu$ olan bir foton, atomun bağlı elektronlarından biri tarafından soğurularak elektronun serbest hale geçmesi olayına fotoelektrik olay, serbest hale gelen elektrona da fotoelektron denir. Sökülen elektron enerjisi,

$$E_e = E_\gamma - E_b \quad (8)$$

ile verilir. Bu bağıntıda bulunan diğer niceliklerden E_γ gelen fotonun enerjisi ve E_b elektronun kabuğa bağlanma enerjisidir. Enerjinin küçük bir miktarı atoma aktarılır fakat bu değer çok küçük olduğu için (9) denkleminde gözardı edilmiştir. Fotoelektrik olay bağlı olmayan elektronlarla gerçekleşemez çünkü bağlı olmayan elektronlarla fotoelektrik olayın gerçekleşmesi durumunda enerji ve momentumun her ikisinin de korunması mümkün değildir.

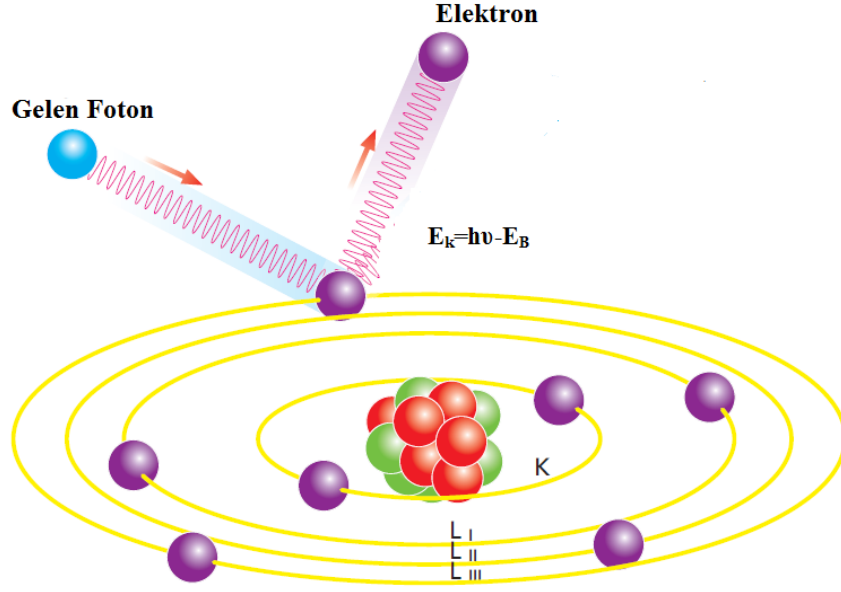
Fotoelektrik olayın meydana gelme olasılığı fotoelektrik tesir kesiti veya fotoelektrik soğurma katsayısı olarak tanımlanır. Fotonun enerjisi elektronun bağlanma enerjisine ne kadar yakın ise fotonun soğurulma ihtimali o kadar büyük olur. Foton enerjisi elektronun bağlanma enerjisinden daha küçük olduğunda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

$$\tau = \text{sabit} \cdot Z^{4,5} \cdot E_\gamma^{-3} \quad (9)$$

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

Elektronun durgun kütle enerjisine eşdeğer olan enerji yaklaşık olarak 0,51 MeV değerine eşittir. Fotonun enerjisi bu enerji değerinden küçük olduğunda elektron gelen demete göre daha büyük açıda saçılır. Fakat fotonun enerjisi bu değere yakın ise elektron, gelen demete paralel olarak saçılır.

K tabakasından bir elektronun sökülmesi sonucu oluşan fotoelektrik olay aşağıdaki Şekil 12'de şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 12. Fotoelektrik Olay (Brouwer, 2006)

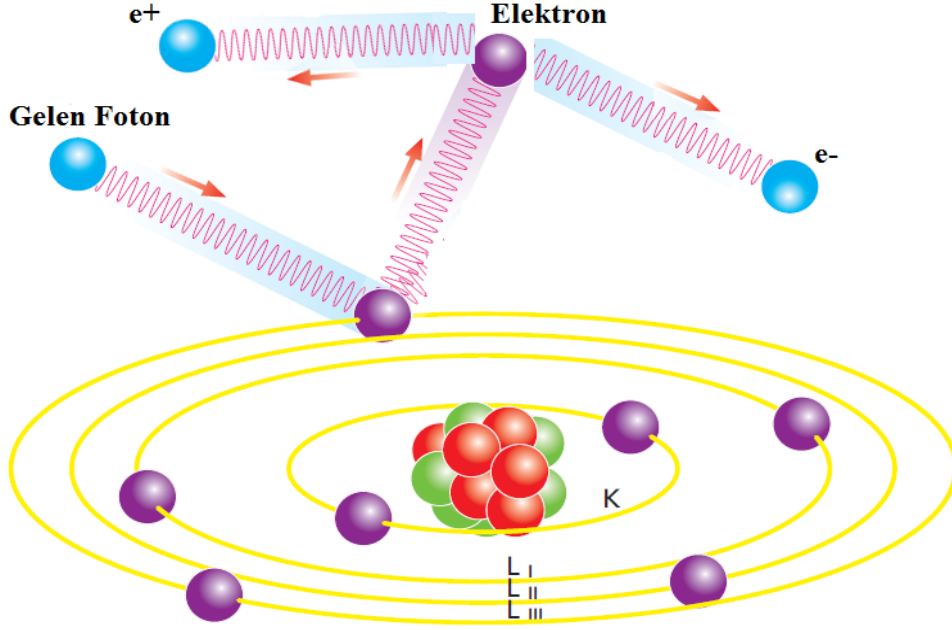
1.5.1.2. Çift Oluşumu

Çift oluşumu, bir çekirdek ile bir foton arasındaki etkileşimdir. Çekirdeğin etki alanına giren foton yok olur ve bir elektron-pozitron çifti oluşur. Bu etkileşimin sonucu olarak çekirdek herhangi bir değişikliğe maruz kalmamasına rağmen, onun varlığı çift oluşumunu gerçekleştirmek için gereklidir (Tsoulfanidis, 1995).

Elektron ve pozitronun kütleleri birbirine eşit fakat zıt işaretlidir. Aynı zamanda bu olay çekirdek etrafında olduğundan hiçbir korunum ilkesi bozulmuş olmaz. Yani, hem yük hem çizgisel momentum ve hem de toplam enerji korunmuş olur. Çift oluşumu olayının gerçekleştirilebilmesi için fotonun enerjisi, elektronun durgun enerjisinin (1,022 MeV) iki katından daha büyük olmalıdır. Enerjinin korunumundan, elektron ve pozitron parçacıklarının kinetik enerjisi;

$$T_{e^-} + T_{e^+} = E_{\gamma} - (mc^2)_{e^-} - (mc^2)_{e^+} = E_{\gamma} - 1,022 \text{ MeV} \quad (10)$$

denklemlerle verilir. Bir elektron-pozitron çiftinin oluşumu için gerekli olan bu enerji, elektron ve pozitron arasında paylaşılır. Şekil 13’de bir X-ışını fotonun çekirdeğin Coulomb alanında bir pozitron ve bir elektrona dönüşmesi olayı gösterilmiştir.



Şekil 13. Çift oluşumu olayının şematik gösterilmesi (Brouwer, 2006)

Çift oluşumu olayının sonunda meydana gelen elektron ve pozitron komşu atomlar tarafından yavaşlatılır ve pozitron son olarak bir elektronla reaksiyona girerek yok olur. Eğer bu olay, pozitronun kinetik enerjisinin tümü tamamen kaybolduktan sonra meydana gelirse yaklaşık $m_0c^2=511$ keV enerjili iki foton oluşturulacaktır. Momentumun korunması için bu iki foton birbirine göre zıt yönlerde yayımlanır.

1.6. Lambert Beer Yasası ve Soğurma

Gama ışınları bir madde üzerine düşürülecek olursa, madde içerisine giren ışın, atomların bağlı ve serbest elektronları ve çekirdeği ile çeşitli etkileşimler yapar. Bu etkileşim sonucunda iki temel olay meydana gelir. Bunlardan birincisi, gama ışınlarının enerjisinin bir kısmını kaybederek oluşan (inkoherent veya compton) veya hiç kaybetmeden oluşan (koherent) saçılma olayı, diğeri ise gama ışınının tamamen soğurulması sonucu meydana gelen fotoelektrik olay ve çift oluşumdur. Bir radyasyon demeti x kalınlığındaki bir maddeden geçirilecek olursa, gelen demet ve madde arasındaki etkileşmelerin karmaşık bir sonucu olarak, çıkan radyasyon demetinin şiddetinde bir azalma olduğu gözlenir. Madde ile gelen demet arasındaki azaltma olayları ve türü için hedef materyalin kalınlığı ve atom

numarasının değeri de önemli bir etkidir. Soğurucu materyal belli bir kalınlıktan daha ince olduğunda, bütün parçacıklar soğurucu materyali geçer ancak soğurucu materyal belli bir kalınlıktan daha büyük ise parçacıklar bütün enerjisini kaybeder ve soğurucu materyalden çıkamaz (Apaydın, 2002).

Şiddeti I_0 olan gama ışınlarının $x(\text{cm})$ kalınlığındaki bir maddeyi geçtikten sonraki şiddeti;

$$I = I_0 e^{-\mu/\rho x} \quad (11)$$

denklemleriyle verilmektedir.

1.7. Soğurma Katsayıları

Kütle ve lineer soğurma katsayıları olmak üzere iki çeşit soğurma katsayısı vardır. Bu çalışmada hesaplanan soğurma katsayısı kütle soğurma katsayısıdır.

1.7.1. Kütle Soğurma Katsayısı

Soğurmanın derecesi, bir sistemin yol uzunluğuna ve ortamın yoğunluğuna bağlıdır. Bu sebepten dolayı, soğurucunun kalınlığını ifade etmek için kütle soğurma katsayısını yoğunluk ve lineer kalınlık olarak (ρt) ifade etmek daha uygun olmaktadır

$$\mu_m = \frac{\mu}{\rho} (\text{cm}^2/\text{g}) \quad (12)$$

Bu ifadede μ_m birim kütle başına birim alandaki soğurulmayı ifade etmektedir. Kütle soğurma katsayısı kimyasal ve fiziksel durumlardan bağımsız olup elementlerin atomik bir özelliğidir. Sadece dalga boyu (enerji) ve atom numarasının bir fonksiyonudur. Ayrıca kütle soğurma katsayısı bileşik, çözelti ve karışımlar için içeriğe ait değerlerden hesaplanabilir. Bu durumda μ/ρ ; bileşiği oluşturan elementlerin soğurma katsayılarının ağırlıklı

ortalamalarıdır. Hedefin ağırlık kesirleri W_1, W_2, \dots ise bunlara karşılık $\mu_1/\rho_1, \mu_2/\rho_2$ gibi değerler hesaplandığında toplam kütle soğurma katsayısı;

$$\mu/\rho = W_1(\mu_1/\rho_1) + W_2(\mu_2/\rho_2) + \dots \quad (13)$$

olarak bulunabilir.

Gama-ışınlarının toplam soğurma katsayıları hesaplanırken sadece soğurulmadan değil, maddeyi geçerken saçılmadan ve çift oluşumundan kaynaklanan gama-ışını şiddetindeki azalmalar dikkate alınmalıdır.

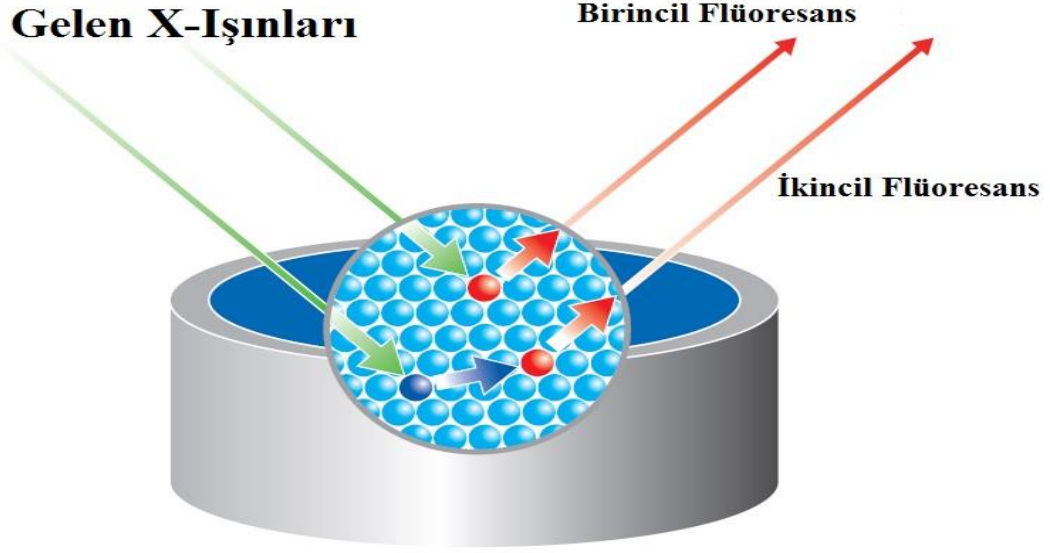
$$\mu/\rho = (\tau/\rho) + (\sigma/\rho) + (\pi/\rho) \quad (14)$$

Bu ifadede (μ/ρ) ; toplam kütle soğurma katsayısı, (τ/ρ) ; fotoelektrik soğurma katsayısı, (σ/ρ) ; saçılma soğurma katsayısı ve (π/ρ) ; çift oluşum katsayısıdır.

1.8. Soğurma ve Şiddetlendirme Faktörleri

Numunenin içindeki atomlara ulaşmak için, X-ışınları numune üzerindeki tabakayı geçmek zorundadırlar. Ve bu tabaka gelen radyasyonun bir kısmını soğurmaktadır. Üretilen Karakteristik radyasyon da numuneden ayrılmak için bu tabakayı geçmek zorundadır ve radyasyonun belli bir bölümü tekrar soğurulacaktır. Soğurmanın büyüklüğü radyasyonun enerjisine, atom içindeki aldığı yola ve numunenin yoğunluğuna bağlıdır. Soğurma atom içinde alınan yol arttıkça, tabakada yer alan elementlerin atom numaraları ve yoğunlukları arttıkça artmaktadır. Radyasyon enerjisi azaldıkça da tersi durum olur. Soğurma, gelen radyasyonun numunedeki derinliklerde bulunan elementlere gelemeyecek kadar yüksek olabilir veya karakteristik radyasyon artık örneği terk edemez hale gelebilir. Bu sadece yüzeye yakın elementler ölçülebilir demektir. Gelen radyasyon X-ışınlarından oluşmaktadır ve numunedeki atomlar tarafından yayımlanan karakterisitk radyasyonlar da X-ışınlarından meydana gelmektedir. Bu flüoresans X-ışınları bazen numunedeki başka elementlerden elektronları sökebilir. Bu, kaynaktan gelen X-ışınları olarak flüoresans ışımasına sebep olur. Kaynaktan gelen X-ışınları tarafından direkt olarak üretilen karakteristik radyasyon birincil flüoresans olarak tanımlanırken diğer atomların birincil flüoresansı tarafından numunede

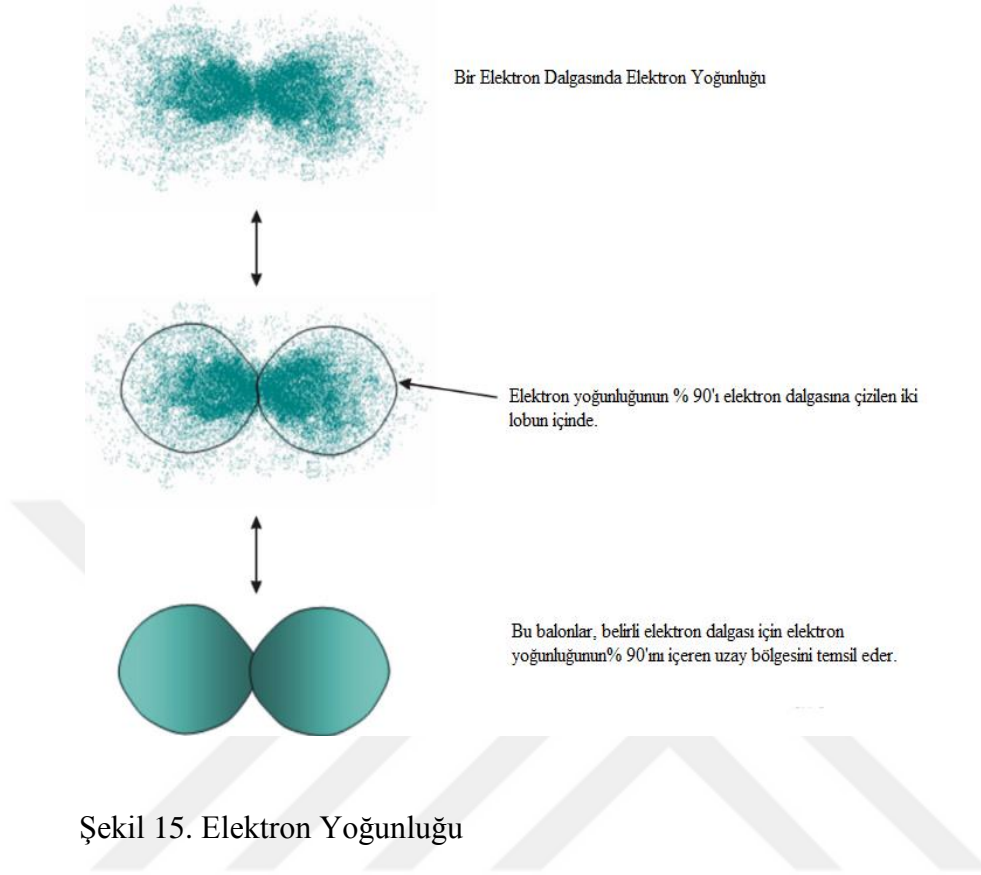
üretileen ışımada ikincil flüoresans olarak adlandırılır. Bu durum aşğıdaki Şekil 14’de gösterilmektedir.



Şekil 14. Soğurma ve Şiddetlendirme Etkileri

1.9. Etkin Elektron Yoğunluğu

Her türlü maddenin bir yer kapladığını bilindik bir gerçekliktir. Kütle, kapladığı hacme oranına o kütle, yoğunluğu denilmektedir. Yoğunluk belirli bir hacimdeki kütle, dağılımı ile ilgilidir. Makroskobik maddenin yoğunluğunu, tam olarak ölçebildiğiniz için belirlemek çok kolaydır. Elektron gibi atom altı parçacıkların yoğunluğunu ölçmek zordur. Tam bir kesinlik ile kütlelerini bilirsiniz, ancak işgal ettikleri hacim söz konusu olduğunda, sadece olasılığı bilirsiniz. Bunun sebebi, Heisenberg’in, aynı zamanda elektronun pozisyonunun ve hızının doğru ölçümü üzerinde içsel kısıtlamalar getiren belirsizlik ilkesidir. Bu nedenle bildiğiniz şey, onları tam olarak nerede bulabileceğiniz ve bulamayacağınız olası bir bölgedir. Elektron yoğunluğu ise, belirli bir yerde mevcut olan bir elektron olasılığının ölçüsüdür. Elektron yoğunluğunun temsili gösterimi Şekil 15’de gösterilmektedir.



1.10. Etkin Atom Numarası

Karmaşık yapıları numunelerde foton etkileşimleri için atom numarası tek bir sayıyla ifade edilemez. Soğurulma ve saçılma durumlarında etkileşen fotonların enerjisine bağlı olarak X-ışını ve gama ışınlarının numuneyle etkileşimleri neticesinde numune içindeki farklı elementlere göre atom numaraları değişmektedir. Bu sayıya etkin atom numarası denilmektedir ve bu sayı enerjiden enerjiye değişiklik göstermektedir. Etkin atom numarası maddelerin radyasyonla etkileşimleri hakkında bilgi verir ve X-ışını ile gama ışınlarının soğurulmasında ve medikal radyasyon dozimetlerinde kullanılır. Etkin atom numarası, teknoloji, radyasyon biyolojisi, nükleer endüstri, medikal fizik, uzay araştırma programları ve bilimsel uygulamaların birçok alanında faydalanılan yararlı değişkenlerdir.

2. YAPILAN ÇALIŞMALAR

2.1. Numune Üretim Süreci

Bu çalışmada kullanılan demir, kobalt, bakır ve çinko katkılı hidroksiapatit ($n\text{FeHAp}$, $n\text{CuHAp}$, $n\text{CoHAp}$ ve $n\text{ZnHAp}$) yapay kemik tozları numunelerinin üretimi Mustafa Kemal Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü İnce Film Araştırma Laboratuvarında gerçekleştirilmiştir. Her bir numunede, katkılanan geçiş metallerinin konsantrasyonları % 0,5, % 1,0 ve % 1,5 olacak şekilde üretimleri gerçekleştirilmiştir.

HAp nanopartiküller, ıslak kimyasal yöntemle sentezlenmiştir. Şekil 16’da gösterilen elektrokimyasal yükleme sistemiyle anot ve katotlara anyon ve katyaonlar tutturulmuş ve böylelikle çözeltideki metal olan kısımlar ayrıştırılarak plakalara tutturulmuştur.



Şekil 16. Yapay Kemik Tozu Üretim Sistemi

Kalsiyum kaynağı olarak kalsiyum nitrat tetra hidrat ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) ve fosfor kaynağı olarak dibazik amonyum fosfat ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$) kullanılmıştır. Eşit hacimlerde 1.0 M kalsiyum nitrat tetrahidrat ile Tablo 4’de gösterilen metallerin tuzları ve 0.6 M dibazik amonyum fosfat solüsyonları, bu solüsyonlarının tuzları damıtılmış suda çözülerek hazırlanmıştır.

Tablo 4. Kullanılan Numune Özellikleri

Numune	Katkılanan Element	Sentez için Kullanılan Tuz	Katkılanan oran (atomik %)
nFeHAp	Demir	$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$	
nCoHAp	Kobalt	$\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	0.5, 1.0, 1.5
nCuHAp	Bakır	$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2,5\text{H}_2\text{O}$	
nZnHAp	Çinko	$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	

Amonyum fosfat solüsyonu 5 ml/dakika hızla yavaş yavaş kalsiyum nitrat solüsyonuna ilave edilmiştir. Çözeltileri birbirine eklerken beyaz bir tozun hızlı çökmesi görülmüştür. Bu sorunu önlemek için, kalsiyum nitrat çözeltisi ıslak kimyasal çöktürme yoluyla manyetik olarak karıştırılmıştır. Nihai çözeltinin pH'ı, amonyak $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ve daha sonra NaOH ile pH değeri 10'e ayarlanmıştır. Tüm bu işlemler oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Çözeltilerin nötrale olması için ilk önce deiyonize su ile sonra da etanol-metanol karışımı ile yıkanmıştır. Son olarak, numuneler filtre kâğıdıyla süzölmüş ve Şekil 17 (a)'da gösterilen kurutma fırınında kurutulmuş daha sonra da Şekil 17 (b)'de gösterilen agat havan yardımıyla öğütölmüştür. Bu aşamalardan geçen numuneler mikro boyutlu halde üretilmişlerdir. Bu mikro yapıların nano boyutta elde edilebilmesi için aşağıdaki Şekil 17 (c)'de gösterilen ultrasonik cihazla belirli bir enerjiye sahip ses dalgalarının numune üzerine gönderilerek numune içindeki mikro yapıları tanecik boyutu olarak nano mertebelerine indirilmiştir.



(a)

(b)

(c)

Şekil 17. a) Numune Kurutma Fırını, b)Agat Havan ve c) Nano Partikül Yapıcı Cihaz

2.2. EDX ve SEM Sistemleri

Numunelerin konsantasyon değerleri ve yüzey fotoğrafları bu iki sistem kullanılarak elde edilmiştir. Burdan elde edilen konsantrasyon değerleri karışım formülü adı altında kütle soğurma katsayılarının teorik olarak hesaplanmasında kullanılmıştır.

2.2.1.Enerji Dağılımlı X-Işını Spektrometresi (EDX) ve Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Sistemleri İçin Numune Hazırlama

Bu sistem için ağırlıkça %50 metal katkılı hidroksiapatit yapay kemik tozlarından, %50 ise selülozdan oluşan numuneler Şekil 18 (a)'da gösterilen hassas elektronik terazi yardımıyla ağırlığı 100 mg olacak şekilde ayarlanmıştır. Daha sonra Şekil 18 (b)'de gösterilen agat havan yardımıyla numuneler karıştırılmış ve homojenlikleri sağlanmaya çalışılmıştır.

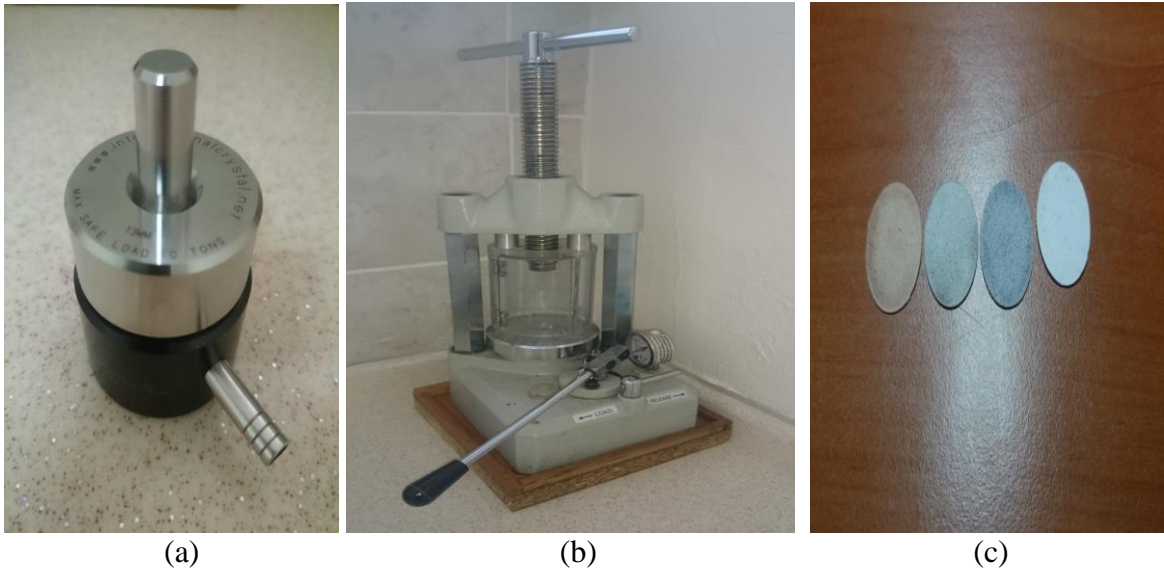


(a)

(b)

Şekil 18. a)Kütlelerin Tartıldığı Hassas Elektronik Terazi ve b) Agat Havan

Örneklerin çapları 13 mm olacak biçimde Şekil 19 (a)'da gösterilen numune basma aletiyle pellet olarak basılmıştır. Şekil 19 (b)'de gösterilen basınç makinesi kullanılarak 10 bar basınç altında 10 dakika bekletilmek suretiyle numuneler EDX ve SEM için altın kaplama formuna getirilmiştir (Şekil 19(c)).



(a)

(b)

(c)

Şekil 19. a) Pellet Basma Makinesi, b) Pres Makinesi ve c) Pellet Formda Numuneler

Numunenin içine katılan selüloz sayesinde numune kırılğan olmayan ve sağlam bir yapıya sahip hale getirilmiştir. Bunun yanı sıra selülozla 10 dakika agat havan yardımıyla karıştırılarak numunenin homojenliği sağlanmış olundu.

EDX ve SEM sistemlerinde ölçüm alabilmek için numuneler iyi bir iletken olan altın ile Şekil 20’de gösterilen altın kaplama cihazı ile yüzeyleri kaplanmıştır.



Şekil 20. EDX ve SEM Sistemleri için Altın Kaplama Cihazı

2.2.2. EDX ve SEM Ölçüm Sistemleri

Deneysel ölçüm süreçleri kimyasal analiz teknikleri ve yüzey fotoğrafları için öncelikle EDX ve SEM teknikleri kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Enerji dağılımlı X-ışını spektrometresi ile elde edilen spektrumlar ve taramalı elektron mikroskobuna ait numunenin yüzey görüntüleri 15 kV voltaj uygulanmak suretiyle, Üniversitemizin Mühendislik Fakültesi malzeme ve metalürji mühendisliği bölümündeki ZEISS EVO LS 10 ve BRUKER QUANTAX 200 ESPRIT 1.8.2. marka ve model cihazlarıyla elde edilmiştir (Şekil 21).



Şekil 21. Enerji Dağılımlı X-Işını Spektrometresi ve Taramalı Elektron Mikroskobu

2.3. Üç Boyutlu İkincil Hedefli Harici X-Işını Tüpü Tabanlı EDXRF Sistemi

2.3.1.EDXRF Sistemi İçin Standard Numune Hazırlama

Bu sistem için her bir numuneden ikişer tane pellet basılarak numuneler hazırlanmıştır. Numuneler ağırlıkça %50 metal katkılı hidroksiapatiti yapay kemik tozlarından %50 ise selülozdan oluşmaktadır. Her bir numunenin ağırlığı yaklaşık olarak 100 mg ve çapları da 17 mm olacak şekilde şekil 22 (a)'daki hassas elektronik hassas terazi yardımıyla tartılarak ayarlanmıştır. Örnekler 17 mm çapa sahip pellet kalıbı ve 10 bar basınç altında 10 dakika bekletilme suretiyle pellet basma makinesi yardımıyla pellet formunda ölçüm için hazır hale getirilmiştir. (Şekil 22 (b-c)).



(a)

(b)

(c)

Şekil 22. Hassas Terazi, pellet ve numune basma cihazı

Numunelerin elementel analizini gerçekleştirebilmek için Standart karşılaştırmalı yöntem kullanılmıştır. Bu teknik için yüzde mertebesinde belirli konsantrasyon değerlerinde fosfor (P), kalsiyum (Ca), demir (Fe) elementlerini içeren Fe-A, Fe-B, Fe-C standart numuneleri hazırlanmıştır. P, Ca ve kobalt (Co) elementlerini içeren Co-A, Co-B, Co-C standartları hazırlanmıştır. P, Ca ve bakır (Cu) elementlerinin yer aldığı Cu-A, Cu-B, Cu-C standartları elde edilmiştir. Ve son olarak da P, Ca ve çinko (Zn) elementlerini içeren, Zn-A, Zn-B ve Zn-C standart numuneleri hazırlanmıştır.

Bu hazırlanan standart numunelerindeki Fosfor (P) elementinin konsantrasyon değerleri Fe-A, Fe-B ve Fe-C numunelerinde sırasıyla 8.7%, 7.2% ve 4.9%; Co-A, Co-B ve Co-C standart numunelerinde sırasıyla 9.7%, 8.7% ve 7.0%; Cu-A, Cu-B ve Cu-C standart numunelerinde sırasıyla 9.7%, 8.6% ve 7.1% ve son olarak Zn-A, Zn-B ve Zn-C standart numunelerinde sırasıyla 9.7%, 7.1% ve 4.9% olacak şekilde ayarlanmıştır.

Hazırlanan standart numuneleri için Kalsiyum (Ca) elementinin konsantrasyon değerleri Fe-A, Fe-B ve Fe-C numunelerinde sırasıyla 16.8%, 15.2% ve 13.4%; Co-A, Co-B ve Co-C standart numunelerinde sırasıyla 16.8%, 15.0% ve 9.0%; Cu-A, Cu-B ve Cu-C standart numunelerinde sırasıyla 17.0%, 15.0% ve 13.5% ve Zn-A, Zn-B ve Zn-C standart numunelerinde sırasıyla 16.7%, 13.8% ve 9.0% olacak şekilde ayarlanmıştır.

Demir (Fe) elementinin konsantrasyon deęerleri Fe-A, Fe-B ve Fe-C numunelerinde sırasıyla 0.8%, 3.6% ve 4.4%; kobalt (Co) elementinin konsantrasyon deęerleri Co-A, Co-B ve Co-C standart numunelerinde sırasıyla 1.4%, 3.7% ve 4.7% olarak ayarlanmıştır. Bakır (Cu) elementine ait konsantrasyon deęerleri Cu-A, Cu-B ve Cu-C standart numunelerinde sırasıyla 1.7%, 4.3% ve 5.0% olarak ayarlanmıştır. Son olarak Zn-A, Zn-B ve Zn-C standart numunelerindeki çinko (Zn) konsantrasyonları sırasıyla 1.0%, 1.6% ve 4.0% olarak belirlenerek standart kıyaslamalı metot için standart numuneler hazır hale getirilmiştir.

Fe-A, Fe-B, Fe-C, Co-A, Co-B, Co-C, Cu-A, Cu-B, Cu-C, Zn-A, Zn-B ve Zn-C standart numunelerine ait fosfor (P), kalsiyum (Ca), demir (Fe), kobalt (Co), bakır (Cu) ve çinko (Zn) elementlerinin yüzde konsantrasyon deęerleri aşağıda gösterilen Tablo 5’de ifade edilmektedir.

Tablo 5. Demir, Kobalt, Bakır ve Çinko Standartlarına Ait Konsantrasyon Deęerleri

Numuneler	Element Konsantrasyon Deęerleri (%)					
	P	Ca	Fe	Co	Cu	Zn
Fe-A	8.7	16.8	0.8	---	---	---
Fe-B	7.2	15.2	3.6	---	---	---
Fe-C	4.9	13.4	4.4	---	---	---
Co-A	9.7	16.8	---	1.4	---	---
Co-B	8.7	15.0	---	3.7	---	---
Co-C	7.0	9.0	---	4.7	---	---
Cu-A	9.7	17.0	---	---	1.7	---
Cu-B	8.6	15.0	---	---	4.3	---
Cu-C	7.1	13.5	---	---	5.0	---
Zn-A	9.7	16.7	---	---	---	1.0
Zn-B	7.1	13.8	---	---	---	1.6
Zn-C	4.9	9.0	---	---	---	4.0

Pellet olarak 17 mm çapta ve yaklaşık olarak 100 mg ağırlıkta olacak şekilde basılmış standart ve tez numuneleri Şekil 23’de gösterilmektedir.

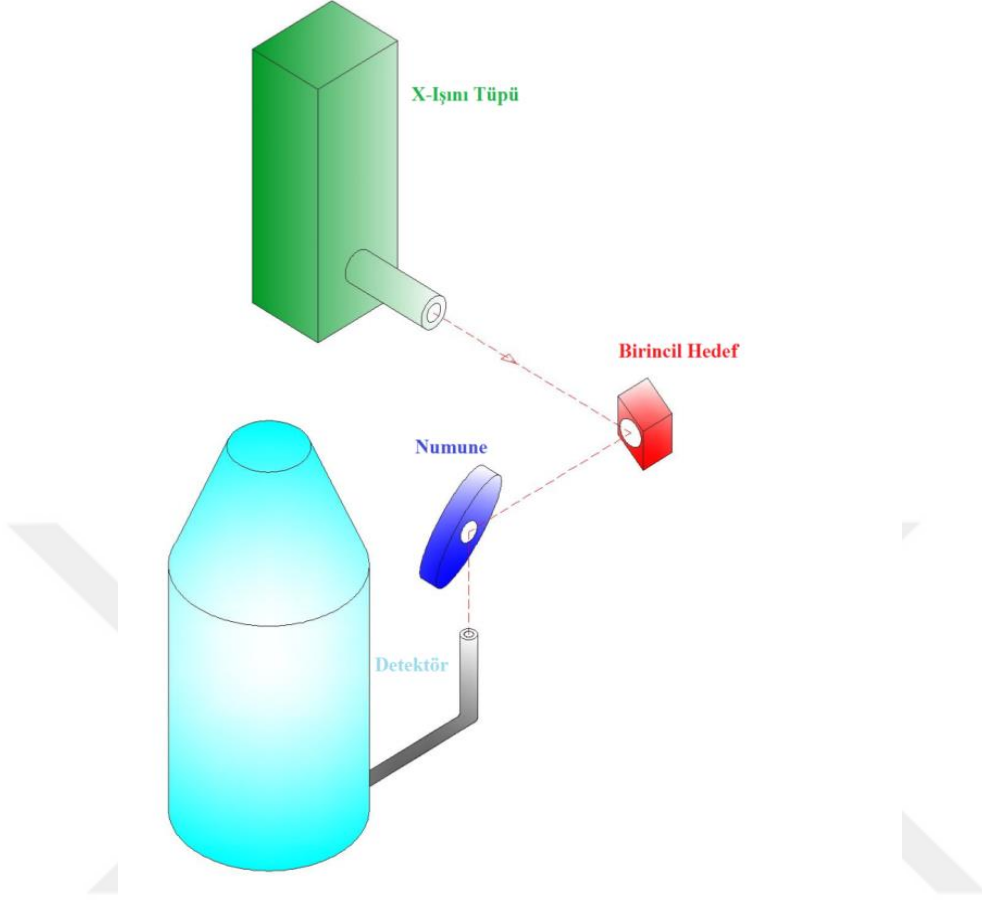


Şekil 23. EDXRF Sistemi için Hazırlanan Standart Numuneler ve Tez Numuneleri

Bu kısım harici X-ışını tüpü tabanlı 3 boyutlu ikincil hedefli EDXRF sistemi ile gerçekleştirilmiştir. (Ca+Metal)/P oranı ve katkılanan elementlerin konsantrasyon değerleri bu sistemle belirlenmiştir.

2.3.2.EDXRF Deney Geometrisi

Üç boyutlu EDXRF geometrisi (Şekil 24) yarıiletken Si(Li) detektörden, bir X-ışını tüpünden, birincil hedeften, güç kontrol ünitesinden, çok kanallı analizörden, bilgisayardan ve numune tutucudan oluşmaktadır. X-ışını tüpü molibden anotlu olup, 2 kW güce sahiptir. X-ışını tüpünün soğutulması şebeke suyunun bir dizi işlemlerden geçirilerek elde edilen suyla yapılırken, Si(Li) detektörü ise yaklaşık 77 Kelvin sıcaklıktaki sıvı azot ile soğutulmaktadır. Kullanılan Si(Li) detektörü 30 mm² aktif alan, 3 mm etkin kalınlık ve 1 µm kalınlıklı berilyum pencereye sahiptir. Uyarılan X-ışınları fotonları ayırma gücü 5,9 keV'de 170 eV olan yarıiletken Si(Li) dedektör kullanılarak yapılmıştır. Kullanılan birincil hedef molibden atomu olmakla birlikte 17 mm çapa ve yaklaşık 100 mg kütleye sahiptir (standart ve tez numunelerinde olduğu gibi).



Şekil 24. EDXRF Deney Geometrisi

AGH University of Science and Technology’de mevcut olan transmisyon geometrili ikincil hedefli 2 kW güce sahip Molibden anotlu X-ışını tüpü ile uyarılan X-ışınlarını 5.9 keV enerjide 170 eV ayırma gücüne sahip olan Canberra marka bir Si(Li) detektörle belirlenmiştir. Ölçümler atmosferik hava altında 55 kV voltaj, 30 mA akım altındaki X-ışını tüpü ile gerçekleştirilmiştir. Üç boyutlu ikincil hedefli harici X-ışını tüplü EDXRF sistemin genel görünümü Şekil 25’de verilmektedir.



Şekil 25. Üç Boyutlu İkincil Hedefli Harici X-Işını Tüpü Tabanlı EDXRF Sistemi (AGH UST Krakow, Polonya)

2.3.2.1. Sayma Sistemi

Bir sayma sistemi fotonları saymak için bir detektör, sinyalleri arttırmak maksadıyla ön yükseltici ve yükseltici, verileri anlamlandırmak için analog sayısal dönüştürücü (ADC), dedektör kristali üzerindeki yükleri bir araya toplamak için yüksek voltaj kaynağı (HV), çok kanallı analizör (MCA) ve bilgisayar sisteminden meydana gelir. Dedektör yardımıyla sayılıp bilgisayara gelen veriler “Genie 2000” programı kullanılarak değerlendirilebilir duruma getirilir. Programın çalıştığı bilgisayarın ve sistemin diğer kısımları arasında arayüz vazifesi yapan bir parçadan oluşur. Bilgisayarda piklerin görüntülenmesi için kullandığımız Genie 2000 programının yönetmesinin yanı sıra yüksek voltaj, ADC, yükseltici gibi sistemleri de yönetir.

2.3.2.2. Güç Kontrol Ünitesi

Dedektörün çalışması için gerekli olan voltaj-akım değerlerini ayarlamayı sağlar. Bu çalışmada kullanılan Canberra marka detektörün çalışma voltajı yaklaşık olarak -500V olarak ayarlanmıştır. Molibden anotlu X-ışını tüpüne ise 55 kV voltaj ve 30 mA akım verilerek çalıştırılmıştır. Şekil 26’da güç kontrol ünitesi gösterilmektedir.



Şekil 26. Güç Kontrol Ünitesi

2.3.2.3. Ön Yükseltici

Bir ön yükselticinin ana görevi, dedektör çıktısı ile sayma sisteminin diğer bölümleri arasında iyi bir bağlantı temin etmektir. Buna ilaveten ön yükseltici, sinyali etkileyen gürültüyü en aza indirmek için de lazımdır. Dedektörden çıkan zayıf sinyalin kaydedilmeden önce yükseltilmesi gerekmektedir. Bunu yapabilmek için, sinyal bir kablo aracılığıyla sayma sisteminde yer alan bir sonraki bölüm olan yükselticiye gönderilir. Bir sinyalin kablo yardımıyla iletilmesi o sinyalin belirli bir miktarda azalmasına sebebiyet vermektedir. Eğer dedektör çıktısı arzu edilen seviyede değilse, bu çıktı iletim sırasında elektronik gürültü sebebiyle yok olabilir. Bunu önlemek için ön yükseltici detektöre mümkün olan en yakın pozisyonda konumlandırılmalıdır. Ön yükseltici, sinyali biçimlendirmeye ve yükselticinin öz direnci ile detektörün öz direncini eşitlemek amacıyla onun azalmasını önler. Si(Li) yarı iletken detektörünün ön yükselticisi aşağıdaki şekil 27’de gösterilmektedir.



Şekil 27. Si(Li) Dedektörü Ön Yükselticisi

2.3.2.4. Yükseltici

Bir spektrometre sisteminde yükseltici ana yükseltme görevini üstlenmektedir. Zayıf olan sinyali yaklaşık olarak 1000 kat veya daha fazla artırmaya yarar. Sinyal yükseltmenin yanı sıra yükselticinin bir diğer önemli işlevi, ön yükselticiden çıkan sinyali istenilen değere uygun bir şekle dönüştürür. Birçok yükseltici

- unipolar (yani, sinyalin ilk kısmı tamamen pozitif veya tamamen negatiftir)
- bipolar (yani, sinyal hem pozitif hem de negatif bileşene sahiptir) olarak adlandırılan iki çıkış tipine sahiptir.

En iyi sinyal/gürültü oranını elde edebilmek için, yükselticinin unipolar çıkışı seçilir. Pikin şekillenme zamanı olarak tarif edilebilen “shaping time” sabitini kullanıcının bilerek seçmesi gerekir. Bu seçim puls genişliğini belirler. Bir spektrumdaki pikler için en iyi çözünürlük (bir pikin başka bir pikten ayrılması) genellikle gürültü ortalaması uzun bir zaman üzerinden alınabilmesi dolayısıyla uzun bir zaman sabitiyle gerçekleştirilebilir. Bununla birlikte, uzun zaman sabitleri daha fazla rasgele fotonların toplanmasına sebebiyet verir. Bu sebepten dolayı, eğer sistem 2000 s^{-1} lik gibi sayma hızlarında çalıştırılacaksa daha kısa zaman sabitleri kullanılmasında fayda vardır.

2.3.2.5. Analog Dijital Dönüştürücü

Analog sayısal dönüştürücü (ADC) yükselticiden alınan analog pulsunun genliğiyle (yani X-ışını fotonunun enerjisiyle) orantılı olacak şekilde bir tam sayıya dönüştürür.

Sayılmış olan her bir puls yüksekliği kadar sayı analizörün hafızasında tutulur. Sonunda bu veri, enerji spektrumu olarak ekrana yansıtılır.

2.3.2.6. Çok Kanallı Analizör

Pulsların depolanıp kaydedilmesi işlemi çok kanallı analizörle (MCA) yapılır. Depolama birimleri kanallara karşılık gelmektedir. Pulsun boyu dedektörde belirlenen fotonun enerjisi ile doğru orantılıdır. Pulsar enerjilerine göre kanallarda depolanır. Kanallardaki 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 fotonların sayısıdır. Çok kanallı analizöre ait bir görsel şekil 28’de gösterilmektedir.



Şekil 28. Çok Kanallı Analizör

2.3.2.7. Numunelerin Uyarılması ve Sayılması

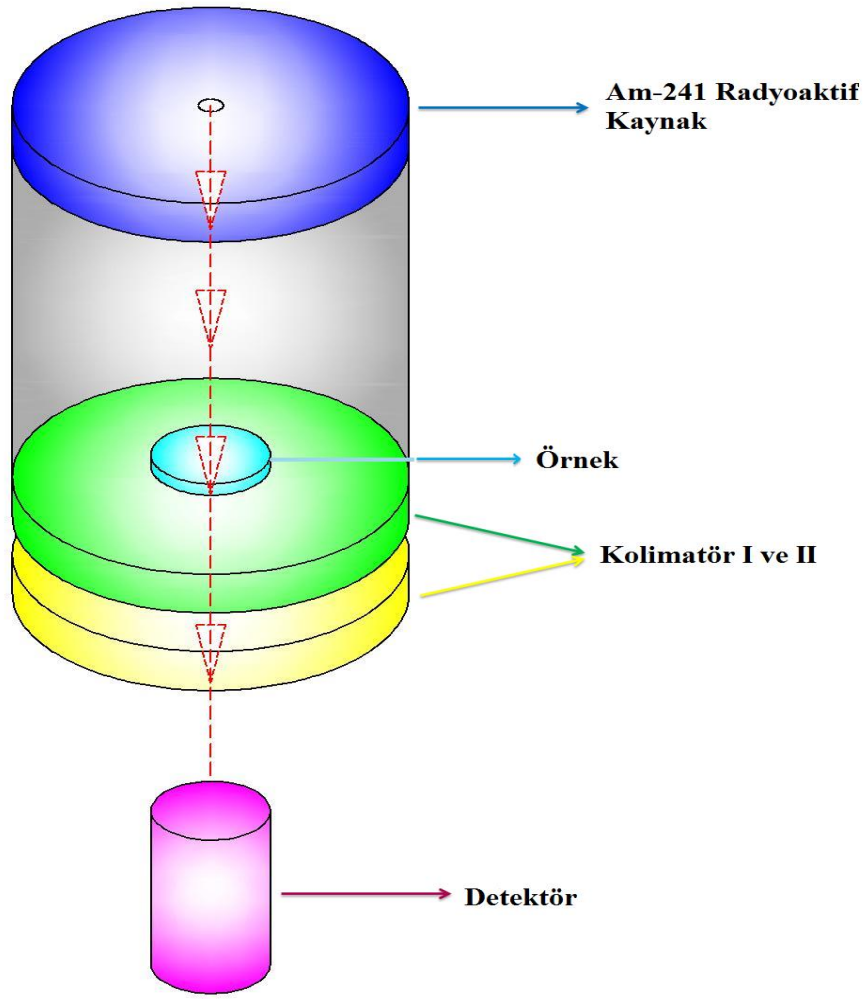
Numuneler molibden hedefli 2 kW güce sahip harici X-ışını tüpünden çıkan 17.47 keV ($Mo K_{\alpha}$) enerjili X-ışını fotonlarla uyarılmıştır. Uyarma sonucunda numunelerden gelen karakteristik X-ışınları yarı maksimumdaki tam genişliği (FWHM) 5,9 keV’de 170eV, Canberra marka bir Si(Li) detektörle sayılmıştır. Ve böylelikle numuneye ait karakteristik piklerden oluşan bir spektrum elde edilir. İncelenen elementin karakteristik piklerinden başka kaçak pikler, satallite pikleri, çoklu saçılmalardan meydana gelen kuyruklanmalar, üst üste

binme pikler, sayaç atomlarının karakteristik X-ışını gibi piklerde meydana gelir. Bu piklerin analiz edilerek numuneye ait gerçek karakteristik X-ışını piklerinin elde edilmesi gerekmektedir. Bu tip pikleri ayırt edebilmek için WinAxill programı yardımıyla K X-ışını pikleri analiz edilmiştir.

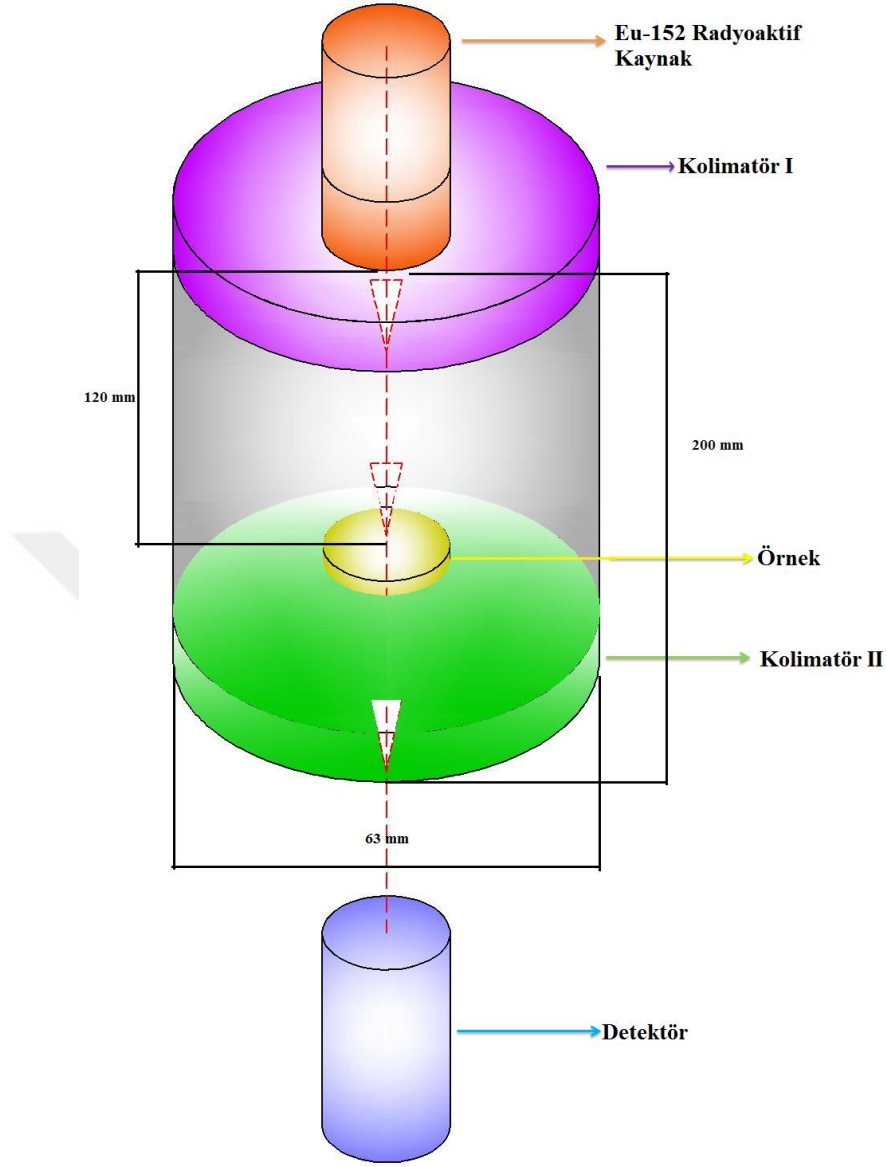
2.4. Transmisyon Geometrili Gama Işını Soğurma Sistemi

Soğurma çalışmaları iki ayrı kaynak ve deney geometrisi ile gerçekleştirilmiştir. Kullanılan iki geometri de transmisyon dar demetli geometri olarak tanımlanmaktadır. Her iki deney sistemine ait deney geometrisinin gösterimleri şekil 29 ve 30'da gösterilmektedir.





Şekil 29. Am-241 Kaynaklı Gama Soğurma Geometrisi



Şekil 30. Eu-152 Kaynaklı Gama Soğurma Geometrisi

Eu-152 kaynaklı deney geometrisinde aşağıdaki kolimatörler kullanılmıştır. Bu kolimatör sistemlerinin yandan ve üstten görünüşleri Şekil 31’de gösterilmektedir.



Şekil 31. Eu-152 kaynaklı deney geometrisinde kullanılan kolimatör sistemi

Am-241 kaynaklı deney geometrisinde ise Şekil 32’de gösterilen kolimatörler kullanılmıştır.



Şekil 32. Am-241 kaynaklı deney geometrisinde kullanılan kolimatörler

Bu iki geometriye ait kullanılan sistemlerin görüntüleri sırasıyla şekil 33 ve şekil 34’de gösterilmektedir.



Şekil 33. Gama Soğurma Spektrometresi



Şekil 34. EDXRF Soğurma Sistemi

2.4.1. Numune Hazırlama

Numunelerin ağırlığı yaklaşık olarak 100 miligram olacak şekil 18’de gösterilen hassas terazi yardımıyla ayarlanmıştır. 13 mm çaplı pellet basma makinesi yardımıyla basılmıştır. Basılan numuneler aşağıdaki Şekil 35’de gösterilmiştir.



Şekil 35. Soğurma Çalışması İçin Hazırlanan Numuneler

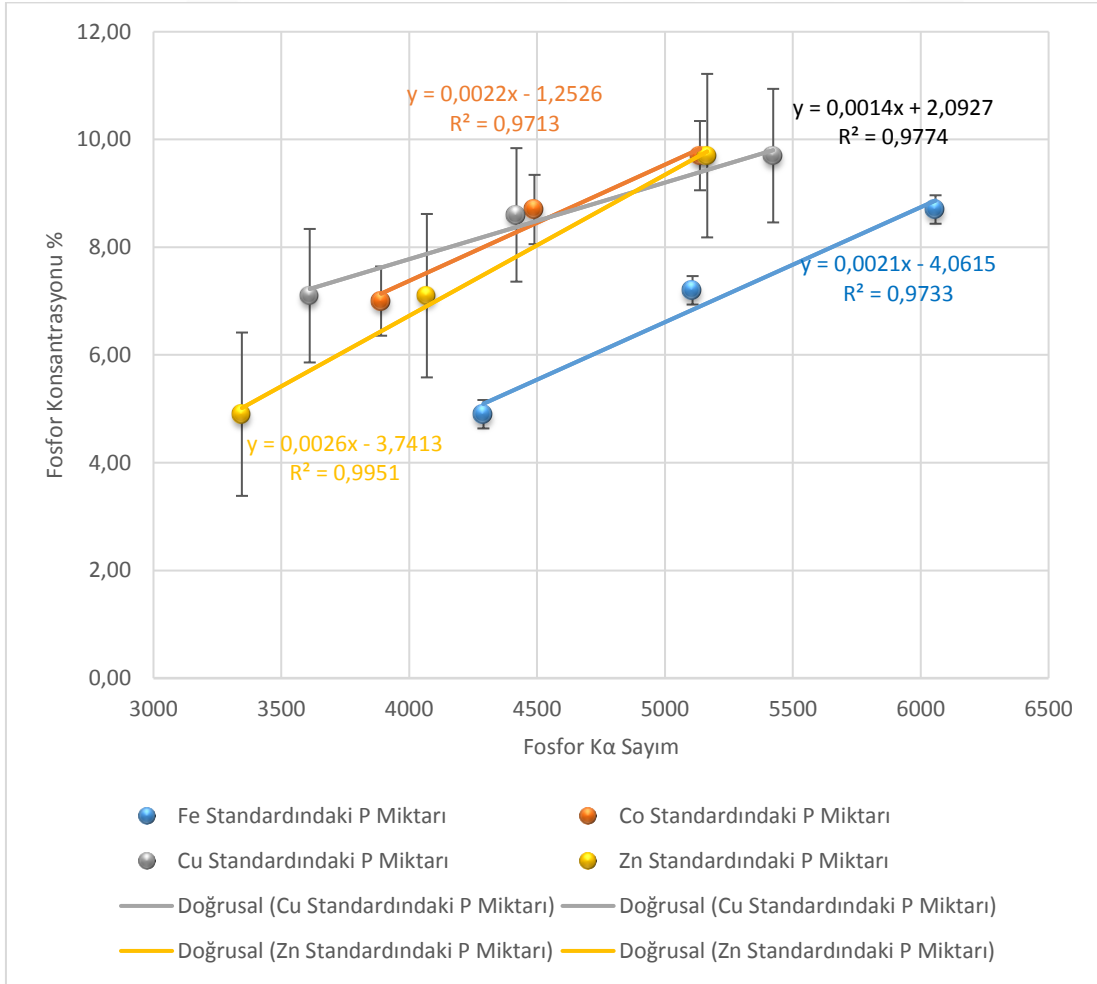
Hazırlanan numuneler hem X-ışını soğurması için hem de gama ışını soğurması için kullanılmıştır. Çoklu enerjili X ışını soğurması için numuneler bant numune şeklinde hazırlanmıştır.

2.5. Hesaplamalar

Hesaplamalar konsantrasyon hesapları ve gama soğurma parametrelerini kapsamaktadır. Soğurma parametreleri ise; kütle soğurma katsayısı, tesir kesitleri (moleküler, elektronik, atomik), etkin atom numarası ve elektron yoğunluğu gibi parametreleri içermektedir.

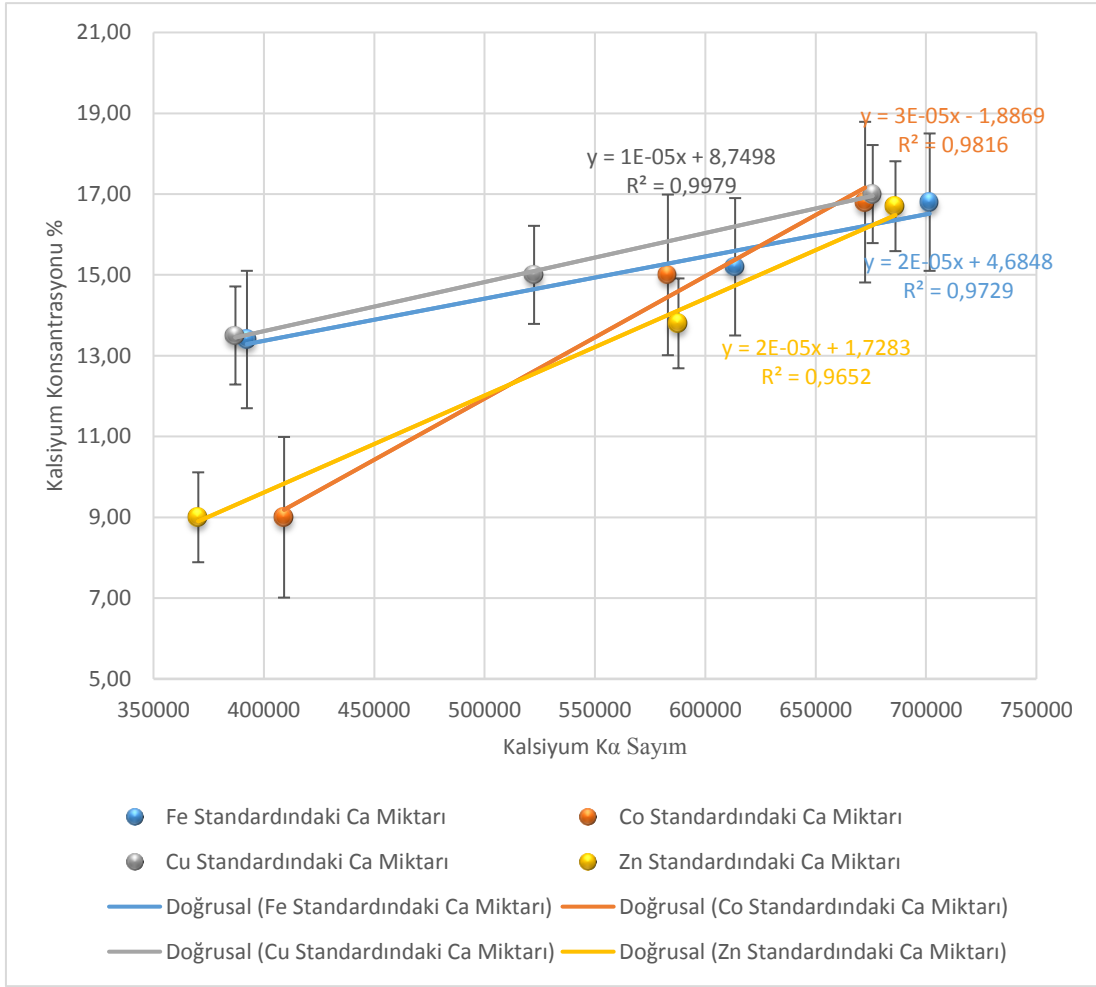
2.5.1.Kimyasal Analiz Hesaplamaları

Standart metot kullanılarak numunelerdeki elementlerin konsantrasyon değerleri yüzde olarak hesaplanmıştır. Standard numuneleri için elde edilen ilgili elementin sayım sayılarına karşılık olarak Tablo 5’deki konsantrasyon değerleri için grafikler çizdirilmiştir. Demir, Kobalt, Bakır ve Çinko içerikli standartlardaki fosfor elementine ait grafikler ve fit değerleri Şekil 36’da birlikte gösterilmektedir. Grafiklerin R^2 değeri ilgili grafikte gösterilmektedir. Bu grafiğin eğiminden elde edilen a ve b sabitleri de aynı grafikte gösterilmektedir.

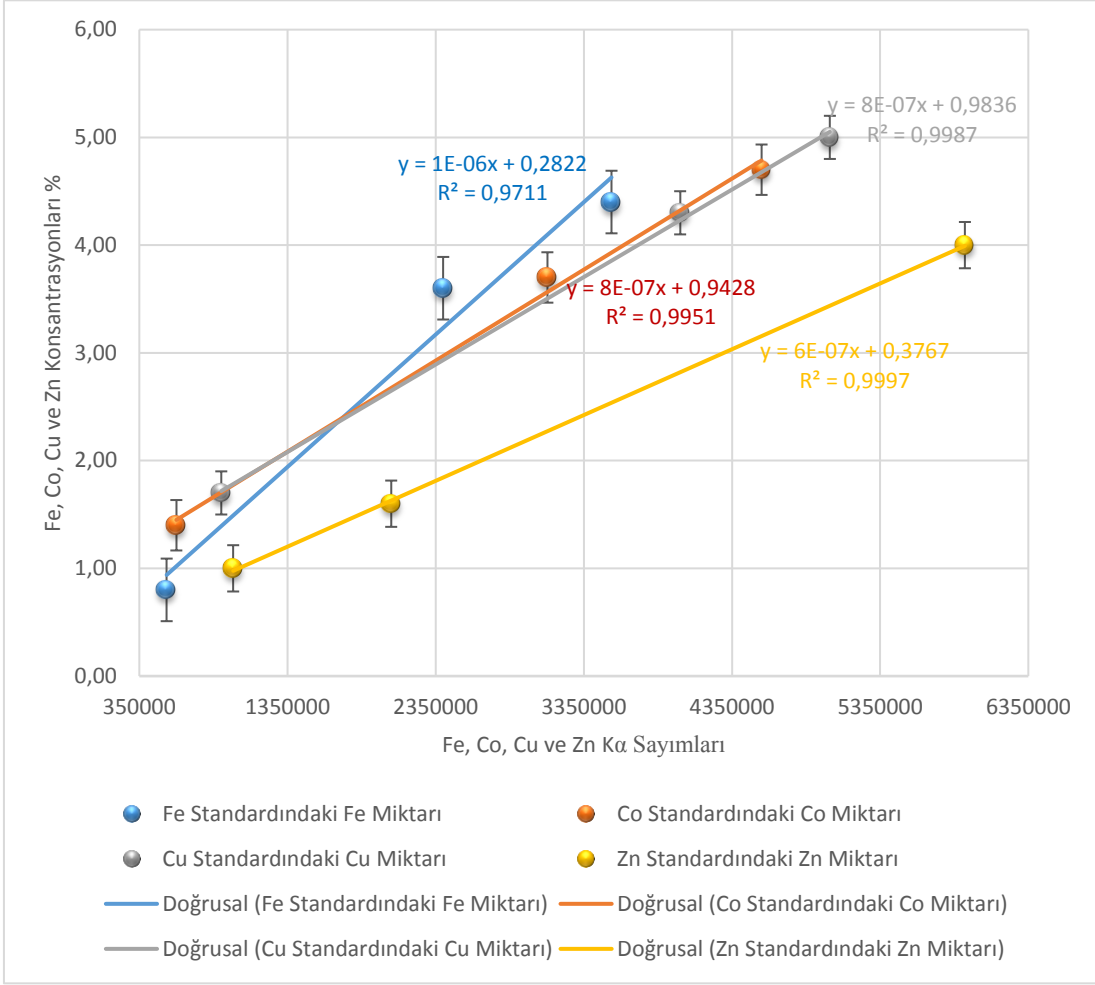


Şekil 36. Demir, Kobalt, Bakır ve Çinko Standartlarındaki Fosfor Konsantrasyonları

Aynı durum kalsiyum, demir, kobalt, bakır ve çinko elementleri için de yapılmıştır. Ve ilgili grafikler Şekil 37 ve 38’de gösterilmektedir.



Şekil 37. Demir, Kobalt, Bakır ve Çinko Standartlarındaki Kalsiyum Konsantrasyonları



Şekil 38. Demir, Kobalt, Bakır ve Çinko Standartlarındaki Demir, Kobalt, Bakır ve Çinko Konsantrasyonları

Bu grafikler fit edilerek elde edilen eğim denklemindeki sabitler kullanılarak araştırmaya konu olan numunelerdeki P, Ca, Fe, Co, Cu ve Zn elementlerinin konsantrasyon miktarları aşağıdaki denklem ile yüzde mertebesinde hesaplanmıştır.

$$Konsantrasyon = a * sayım sayısı + b \quad (15)$$

2.5.2. Gama Işını Kütle Soğurma Katsayı Hesabı

Gama ışını kütle soğurma katsayısı denklem 15'te yer verilen Lambert-Beer yasasından türetilebilir.

$$\frac{\mu}{\rho} = -\frac{1}{\rho x} \ln\left(\frac{I}{I_0}\right) \quad (16)$$

Burada I ; x kalınlığındaki numune boyuncaki şiddettir. I_0 ise $x=0$ iken ki şiddettir. ρ ise numune yoğunluğudur (g/cm^3), μ/ρ kütle soğurma katsayısı (cm^2/g) ve ρx de g/cm^2 başına tabaka numune kalınlığıdır ve denklem 16 ile belirlenir.

$$\rho x = \frac{m}{\pi r^2} \quad (17)$$

m numunenin gram cinsinden kütesiyken r ise numunenin yarıçapıdır (6.5 mm).

Kütle soğurma katsayısı (μ/ρ) herhangi bir kimyasal bileşik veya elementlerin karışımı için aşağıdaki ifadeyle verilir.

$$\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_{Bileşik} = \sum_i \omega_i \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_i \quad (18)$$

Burada ρ numunenin kütle yoğunluğu ve ω_i ve $\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_i$ sırasıyla ağırlık oranı ve bileşiği oluşturan i inci elementin kütle soğurma katsayısıdır. Bir kimyasal bileşik için ağırlık oranı aşağıdaki ifade ile verilmektedir.

$$\omega_i = \frac{a_i A_i}{\sum_i a_i A_i} \quad (19)$$

Bu formüldeki A_i i inci elementin atom ağırlığıdır ve a_i ise formül birimlerinin sayısıdır.

Eğer biz bileşiği oluşturan elementin toplam kütle soğurma katsayısını elde edebilirsek i inci değer aşağıdaki ifadeyle verilir.

$$\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_i = \frac{\left(\frac{\mu}{\rho}\right)_{Bileşik} - \sum_{j \neq i} \omega_j \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_j}{\omega_i} \quad (20)$$

Toplam kütle soğurma katsayılarının teorik değerleri WinXCom yardımıyla hesaplanmıştır. Bu program X-ışını ve gama ışını soğurma katsayılarını ve etkileşim tesir kesitlerini hesaplamada iyi bilinen XCOM'un Windows versiyonudur. WinXCom olarak adlandırılan bu yeni program geliştirilmiş kullanıcı ara yüzüne sahiptir (Gerward vd., 2001).

2.5.2.1. Moleküler ve Atomik Tesir Kesitlerinin Hesabı

Aşağıdaki formüle göre hem deneysel hem de teorik olarak moleküler tesir kesitini ($\sigma_{t,m}$) hesaplamak için kütle zayıflama katsayılarının teorik ve deneysel değerleri kullanılmıştır.

$$\sigma_{t,m} = \frac{1}{N} \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_c \sum_i (n_i A_i) \quad (21)$$

N, Avogadro numarasıdır. Diğer terimler, önceki denklemlerde tanımlanmıştır. Toplam atomik kesit (σ_t , a) denklemi (4) kullanarak kütle soğurma katsayısı değerlerinin teorik ve deneysel değerleri kullanılarak tanımlanabilir.

$$\sigma_{t,a} = \frac{\sigma_{t,m}}{\sum_i n_i} = \frac{1}{N} \sum_i (f_i A_i) \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_i \quad (22)$$

Burada $f_i = n_i / \sum_i n_i$ atomların sayısı bakımından elementin fraksiyonel bolluğudur. Bireysel elemanlar için toplam elektronik kesit $\sigma_{t,el}$ aşağıdaki formülle ifade edilir.

$$\sigma_{t,el} = \frac{1}{N} \sum_i \frac{f_i A_i}{Z_i} \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_i \quad (23)$$

Bu parametre kütle soğurma katsayısının hem deneysel hem de teorik değerleri vasıtasıyla hem deneysel hem de teorik olarak hesaplanmıştır.

2.5.2.2. Etkin Atom Numarası

Toplam atomik ve elektronik kesitler, aşağıdaki gibi etkili atom numarasıyla (Z_{et}) ilgilidir. Z_i , bir molekülde i. elemanın atomik sayısıdır (K. Singh vd., 2002).

$$Z_{et} = \frac{\sigma_{t,a}}{\sigma_{t,el}} \quad (24)$$

2.5.2.3. Etkin Elektron Yoğunluğu Hesabı

Elektron yoğunluğu N_{el} eşitlik 2 ve 6 kullanılarak türetilmiştir.

$$N_{el} = \frac{(\mu/\rho)_c}{\sigma_{el}} = \frac{N}{M} Z_{eff} \sum_i n_i \quad (25)$$

nFeHA, nCoHA, nCuHA and nZnHA numuneleri için etkin atom numarası ve electron yoğunluğu eşitlik 26 ve 27 kullanılarak 59.5 keV enerjide hesaplanmıştır.

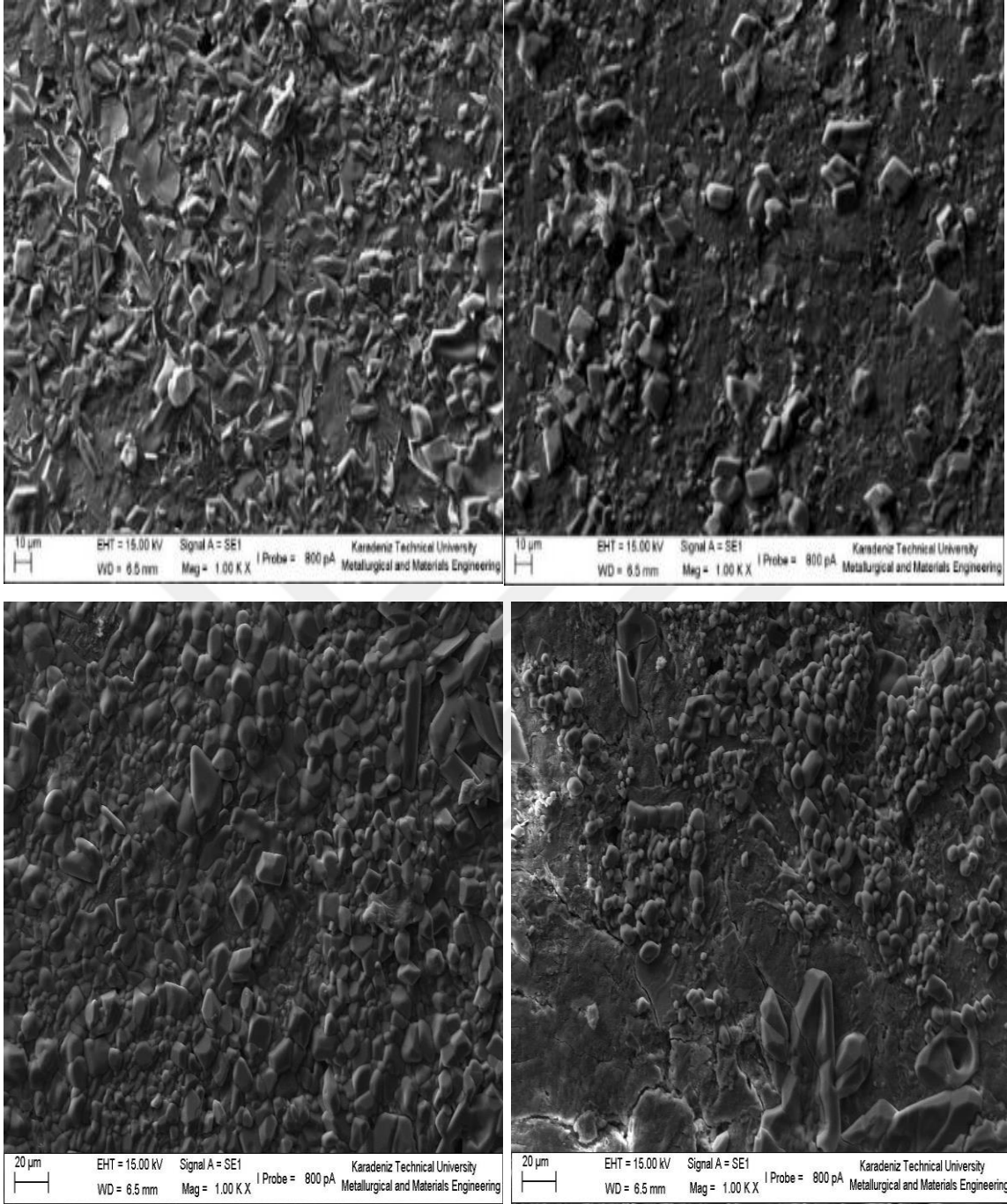


3. BULGULAR

3.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ile İlgili Bulgular

EDX spektrumlarına ek olarak yüzey fotoğrafları taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile elde edilmiştir. Numunelere ait SEM görüntüleri Şekil 39'da gösterilmektedir.



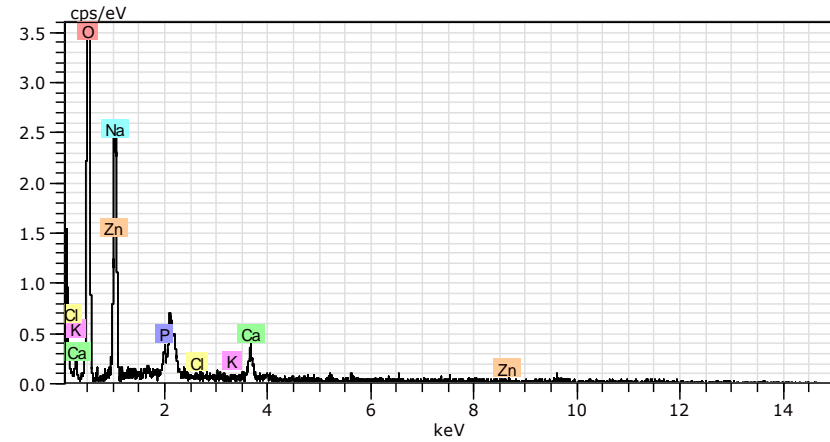
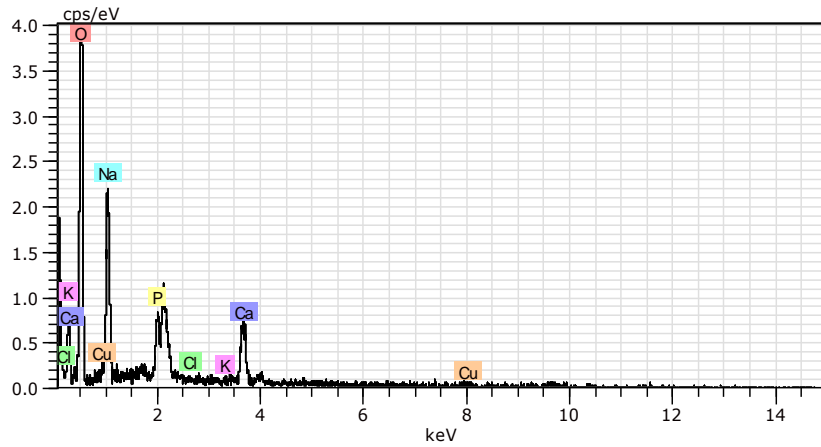
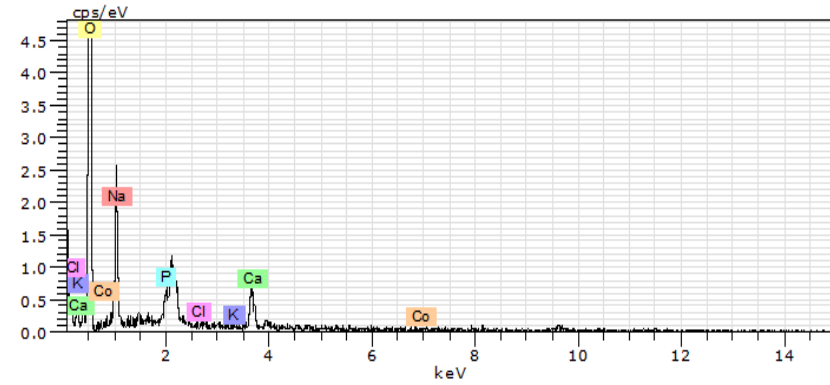
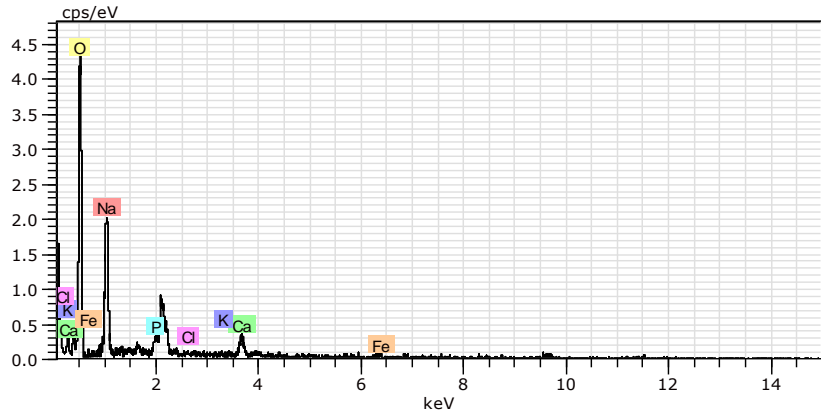


Şekil 39. Demir, Kobalt, Bakır ve Çinko Katkılı Hidroksiapatit Numunelerine ait SEM Fotoğrafları

3.2. Enerji Dağılımlı X-Işını Spektroskopisi ile İlgili Bulgular

Soğurma katsayılarının teorik olarak hesaplanabilmesi için numunelerin stokiyometrik formülleri gerekmektedir. Bu formülü elde edebilmek için enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi (EDX) ile elementel analizleri yapılmıştır. Demir, kobalt, bakır ve çinko katkılı hidroksiapatit yapay kemik tozlarına ait EDX spektrumları Şekil 40'da gösterilmiştir.





Şekil 40. Demir, Kobalt, Bakır ve Çinko Katkılı Hidroksiapatit Numunelerine ait EDX Spektrumları

EDX sonuçlarına göre elde edilen konsantrasyon değerleri Tablo 6'da gösterilmektedir.

Tablo 6. nFeHAp, nCuHAp, nCoHAp ve nZnHAp Numunelerine Ait EDX Konsantrasyon Değerleri

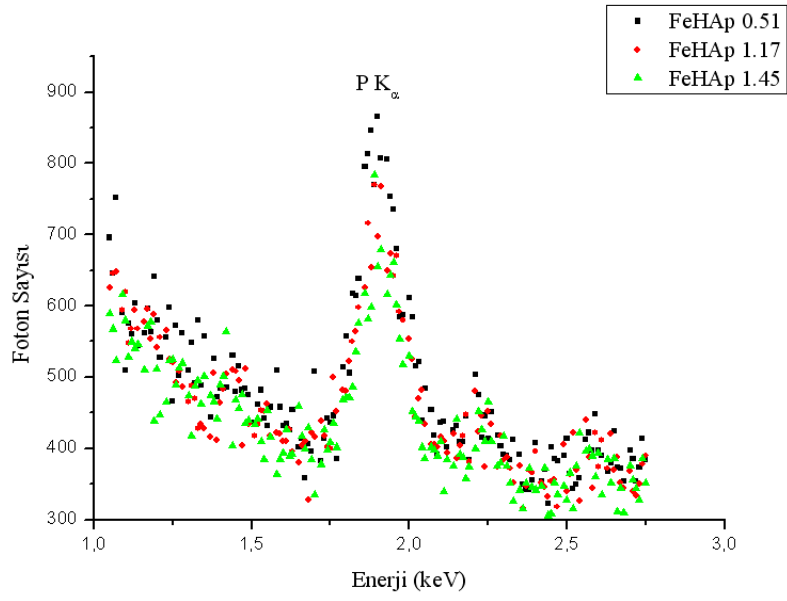
Örnek	O	Na	Ca	P	K	Cl	Fe	Co	Cu	Zn
nFeHAp1	68.59±7.2	4.83±0.3	14.89±0.7	10.50±0.5	0.27±0.1	0.22±0.1	0.69±0.1	-	-	-
nFeHAp2	61.89±6.8	7.70±0.4	16.45±0.7	12.12±0.5	0.31±0.1	0.68±0.1	0.86±0.2	-	-	-
nFeHAp3	66.98±7.2	6.09±0.4	14.70±0.7	10.21±0.5	0.29±0.1	0.22±0.1	1.52±0.2	-	-	-
nCoHAp1	61.70±6.7	4.89±0.3	19.20±0.9	12.79±0.6	0.43±0.1	0.33±0.1	-	0.67±0.2	-	-
nCoHAp2	63.58±6.6	3.52±0.3	19.56±0.9	11.76±0.5	0.31±0.1	0.23±0.1	-	1.05±0.2	-	-
nCoHAp3	66.27±6.7	4.52±0.3	15.78±0.7	11.74±0.5	-	0.28±0.1	-	1.41±0.2	-	-
nCuHAp1	77.95±5.8	4.64±0.6	9.80±0.5	6.76±0.4	0.1±0.0	0.14±0.1	-	-	0.68±0.2	-
nCuHAp2	62.36±6.2	5.27±0.4	19.77±0.9	11.44±0.5	-	0.10±0.0	-	-	1.05±0.2	-
nCuHAp3	64.22±7.3	5.65±0.5	16.35±0.8	11.76±0.6	0.26±0.1	0.25±0.1	-	-	1.53±0.4	-
nZnHAp1	83.08±6.5	2.24±0.9	10.29±0.6	2.60±0.2	-	0.60±0.1	-	-	-	1.20±0.5
nZnHAp2	81.54±6.5	7.49±2.1	4.85±0.3	4.30±0.3	0.21±0.1	0.15±0.1	-	-	-	1.48±0.4
nZnHAp3	74.04±8.5	6.71±1.7	10.32±0.6	6.89±0.4	0.23±0.1	0.21±0.1	-	-	-	1.61±0.5

3.2.1.Harici X-Işını Tüpü Tabanlı EDXRF Sistemi ile İlgili Bulgular

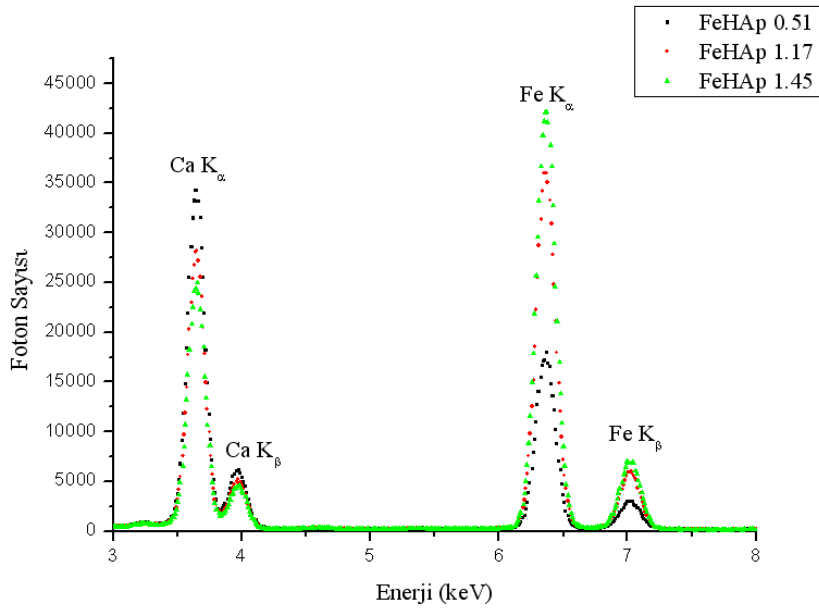
Numuneler ve standard için hazırlanan örnekler pellet formlarda deneye hazır hale getirildikten sonra, numunelerin kimyasal analizini yapmak için molibden (Mo) anotlu X-ışını tüpü tabanlı uyarıcı kaynaktan çıkan 17.478 keV enerjili fotonlarla numuneler uyarılmışlardır. Tez örnekleri 6000 saniyelik gerçek sayma zamanı ile sayıldılar. Örneklerin uyarılması esnasında meydana gelen K X-ışınlarının sayılmasında yarı maksimumdaki genişliği 5,9 keV enerjide 170 eV olan Si(Li) dedektörü kullanıldı. Kimyasal analizlere ait bulgular spektrumlar ve tablolar şeklinde sunulmaktadır. Spektrumlarda analizi yapılan numunelerin içeriğindeki elementlerin pikleri gösterilirken, hazırlanan standard örneklerinin konsntrasyon değerleri ile numunelere katılan metallerin konsntrasyon değerleri, yapıda bulunan kalsiyum ve fosfor elementlerinin konsntrasyon değerleri, Ca/P ve Ca+M/P oranları gösterilmektedir.

3.2.1.1. EDXRF Sistemine Ait Spektrumlar

Demir (Fe), kobalt (Co), bakır (Cu) ve çinko (Zn) katkılı hidroksiapatit yapay kemik tozlarının XRF analizleri sonucu çeşitli spektrumlar elde edilmiştir. Bu spektrumların içerisinde fosfor (P), kalsiyum (Ca), demir (Fe), kobalt (Co), bakır (Cu) ve çinko (Zn) elementleri görülmektedir. Numunelere ait spektrumlar, fosfor pikleri ayrı olacak şekilde diğer elementler ise beraber olacak şekilde çizdirildiler. İlgili pikler Şekil 41-44 aralığında gösterilen spektrumlarda gösterilmektedir.

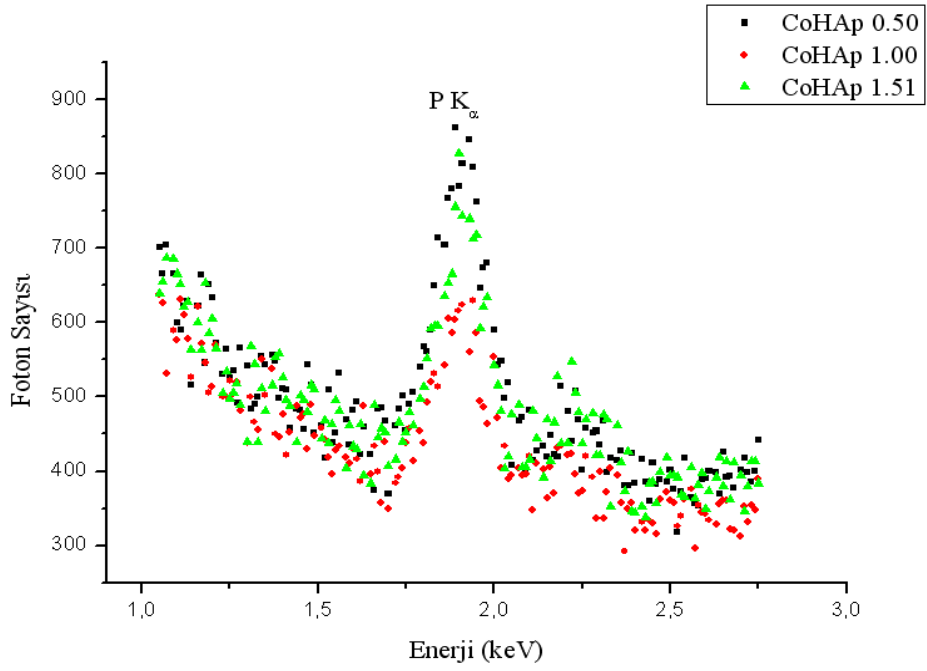


a)

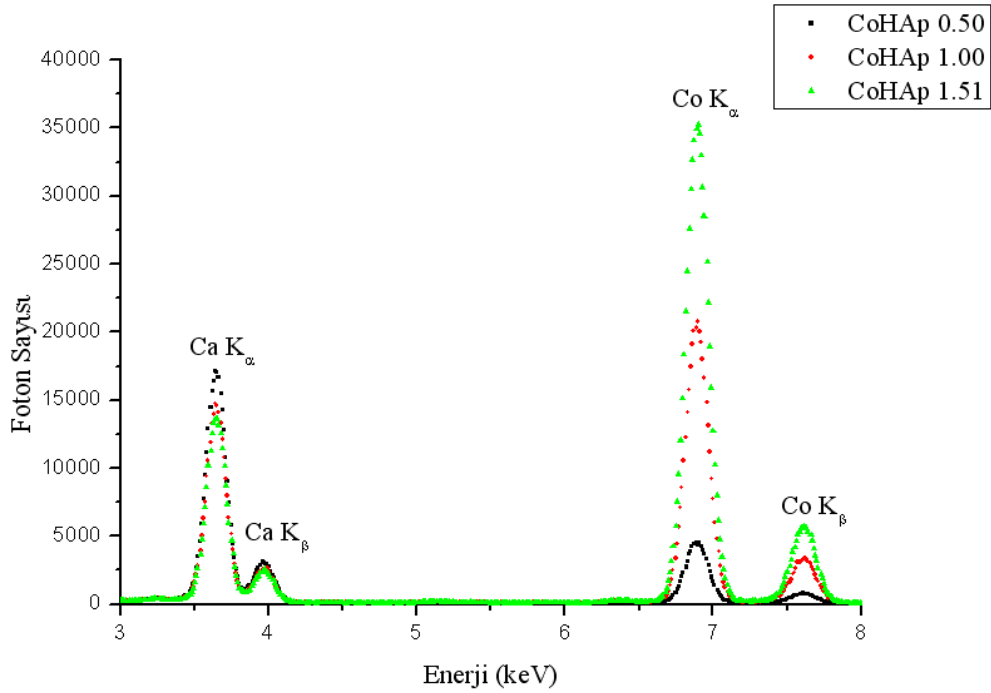


b)

Şekil 41. Demir Katkılı Hidroksiapatit Yapay Kemik Tozlarına Ait EDXRF Spektrumlarındaki a) Fosfor Piki b) Kalsiyum ve Demir Pikleri

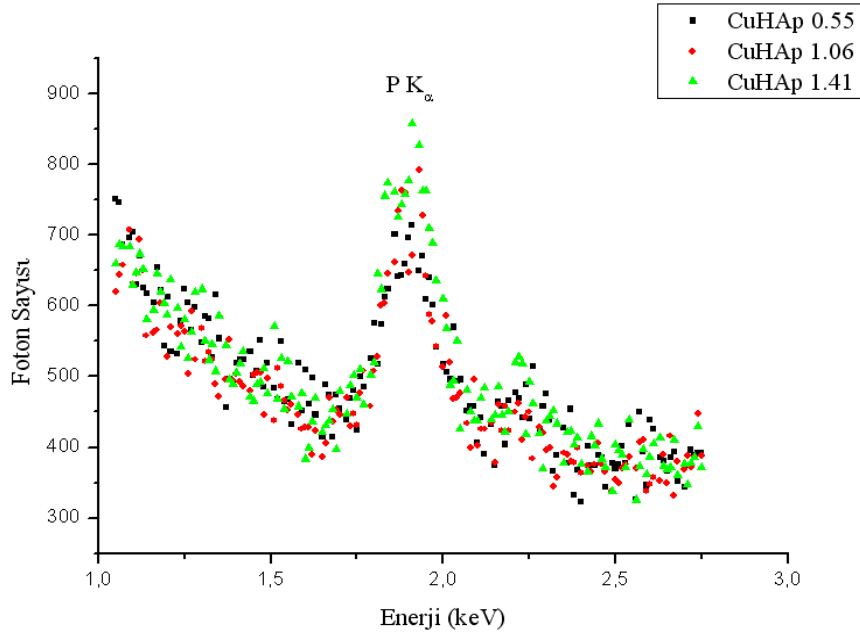


a)

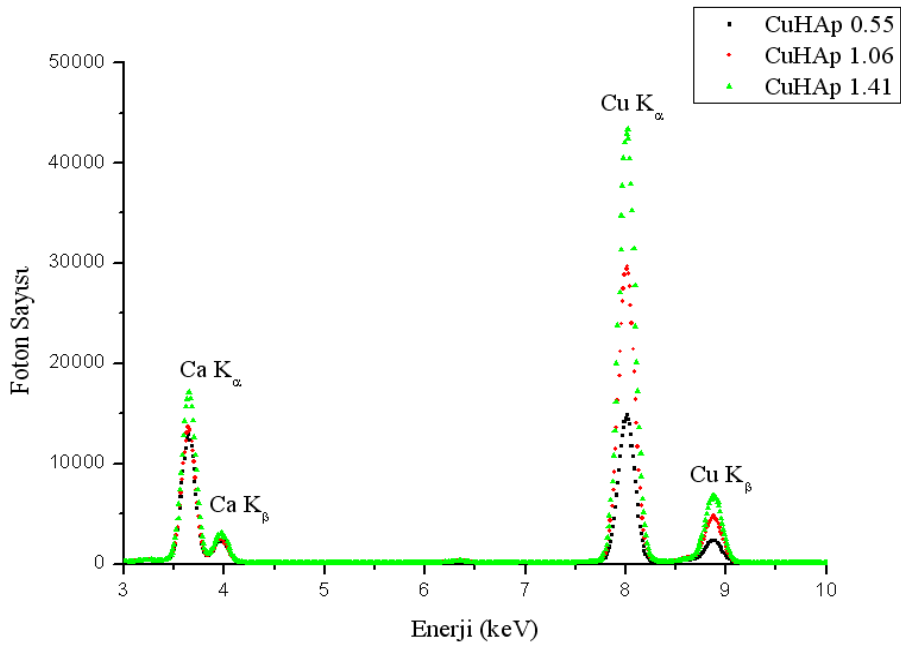


b)

Şekil 42. Kobalt Katkılı Hidroksiapatit Yapay Kemik Tozlarına Ait EDXRF Spektrumlarındaki a) Fosfor Piki b) Kalsiyum ve Kobalt Pikleri

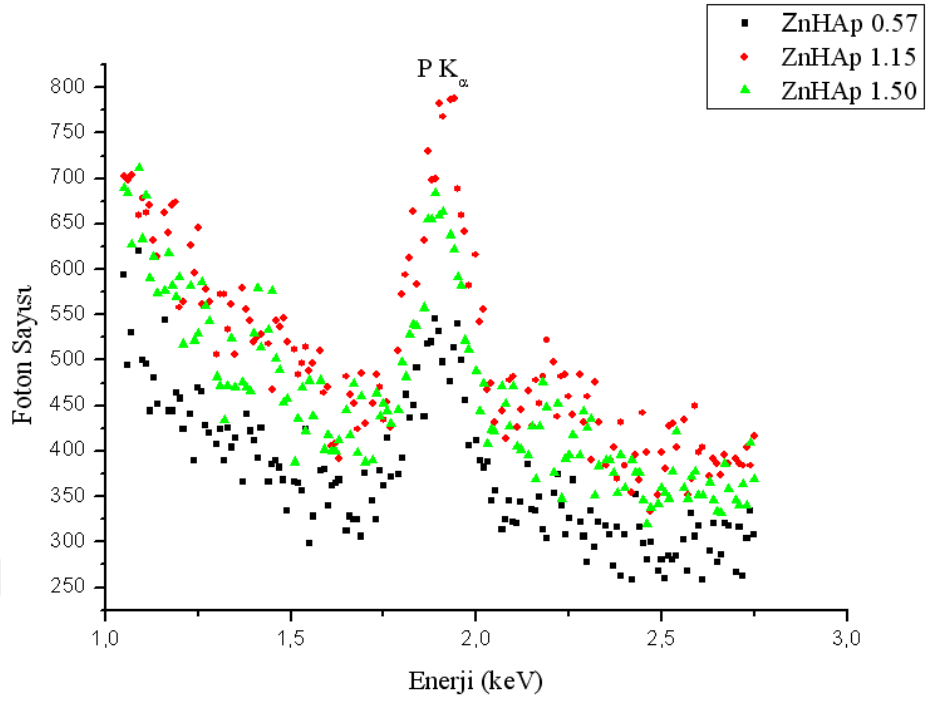


a)

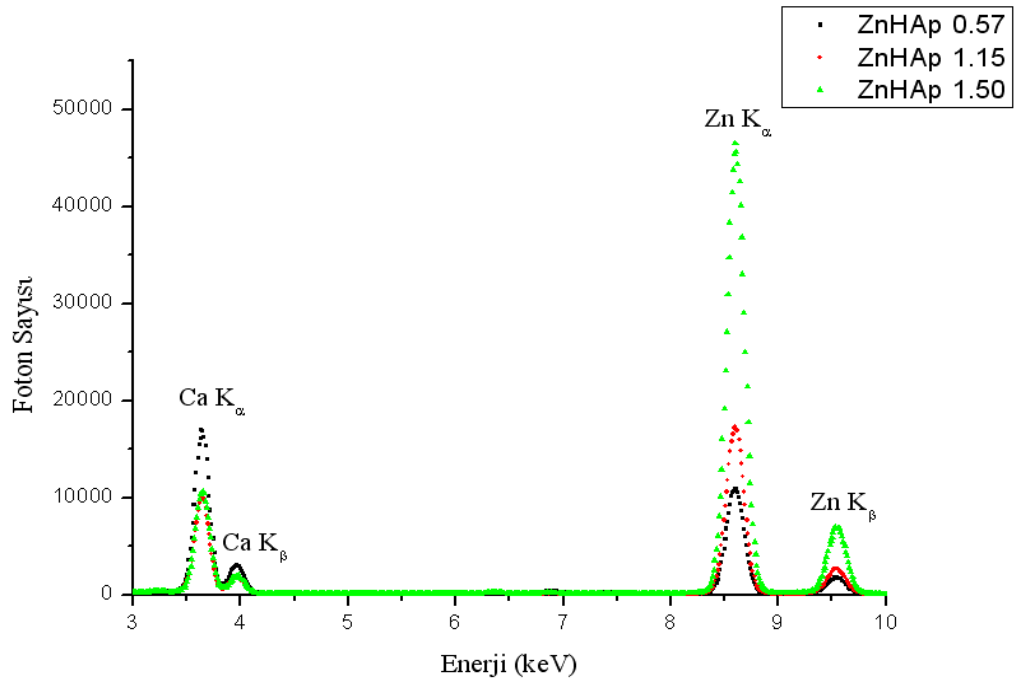


b)

Şekil 43. Bakır Katkılı Hidroksiapatit Yapay Kemik Tozlarına Ait EDXRF Spektrumlarındaki a) Fosfor Piki b) Kalsiyum ve Bakır Pikleri



a)



b)

Şekil 44. Çinko Katkılı Hidroksiapatit Yapay Kemik Tozlarına Ait EDXRF Spektrumlarındaki a) Fosfor Piki b) Kalsiyum ve Çinko Pikleri

3.2.1.2. EDXRF Konsantrasyon Değerleri ile İlgili Bulgular

FeHAp numuneleri için fosfor konsantrasyon değerleri 9.61%, 9.13%, 8.94% olarak belirlenirken CoHAp numunelerine ait fosfor konsantrasyon değerleri 15.02%, 9.65%, 10.68% olarak belirlenmiştir. CuHAp numunelerine ait fosfor konsantrasyon değerleri 9.59%, 10.21%, 8.89% ve ZnHAp numunelerine ait fosfor konsantrasyon değerleri 6.88 %, 7.80%, 7.65% olarak belirlenmiştir.

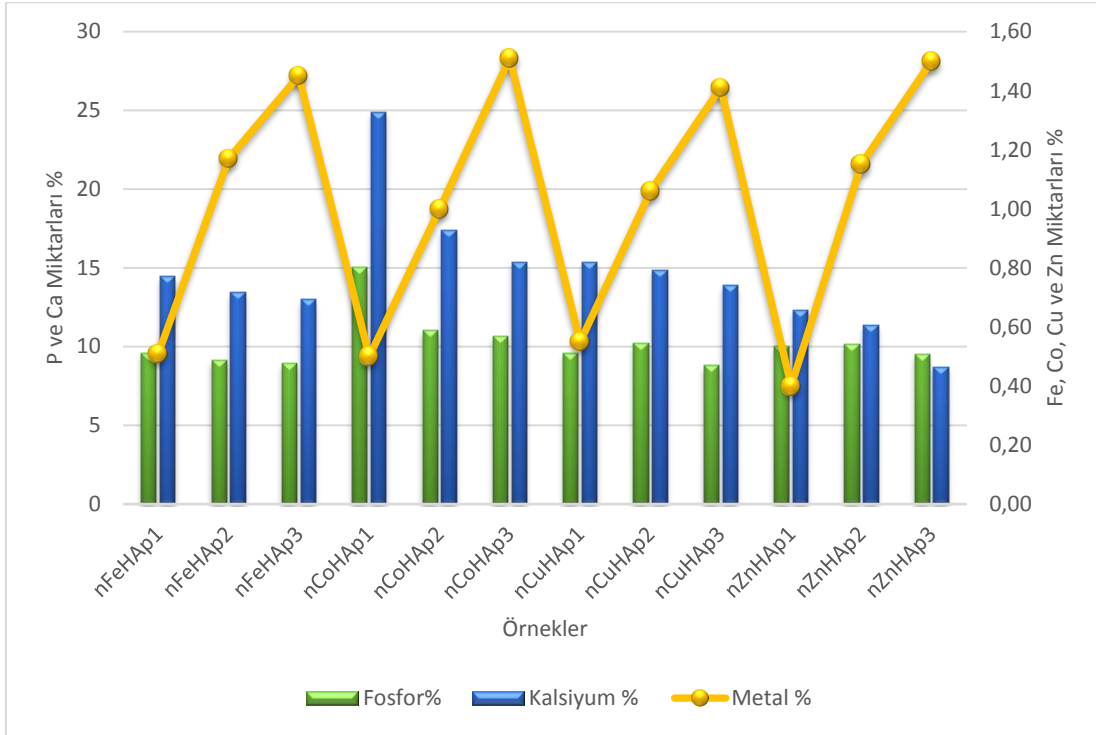
FeHAp numuneleri için kalsiyum konsantrasyon değerleri 9.61%, 9.13%, 8.94% olarak belirlenirken CoHAp numunelerine ait kalsiyum konsantrasyon değerleri 15.02%, 9.65%, 10.68% olarak belirlenmiştir. CuHAp numunelerine ait kalsiyum konsantrasyon değerleri 9.59%, 10.21%, 8.89% ve ZnHAp numunelerine ait kalsiyum konsantrasyon değerleri 6.88 %, 7.80%, 7.65% olarak belirlenmiştir.

FeHAp numuneleri için demir konsantrasyon değerleri 9.61%, 9.13%, 8.94% olarak belirlenirken CoHAp numunelerine ait kobalt konsantrasyon değerleri 15.02%, 9.65%, 10.68% olarak belirlenmiştir. CuHAp numunelerine ait bakır konsantrasyon değerleri 9.59%, 10.21%, 8.89% ve ZnHAp numunelerine ait çinko konsantrasyon değerleri 6.88 %, 7.80%, 7.65% olarak belirlenmiştir. Bu konsantrasyon değerleri tablo 7’de gösterilmektedir.

Tablo 7. Metal Katkılı Hidroksiapatit Yapay Kemik Tozlarındaki Elementlerinin Konsantrasyon Değerleri

Numuneler	Fosfor%	Kalsiyum %	Demir %	Kobalt %	Bakır %	Çinko %
nFeHAp1	9.61	14.48	0.51	---	---	---
nFeHAp2	9.13	13.44	1.17	---	---	---
nFeHAp3	8.94	12.99	1.45	---	---	---
nCoHAp1	15.02	24.85	---	0.50	---	---
nCoHAp2	11.02	17.38	---	1.00	---	---
nCoHAp3	10.68	15.37	---	1.51	---	---
nCuHAp1	9.59	15.36	---	---	0.55	---
nCuHAp2	10.21	14.85	---	---	1.06	---
nCuHAp3	8.82	13.87	---	---	1.41	---
nZnHAp1	10.05	12.31	---	---	---	0.40
nZnHAp2	10.17	11.35	---	---	---	1.15
nZnHAp3	9.52	8.71	---	---	---	1.50

Elementel içeriklerin (fosfor, kalsiyum, demir, kobalt, bakır ve çinko) birbirlerine ve numunelere göre karşılaştırmalı gösterimleri şekil 45'deki grafikte gösterilmektedir.



Şekil 45. EDXRF Konsantrasyon Grafiği

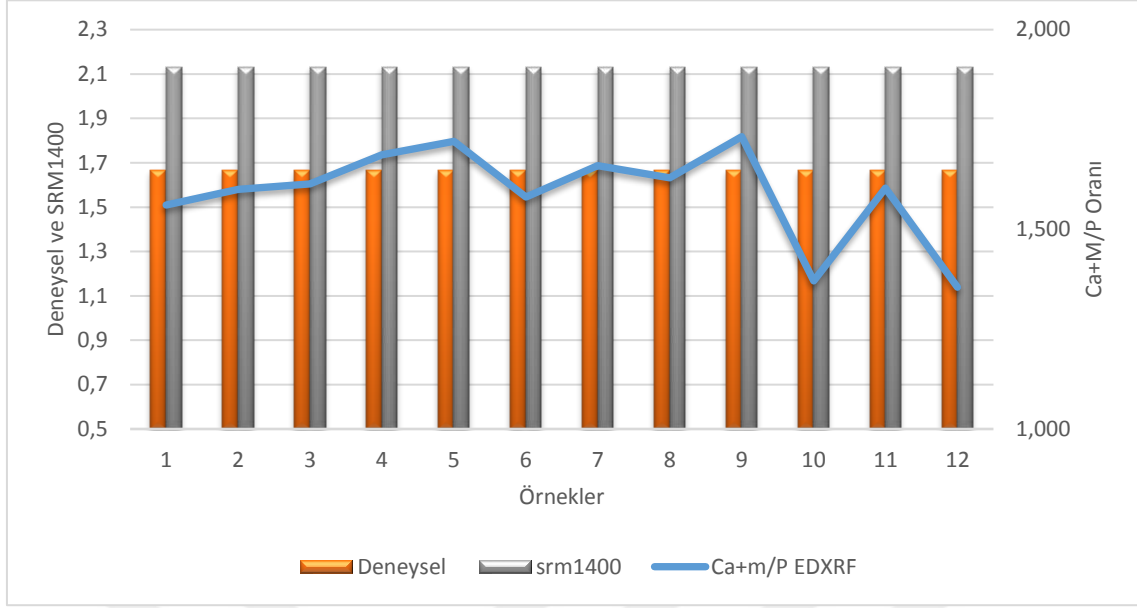
Demir kobalt, bakır ve çinko katkılı hidroksiapatit yapay kemik tozlarına ait Ca/P oranları ve bu oranlara ait teorik değerler aşağıdaki Tablo 8'de gösterilmektedir.

Tablo 8. Metal Katkılı Yapay Kemik Tozlarına Ait Ca/P Oranları

Numuneler	EDXRF	EDXRF	EDX	EDX	Ca/P	NIST
	Ca/P	(Ca+M)/P	Ca/P	(Ca+M)/P		SRM1400
	Deneysel				Teorik	
nHAp	---	---	---	---	1.667	2.132
nFeHAp1	1.506	1.561	1.418	1.484	---	---
nFeHAp2	1.472	1.600	1.357	1.428	---	---
nFeHAp3	1.453	1.614	1.440	1.589	---	---
nCoHAp1	1.654	1.687	1.501	1.554	---	---
nCoHAp2	1.577	1.720	1.663	1.753	---	---
nCoHAp3	1.439	1.581	1.344	1.464	---	---
nCuHAp1	1.602	1.659	1.450	1.550	---	---
nCuHAp2	1.525	1.629	1.728	1.820	---	---
nCuHAp3	1.572	1.732	1.390	1.520	---	---
nZnHAp1	1.288	1.371	3.958	4.419	---	---
nZnHAp2	1.455	1.603	1.128	1.472	---	---
nZnHAp3	1.139	1.335	1.498	1.731	---	---

M: Yapay Kemik Tozlarına Eklenen Demir, Kobalt, Bakır ve Çinko Elementlerinin gösterir

Demir kobalt, bakır ve çinko katkılı hidroksiapatit yapay kemik tozlarına ait Ca/P oranlarının grafik gösterimleri aşağıdaki Şekil 46'da ifade edilmektedir.



Şekil 46. Ca/P Konsantrasyon Oranları

3.3. Soğurma Parametreleri ile İlgili Bulgular

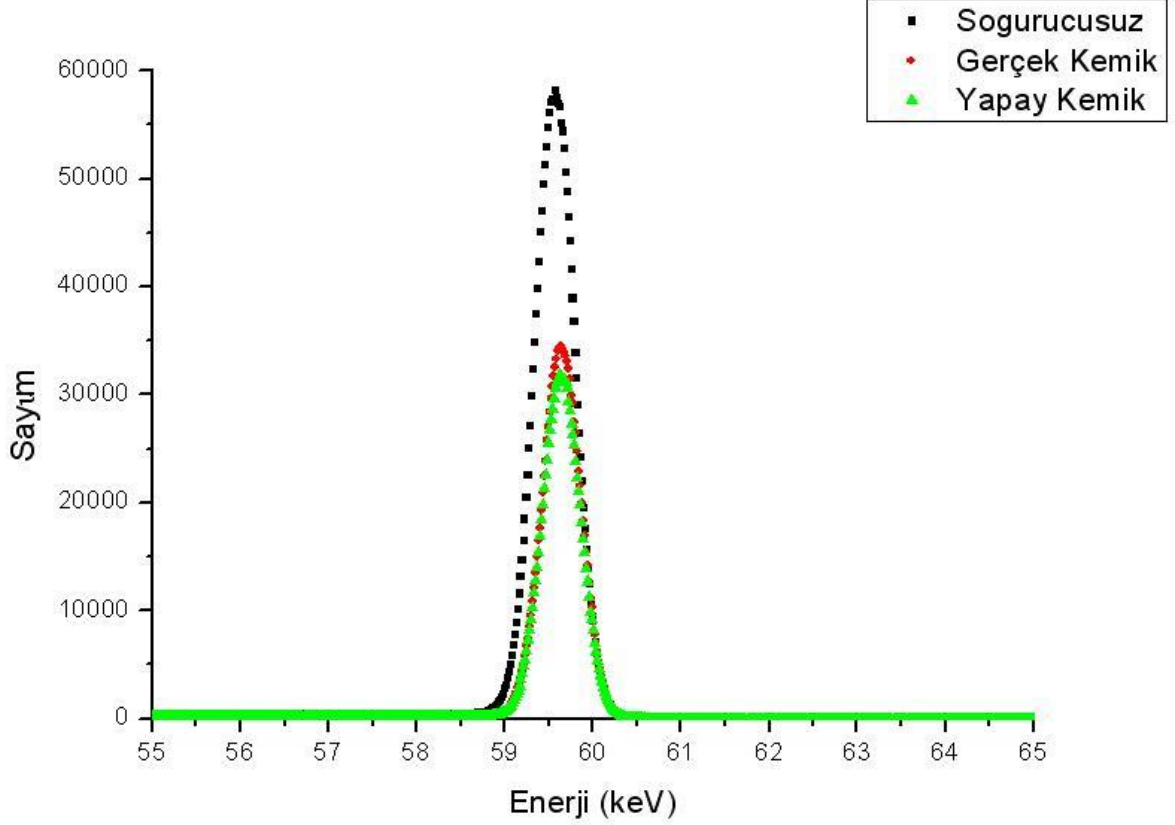
Soğurma parametreleri ile ilgili bulgular; soğurma spektrumlarını, kütle soğurma katsayılarını gösteren tablo ve grafiklerden oluşmaktadır. Ayrıca kütle soğurma katsayıları kullanılarak hesaplanan moleküler, atomik ve elektronik tesir kesitleri ile elektron yoğunluğu ve etkin atom numaraları değerlerinin tablo ve grafik şeklinde sunulmasından oluşmaktadır.

3.3.1. Soğurma Spektrumları ile İlgili Bulgular

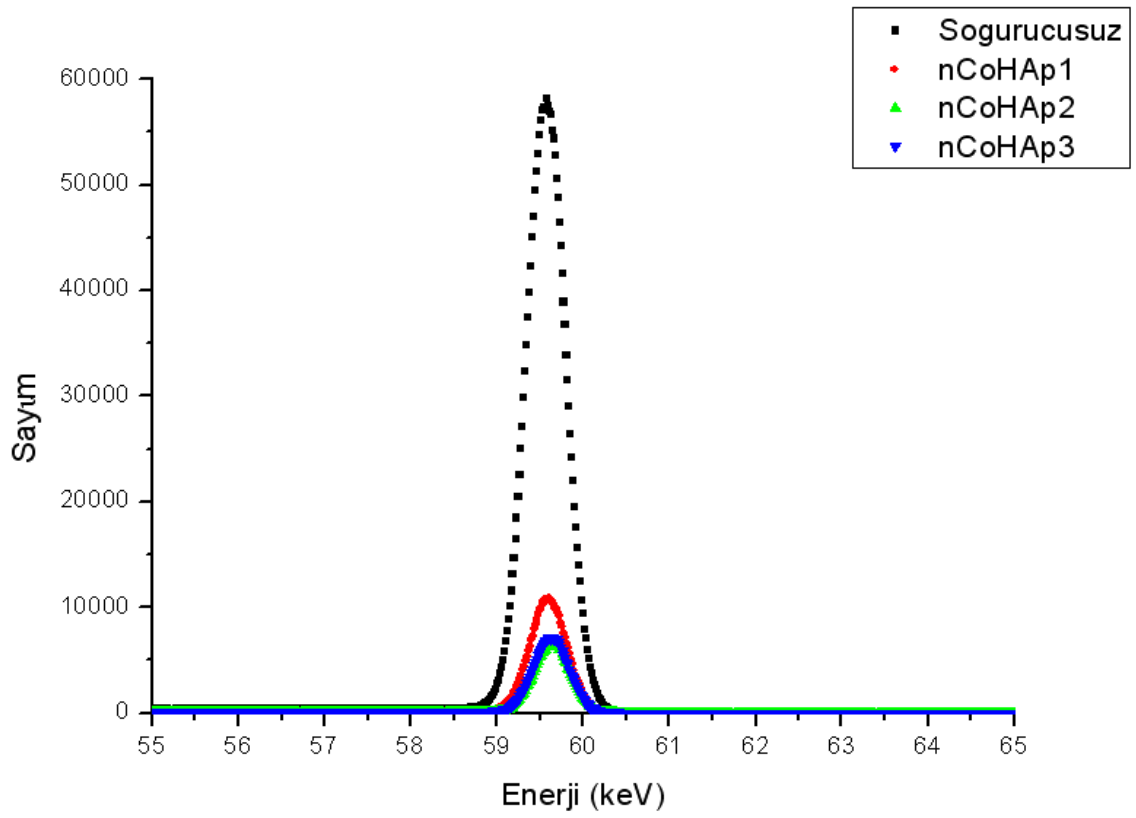
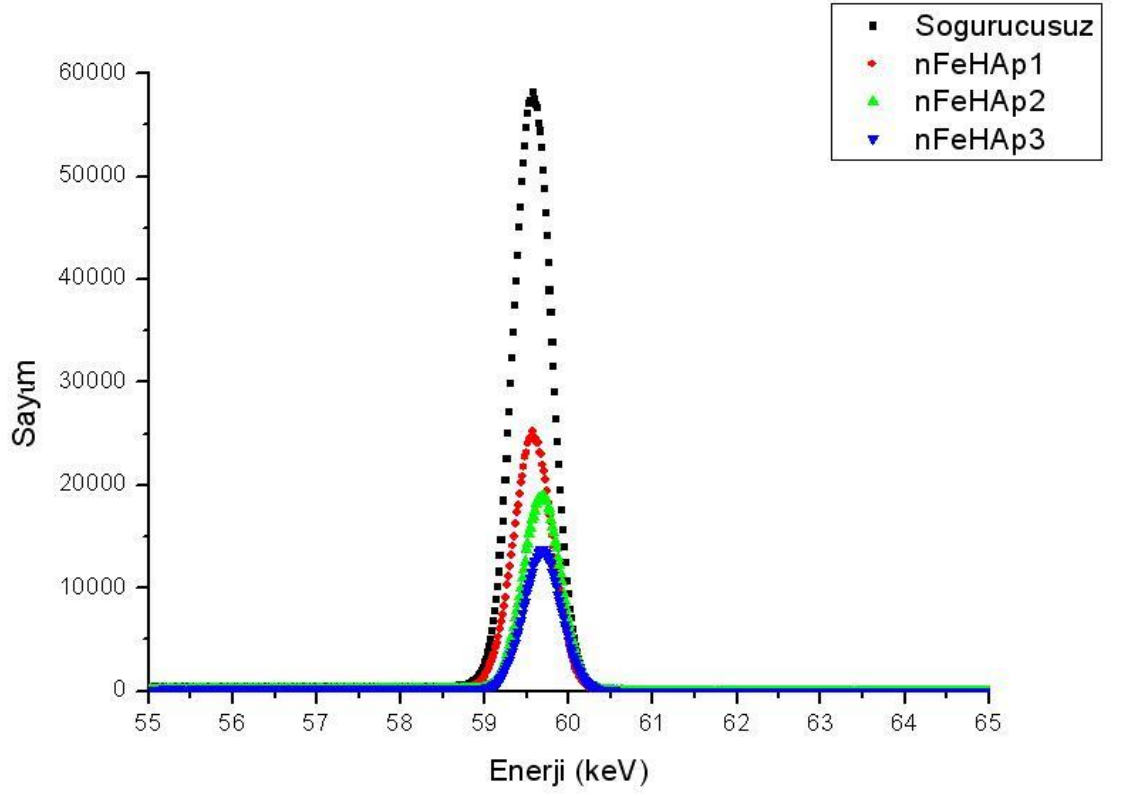
Soğurma spektrumları Am-241 kaynak kullanılarak 59,5 keV ve Eu-152 kaynak kullanılarak ile 778-1408 keV arasındaki beş enerjiyi toplamda altı enerjiyi kapsamaktadır. Bu kapsamda soğurucusuz, gerçek kemik, metal katkısız yapay kemik tozu ve metal katkılı yapay kemik tozlarının soğurma pikleri karşılaştırılmıştır.

3.3.1.1. ^{241}Am ve ^{152}Eu Kaynakları Kullanılarak Elde Edilen Spektrumlar

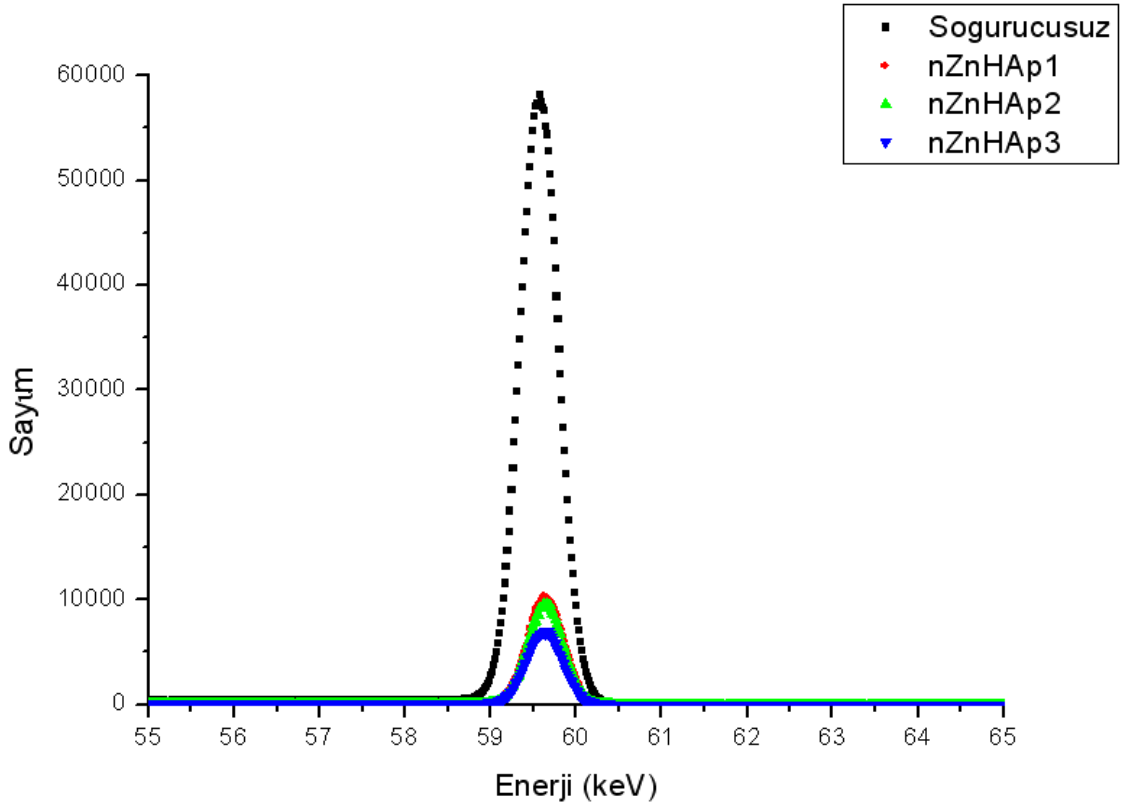
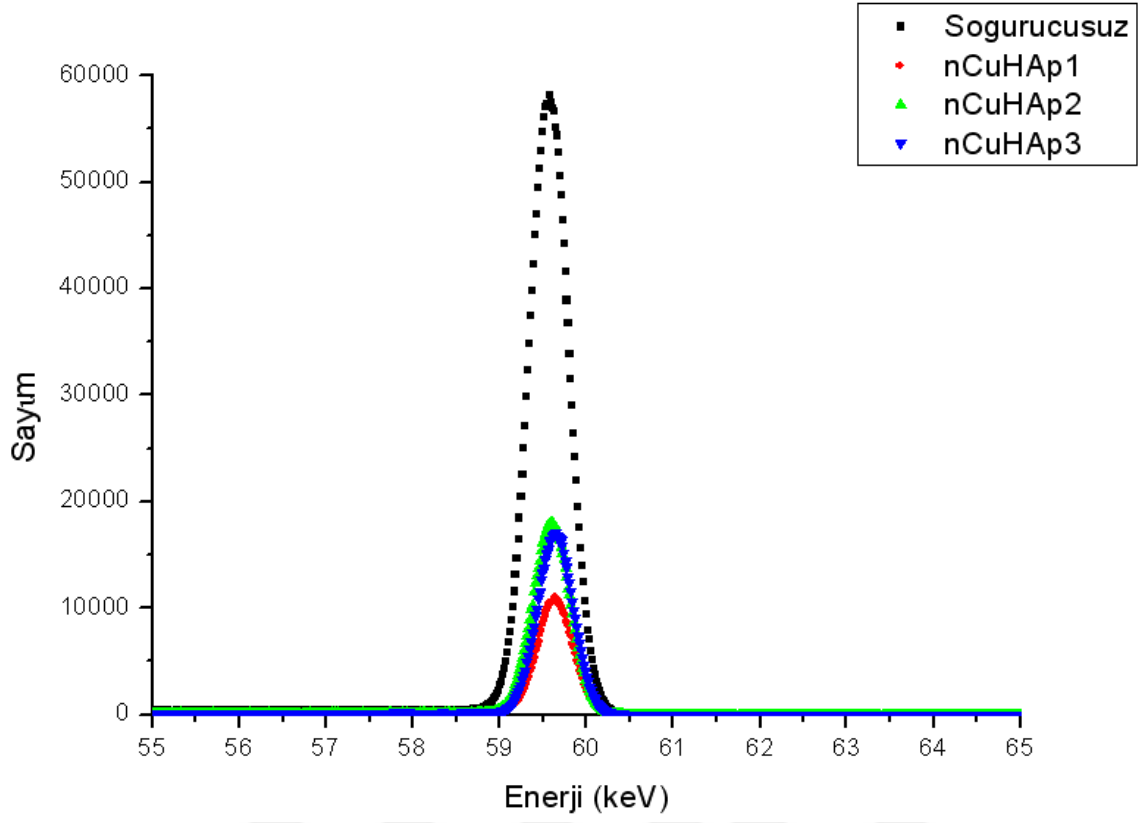
Amersiyum ve eropriyum radyoaktif halka ve sıvı kaynakları kullanılarak uyarılan gerçek kemik, katkısız yapay kemik ve metal katkılı (demir, kobalt, bakır ve çinko) yapay kemik tozlarının soğurma spektrumları Şekil 47-52’de gösterilmektedir.



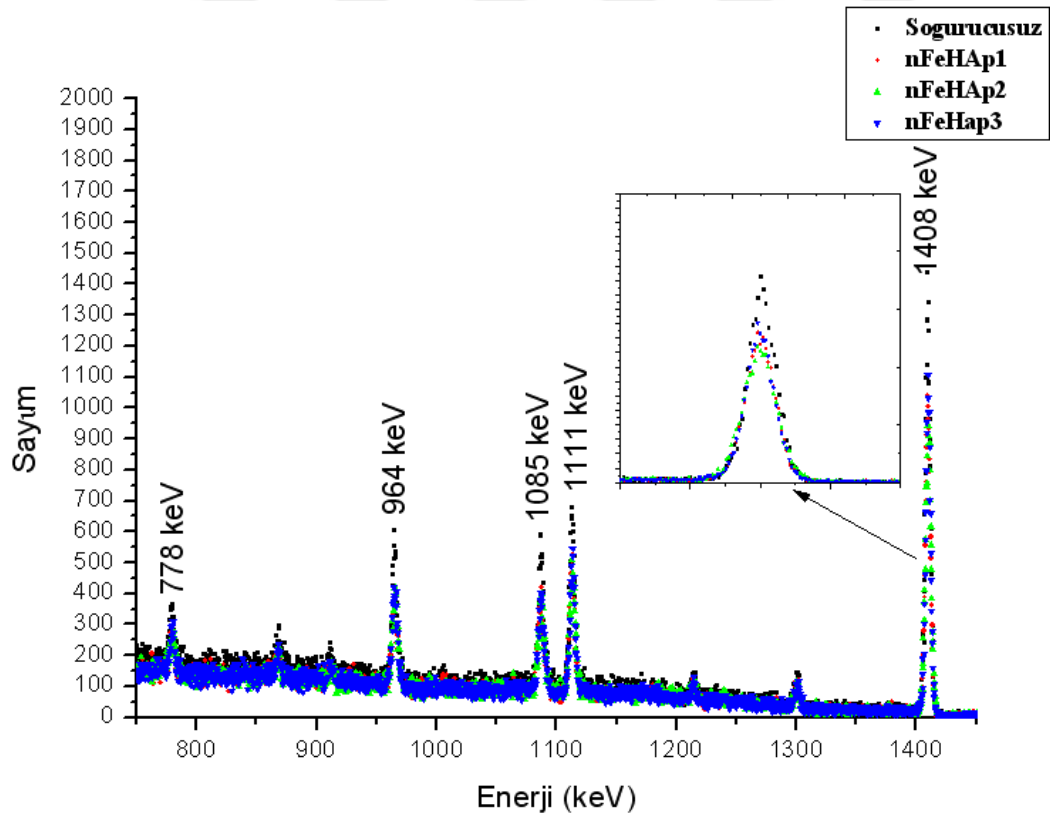
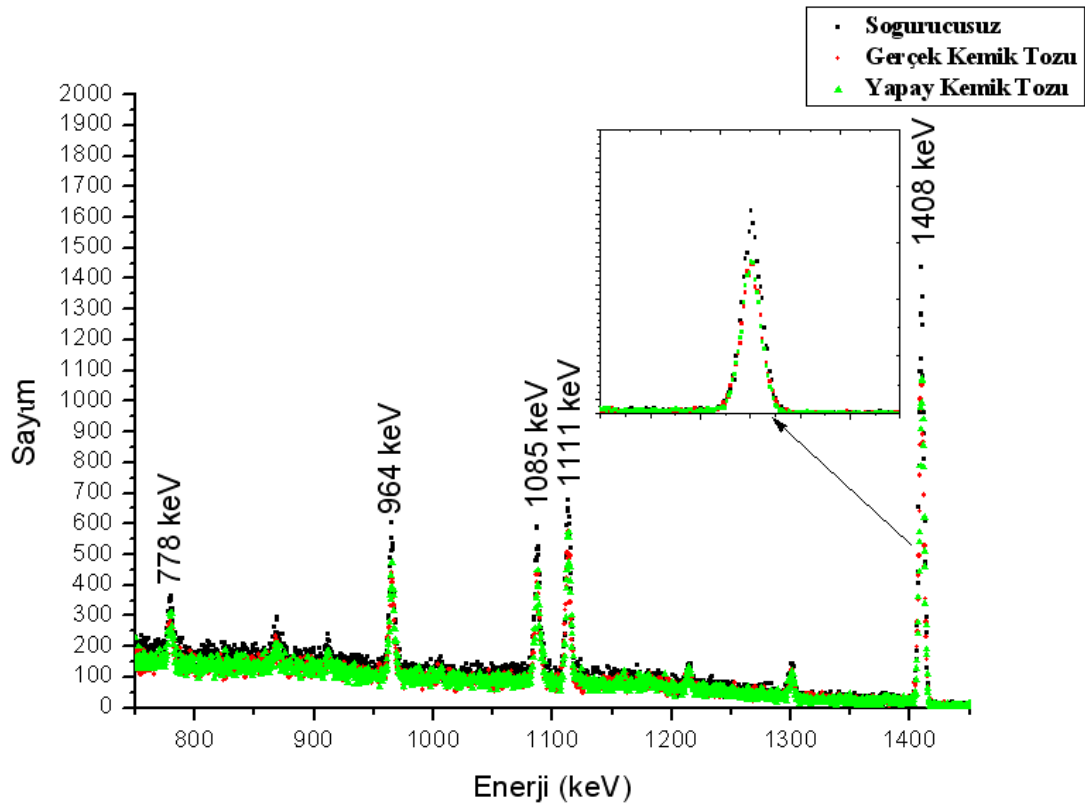
Şekil 47. Soğurucusuz, Gerçek ve Yapay Kemik Tozlarının Soğurma Spektrumları



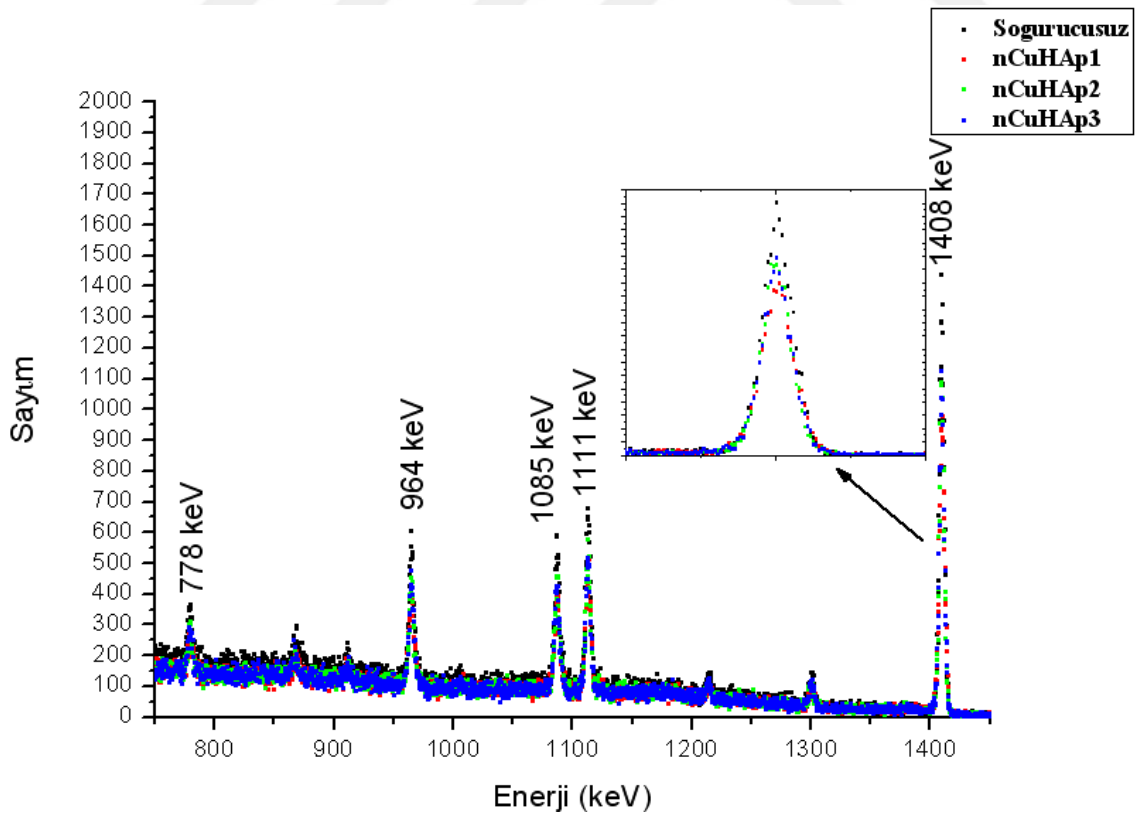
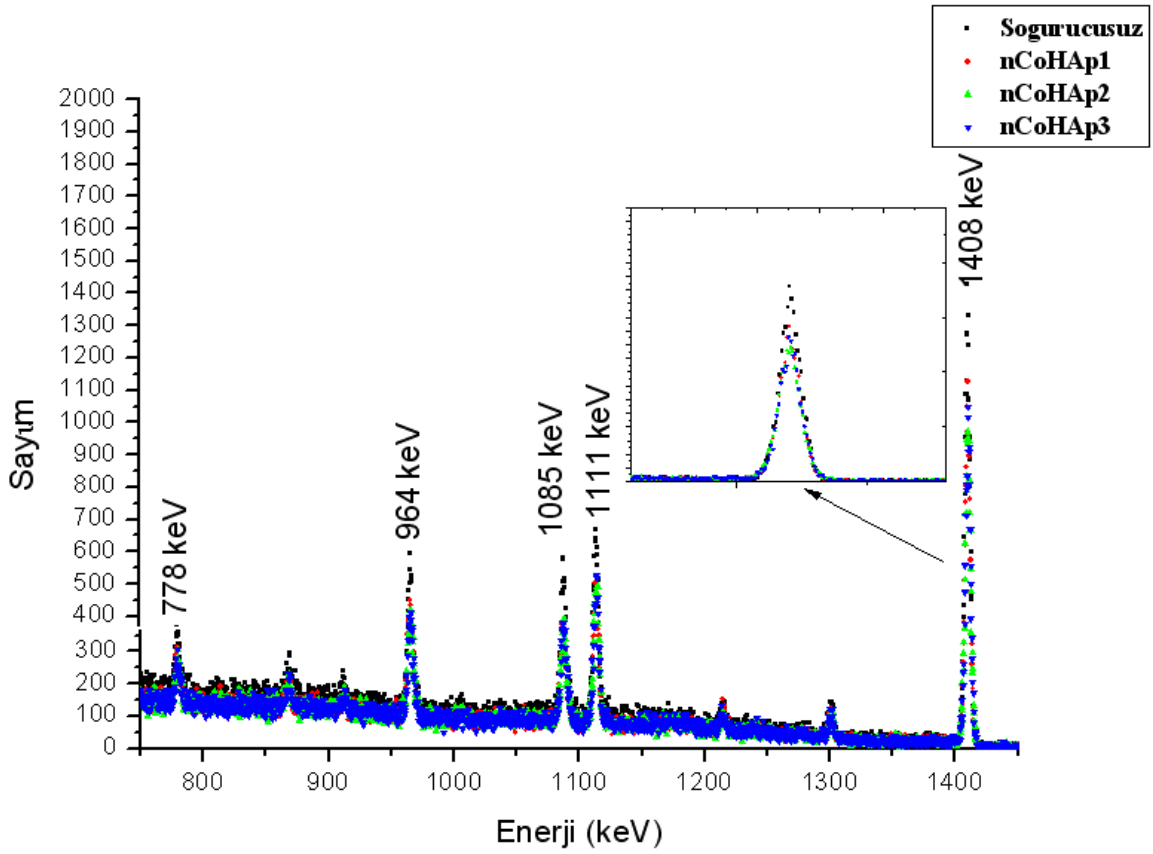
Şekil 48. nFeHAp ve nCoHAp numunelerine ait Soğurma Spektrumu



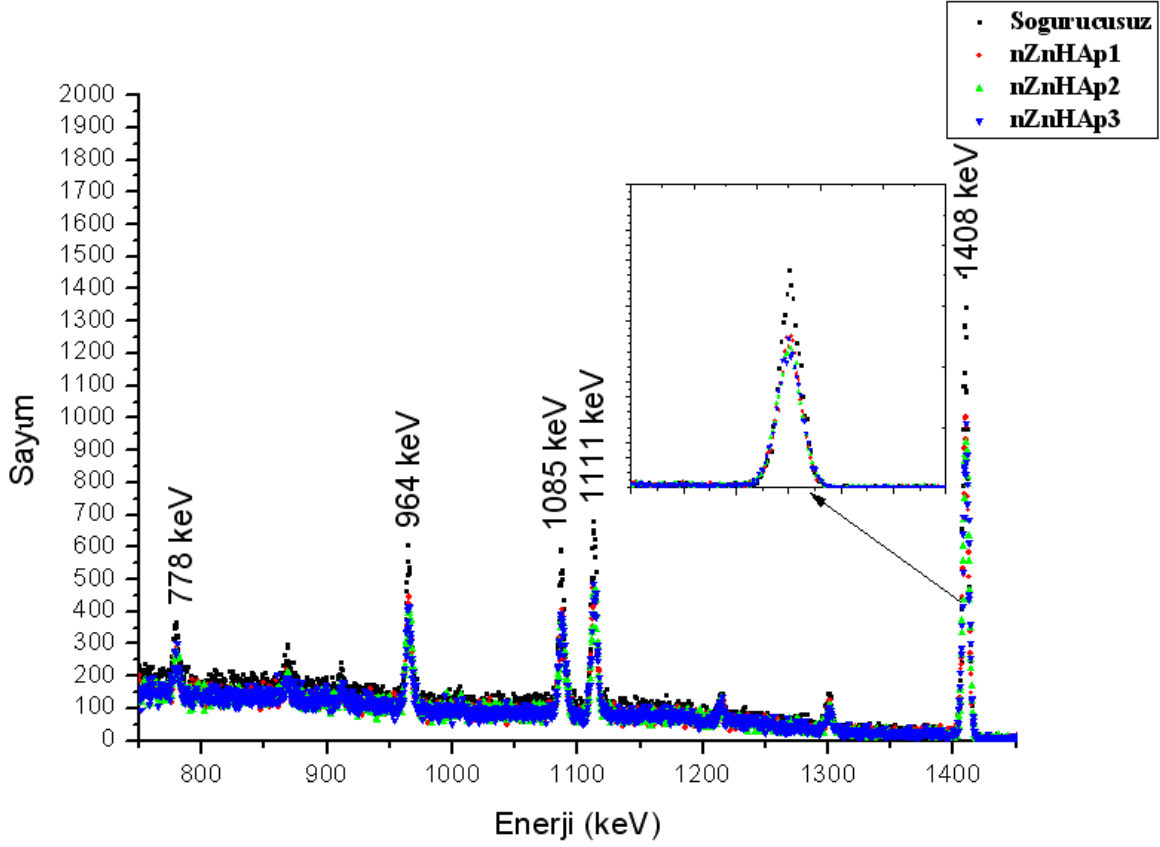
Şekil 49. nCuHAp ve nZnHAp numunelerine ait Soğurma Spektrumu



Şekil 50. Soğurucusuz, Gerçek ve Yapay Kemik Tozları ile nFeHAp numunelerine ait Soğurma Spektrumları



Şekil 51. nCoHAP ve nCuHAP numunelerine ait Soğurma Spektrumu



Şekil 52. nZnHAp numunelerine ait Soğurma Spektrumu

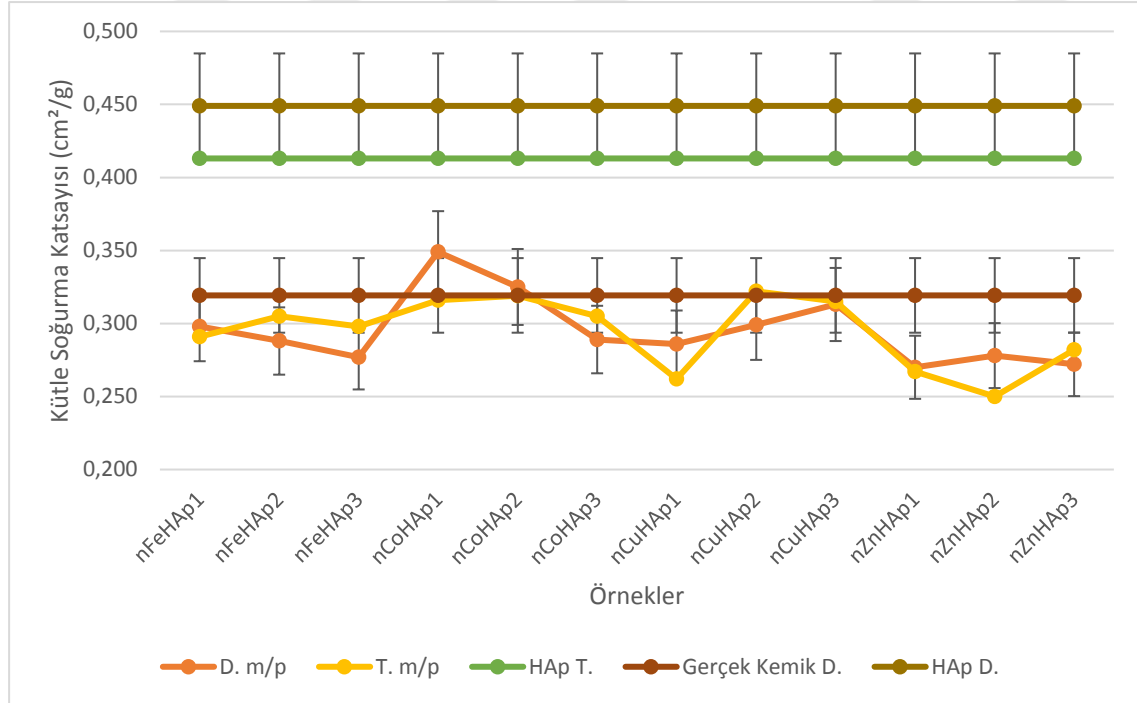
3.3.2. Kütle Soğurma Katsayısı ile İlgili Bulgular

Şiddet ölçümlerine dayalı tüm çalışmalarda yayımlanan ile ölçülen X-ışını şiddetler arasında farklılık oluşur. Oluşan bu farklılığın nedeni numune içerisinde oluşturulan karakteristik X-ışınlarının numune atomları tarafından soğurulmasıdır. Bu ölçülen X-ışını şiddetinin β faktörüne bölünmesiyle ortadan kalkmaktadır. β soğurma düzeltmesi faktörü ise enerjiye ve ilgili enerjideki kütle azaltma katsayısına (μ/ρ), numune atomlarına, X ışınlarının numuneye geliş ve çıkış açıları ile numune kalınlığına bağlıdır. Bu çalışmamızda detektör verimi, şiddet oranları, X-ışını flüoresans tesir kesitlerinin ölçülmesinde β soğurma düzeltmesi faktörü her bir element ve Am kaynağının ve Mo anotlu X ışını tüpünün enerjileri için ayrı ayrı hesaplanmıştır. Am-241 kaynağına ait kütle soğurma katsayı değerleri Tablo 9'da ifade edilmiştir.

Tablo 9. Metal Katkılı Yapay Kemik Tozlarının ^{241}Am Kaynağı 59,5 keV Enerjide Deneysel Kütle Soğurma Katsayıları (μ/ρ)

Numuneler	(μ/ρ) _{D.}	(μ/ρ) _{T.}	Numuneler	(μ/ρ) _{D.}	(μ/ρ) _{T.}
Gerçek Kemik	0.319±0.025	---	---	---	---
nHAp	0.449±0.036	0.413	---	---	---
nFeHAp1	0.298±0.024	0.291	nCuHAp1	0.286±0.023	0.262
nFeHAp2	0.288±0.023	0.305	nCuHAp2	0.299±0.024	0.322
nFeHAp3	0.277±0.022	0.298	nCuHAp3	0.313±0.025	0.315
nCoHAp1	0.349±0.028	0.316	nZnHAp1	0.270±0.022	0.267
nCoHAp2	0.325±0.026	0.319	nZnHAp2	0.278±0.022	0.250
nCoHAp3	0.289±0.023	0.305	nZnHAp3	0.272±0.022	0.282

59,5 keV enerjili gama fotonları kullanılarak elde edilen soğurma katsayılarının numunelere göre değişimleri Şekil 53’de ifade edilmektedir.



Şekil 53. Kütle Soğurma Katsayılarının Numunelere göre değişim grafikleri

Eu 152 radyoaktif kullanılarak elde edilen çeşitli enerjilerdeki kütle soğurma katsayılarının teorik değerleri hesaplanmış ve Tablo 10'da gösterilmiştir.

Tablo 10. nFeHAp, nCuHAp, nCoHAp ve nZnHAp Numunelerinin ¹⁵²Eu Kaynağı Çeşitli Enerjilerde (keV) Teorik Kütle Soğurma Katsayıları (μ/ρ)

Numuneler	* μ/ρ				
	778	964	1085	1111	1408
Gerçek Kemik	---	---	---	---	---
HAp	0.0720	0.0649	0.0612	0.0605	0.0536
nFeHAp1	0.0715	0.0645	0.0609	0.0602	0.0533
nFeHAp2	0.0713	0.0644	0.0607	0.0600	0.0532
nFeHAp3	0.0714	0.0645	0.0608	0.0601	0.0533
nCoHAp1	0.0714	0.0645	0.0608	0.0601	0.0533
nCoHAp2	0.0715	0.0645	0.0609	0.0601	0.0533
nCoHAp3	0.0714	0.0645	0.0608	0.0601	0.0534
nCuHAp1	0.0715	0.0646	0.0609	0.0602	0.0534
nCuHAp2	0.0714	0.0645	0.0608	0.0601	0.0533
nCuHAp3	0.0714	0.0644	0.0608	0.0601	0.0532
nZnHAp1	0.0716	0.0647	0.0610	0.0603	0.0535
nZnHAp2	0.0714	0.0645	0.0609	0.0601	0.0533
nZnHAp3	0.0714	0.0645	0.0608	0.0601	0.0533

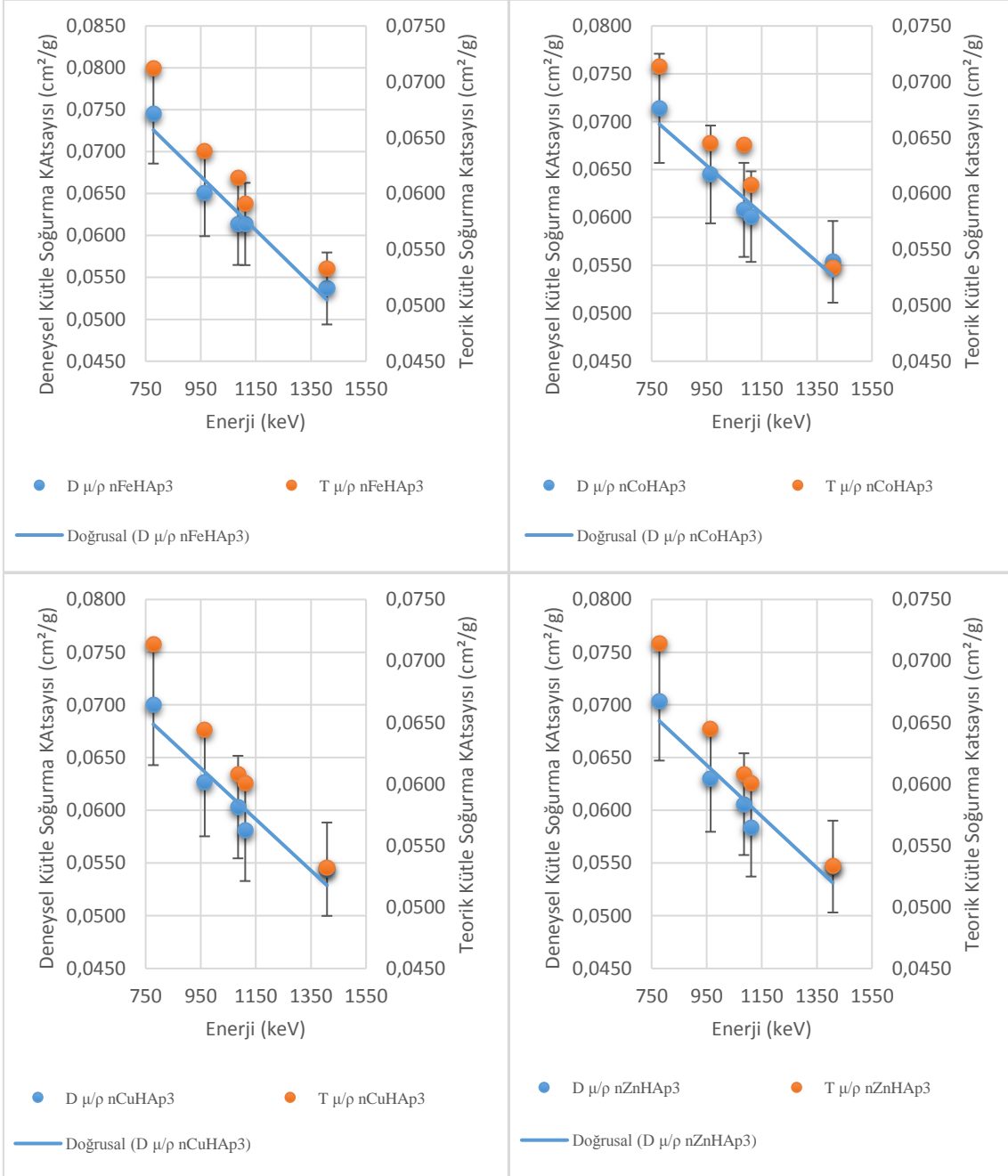
*XCOM NIST'den hesaplanmıştır

¹⁵²Eu kaynak kullanılarak elde edilen çeşitli enerjilerdeki kütle soğurma katsayılarının deneysel değerleri Tablo 11’de gösterilmiştir.

Tablo 11. Metal Katkılı Yapay Kemik Tozlarının ¹⁵²Eu Kaynağı Çeşitli Enerjilerde (keV) Deneysel Kütle Soğurma Katsayıları (μ/ρ)

Örnek	μ/ρ				
	778	964	1085	1111	1408
G.K.	0.0831±0.0067	0.0649±0.0052	0.0624±0.0050	0.0601±0.0048	0.0563±0.0045
HAp	0.0595±0.0048	0.0666±0.0053	0.0666±0.0053	0.0612±0.0049	0.0536±0.0043
nFeHAp1	0.0747±0.0060	0.0696±0.0056	0.0650±0.0052	0.0642±0.0051	0.0557±0.0045
nFeHAp2	0.0704±0.0056	0.0652±0.0052	0.0569±0.0046	0.0614±0.0049	0.0537±0.0043
nFeHAp3	0.0745±0.0060	0.0651±0.0052	0.0614±0.0049	0.0614±0.0049	0.0537±0.0043
nCoHAp1	0.0719±0.0058	0.0644±0.0052	0.0619±0.0050	0.0597±0.0048	0.0559±0.0045
nCoHAp2	0.0708±0.0057	0.0634±0.0051	0.0610±0.0049	0.0588±0.0047	0.0550±0.0044
nCoHAp3	0.0712±0.0057	0.0638±0.0051	0.0614±0.0049	0.0591±0.0047	0.0554±0.0044
nCuHAp1	0.0739±0.0059	0.0662±0.0053	0.0637±0.0051	0.0613±0.0049	0.0575±0.0046
nCuHAp2	0.0702±0.0056	0.0629±0.0050	0.0605±0.0048	0.0583±0.0047	0.0546±0.0044
nCuHAp3	0.0700±0.0056	0.0627±0.0050	0.0603±0.0048	0.0581±0.0046	0.0544±0.0044
nZnHAp1	0.0708±0.0057	0.0634±0.0051	0.0610±0.0049	0.0587±0.0047	0.0550±0.0044
nZnHAp2	0.0714±0.0057	0.0640±0.0051	0.0615±0.0049	0.0593±0.0047	0.0555±0.0044
nZnHAp3	0.0703±0.0056	0.0630±0.0050	0.0606±0.0048	0.0584±0.0047	0.0547±0.0044

Eu-152 kaynağı kullanılarak elde edilen gama fotonları ile numuneler soğutturulmuştur. Bunun neticesinde çeşitli enerjilerde deneysel ve teorik olarak hesaplanan kütle soğurma katsayıları elde edilmiştir. Bu katsayıların enerjiye göre çizimleri ile teorik değerlerle kıyaslanması Şekil 54’de ifade edilmektedir.



Şekil 54. Teorik ve Deneysel Kütle Soğurma Katsayılarının Enerjiye Göre Değişimleri

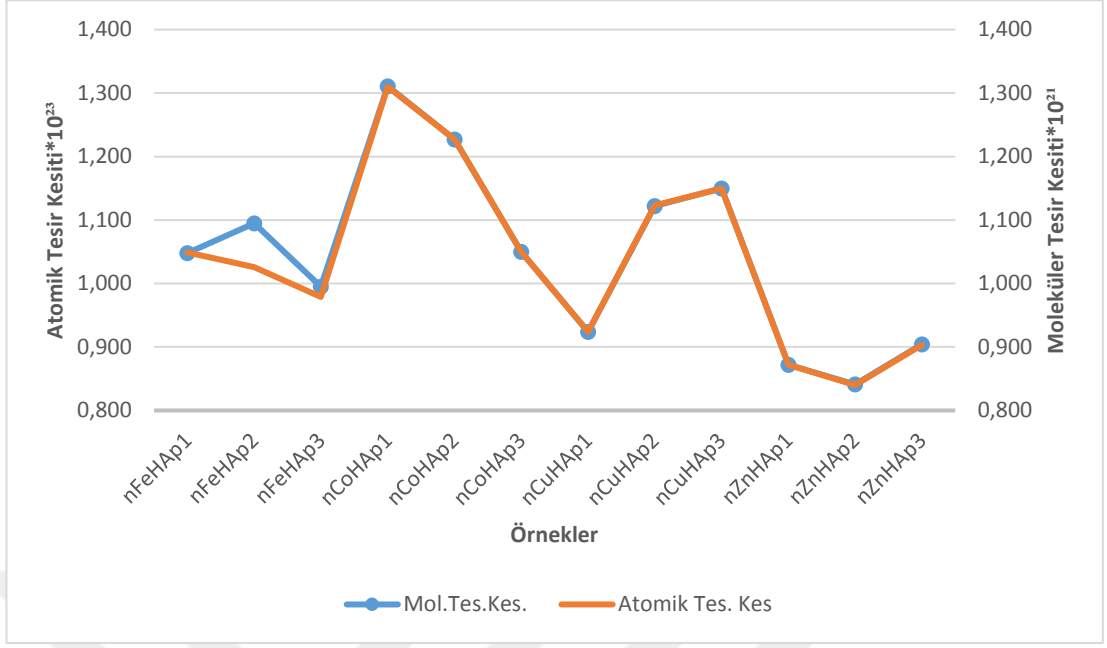
3.3.3. Atomik ve Moleküler Tesir kesitleri ile İlgili Bulgular

Gama ışını fotonlarıyla numunelerin atomik ve moleküler düzeylerde etkileşimlerini incelemek ve soğurma katsayılarının değişimlerini araştırmak maksatlarıyla atomik ve moleküler tesir kesitleri hesaplanmıştır. Numunelere ait hesaplanan atomik ve moleküler tesir kesitleri aşağıdaki Tablo 12’de gösterilmektedir.

Tablo 12. nFeHAp, nCuHAp, nCoHAp ve nZnHAp Numunelerinin ²⁴¹ Am Kaynağı 59,5 keV’de Moleküler, Atomik ve Elektronik Tesir Kesitleri

Numuneler	Moleküler Tesir Kesitleri $\sigma_{t,m} * 10^{21}$		Atomik Tesir Kesitleri $\sigma_{t,a} * 10^{23}$		Elektronik Tesir Kesitleri $\sigma_{t,e} 10^{24}$	
	D	T	D	T	D	T
nFeHAp1	1.048	1.024	1.049	1.024	0.950	0.950
nFeHAp2	1.095	1.159	1.026	1.086	0.965	0.965
nFeHAp3	0.995	1.071	0.979	1.054	0.968	0.968
nCoHAp1	1.311	1.187	1.310	1.187	1.037	1.037
nCoHAp2	1.227	1.205	1.227	1.205	1.055	1.055
nCoHAp3	1.050	1.108	1.050	1.108	1.004	1.004
nCuHAp1	0.924	0.847	0.924	0.846	0.860	0.860
nCuHAp2	1.122	1.209	1.123	1.209	1.063	1.063
nCuHAp3	1.150	1.158	1.150	1.158	1.043	1.043
nZnHAp1	0.872	0.862	0.872	0.862	0.897	0.897
nZnHAp2	0.841	0.756	0.840	0.756	0.824	0.824
nZnHAp3	0.904	0.937	0.903	0.937	0.937	0.937

Tablo 12’de yer alan 59,5 keV enerjide hesaplanan moleküler ve atomik tesir kesitlerinin numunelere göre değişimlerini gösteren grafik aşağıdaki Şekil 55’de yer almaktadır.



Şekil 55. Am^{241} Kaynağı için Atomik ve Moleküler Tesir Kesitlerinin Numunelere Göre Değişim Grafiği

Eu-152 radyaktif kaynağı için hesaplanan moleküler, atomik ve elektronik tesir kesiti değerleri sırasıyla Tablo 13-15'de gösterilmektedir.

Tablo 13. nFeHAp, nCuHAp, nCoHAp ve nZnHAp Numunelerinin ¹⁵² Eu Kaynağı Çeşitli Enerjilerde Moleküler Tesir Kesitleri Değerleri (10²²)

Örnekler	Moleküler Tesir Kesitleri $\sigma_{t,m}$									
	778		964		1085		1111		1408	
	D	T	D	T	D	T	D	T	D	T
nFeHAp1	2.629	2.514	2.450	2.269	2.287	2.143	2.259	2.118	2.259	1.875
nFeHAp2	2.675	2.711	2.476	2.448	2.163	2.307	2.334	2.280	2.334	2.022
nFeHAp3	2.678	2.564	2.340	2.317	2.206	2.184	2.205	2.159	2.205	1.915
nCoHAp1	2.699	2.682	2.418	2.422	2.326	2.283	2.241	2.257	2.241	2.002
nCoHAp2	2.674	2.699	2.395	2.436	2.304	2.300	2.219	2.270	2.219	2.013
nCoHAp3	2.587	2.593	2.317	2.343	2.229	2.208	2.147	2.183	2.147	1.939
nCuHAp1	2.388	2.311	2.139	2.087	2.057	1.968	1.982	1.945	1.982	1.725
nCuHAp2	2.636	2.681	2.361	2.421	2.271	2.283	2.188	2.256	2.188	2.001
nCuHAp3	2.573	2.623	2.305	2.367	2.217	2.235	2.136	2.209	2.136	1.955
nZnHAp1	2.284	2.313	2.046	2.089	1.968	1.969	1.896	1.946	1.855	1.727
nZnHAp2	2.160	2.160	1.934	1.950	1.861	1.842	1.793	1.817	1.650	1.612
nZnHAp3	2.336	2.372	2.092	2.142	2.012	2.020	1.939	1.996	1.808	1.770

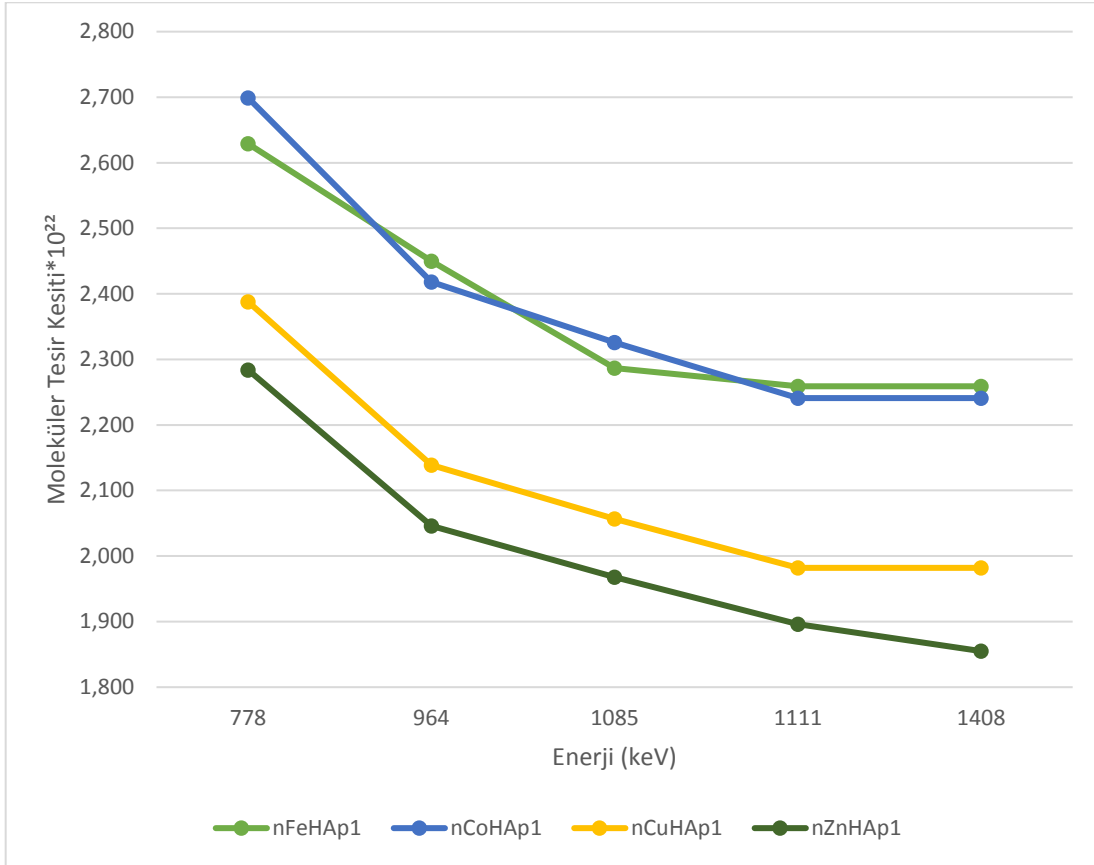
Tablo 14. nFeHAp, nCuHAp, nCoHAp ve nZnHAp Numunelerinin ¹⁵²Eu Kaynağı Çeşitli Enerjilerde Atomik Tesir Kesitleri Değerleri (10²⁴)

Örnekler	Atomik Tesir Kesitleri $\sigma_{t,a}$									
	778		964		1085		1111		1408	
	D	T	D	T	D	T	D	T	D	T
nFeHAp1	2.630	2.514	2.450	2.270	2.287	2.143	2.259	2.118	2.259	1.958
nFeHAp2	2.507	2.540	2.321	2.294	2.027	2.162	2.187	2.137	2.187	1.913
nFeHAp3	2.635	2.524	2.303	2.280	2.171	2.150	2.170	2.125	2.170	1.898
nCoHAp1	2.699	2.681	2.417	2.422	2.325	2.283	2.240	2.257	2.240	2.098
nCoHAp2	2.673	2.698	2.395	2.436	2.303	2.300	2.219	2.269	2.219	2.078
nCoHAp3	2.587	2.593	2.317	2.343	2.229	2.208	2.147	2.183	2.147	2.011
nCuHAp1	2.386	2.309	2.137	2.086	2.056	1.966	1.981	1.944	1.981	1.855
nCuHAp2	2.636	2.682	2.361	2.422	2.271	2.283	2.188	2.257	2.188	2.049
nCuHAp3	2.572	2.622	2.304	2.367	2.216	2.234	2.135	2.209	2.135	2.000
nZnHAp1	2.284	2.312	2.046	2.088	1.968	1.969	1.896	1.946	1.854	1.776
nZnHAp2	2.159	2.159	1.934	1.950	1.860	1.841	1.792	1.817	1.650	1.679
nZnHAp3	2.336	2.372	2.092	2.142	2.012	2.019	1.939	1.996	1.807	1.816

Tablo 15. Metal Katkılı Yapay Kemik Tozlarının ¹⁵² Eu Kaynağı Çeşitli Enerjilerde Elektronik Tesir Kesitleri Değerleri (10²⁵)

Numuneler	Elektronik Tesir Kesitleri $\sigma_{t,e}$				
	778	964	1085	1111	1408
	D	D	D	D	D
nFeHAp1	2.321	2.096	1.976	1.954	1.731
nFeHAp2	2.291	2.069	1.951	1.928	1.709
nFeHAp3	2.307	2.083	1.965	1.942	1.721
nCoHAp1	2.320	2.095	1.975	1.952	1.730
nCoHAp2	2.338	2.111	1.991	1.968	1.744
nCoHAp3	2.326	2.100	1.980	1.958	1.735
nCuHAp1	2.327	2.102	1.982	1.959	1.736
nCuHAp2	2.318	2.094	1.974	1.951	1.730
nCuHAp3	2.315	2.090	1.971	1.948	1.727
nZnHAp1	2.363	2.134	2.012	1.989	1.763
nZnHAp2	2.297	2.075	1.957	1.934	1.714
nZnHAp3	2.306	2.083	1.964	1.941	1.720

Moleküler tesir kesitlerini, bazı numunelerin çeşitli enerji değerlerindeki grafiksel gösterimleri aşağıdaki Şekil 56'da verilmektedir.



Şekil 56. Moleküler Tesir Kesiti Değerlerinin Enerjilere Göre Değişim Grafiği

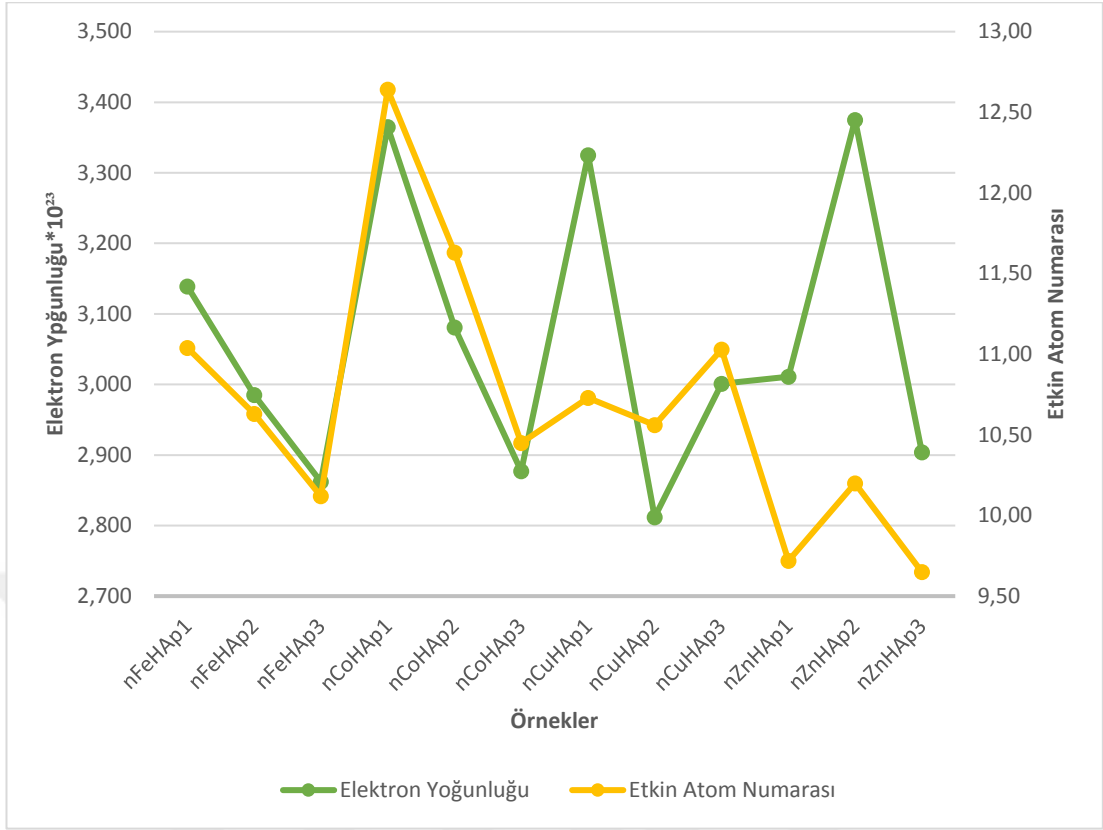
3.3.4. Elektron Yoğunluğu ve Etkin Atom Numarası ile İlgili Bulgular

Soğurma katsayıları kullanılarak hesaplanan diğer soğurma parametreleri olan elektron yoğunluğu ve etkin atom numarasına ait değerler tablo 16'da ve tablo 17 ve 18'de gösterilmektedir.

Tablo 16. nFeHAp, nCuHAp, nCoHAp ve nZnHAp Numunelerinin ²⁴¹ Am Kaynağı 59,5 keV Enerjide Elektron Yoğunluğu (10^{23}) ve Etkin Atom Numarası

Numuneler	Elektron Yoğunluğu N_{et}		Etkin Atom Numarası Z_{et}	
	D	T	D	T
nFeHAp1	3.139	3.065	11.04	10.78
nFeHAp2	2.985	3.161	10.63	11.26
nFeHAp3	2.862	3.080	10.12	10.89
nCoHAp1	3.365	3.047	12.64	11.44
nCoHAp2	3.081	3.024	11.63	11.42
nCoHAp3	2.877	3.037	10.45	11.03
nCuHAp1	3.325	3.046	10.73	9.83
nCuHAp2	2.812	3.029	10.56	11.37
nCuHAp3	3.001	3.020	11.03	11.10
nZnHAp1	3.011	2.978	9.72	9.61
nZnHAp2	3.375	3.035	10.20	9.18
nZnHAp3	2.904	3.011	9.65	10.00

59,5 keV enerjideki elektron yoğunluğunun etkin atom numaralarına göre değişimleri aşağıdaki grafikte gösterilmektedir.



Şekil 57. Am²⁴¹ Kaynağı için Elektron Yoğunluğu ve Etkin Atom Numarasının Numunelere Göre Değişim Grafiği

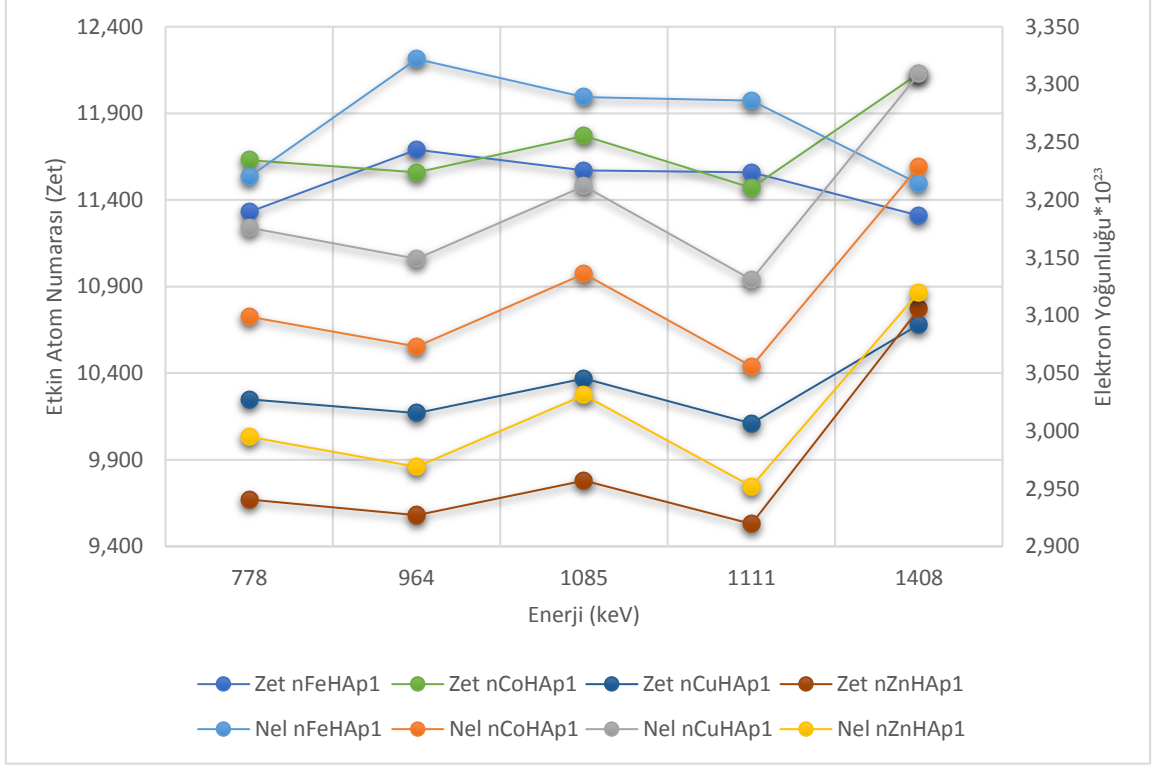
Tablo 17. nFeHAp, nCuHAp, nCoHAp ve nZnHAp Numunelerinin ¹⁵² Eu Kaynağı Çeşitli Enerjilerde Elektron Yoğunluğu (10²³)

Örnekler	Enerjiler									
	778		964		1085		1111		1408	
	Nel.		Nel.		Nel.		Nel.		Nel.	
	D	T	D	T	D	T	D	T	D	T
nFeHAp1	3.220	3.079	3.322	3.077	3.289	3.081	3.286	3.081	3.214	3.078
nFeHAp2	3.073	3.114	3.150	3.113	2.918	3.112	3.184	3.111	3.143	3.113
nFeHAp3	3.232	3.094	3.126	3.096	3.125	3.095	3.160	3.095	3.119	3.097
nCoHAp1	3.099	3.078	3.073	3.079	3.136	3.078	3.056	3.078	3.229	3.080
nCoHAp2	3.028	3.057	3.004	3.055	3.064	3.059	2.987	3.054	3.156	3.056
nCoHAp3	3.063	3.070	3.038	3.071	3.099	3.070	3.021	3.070	3.192	3.078
nCuHAp1	3.176	3.073	3.149	3.073	3.212	3.072	3.131	3.072	3.309	3.075
nCuHAp2	3.028	3.081	3.004	3.081	3.065	3.080	2.987	3.080	3.156	3.082
nCuHAp3	3.024	3.083	3.000	3.081	3.060	3.085	2.982	3.085	3.152	3.081
nZnHAp1	2.995	3.032	2.969	3.031	3.030	3.031	2.952	3.031	3.120	3.035
nZnHAp2	3.110	3.110	3.083	3.109	3.145	3.113	3.065	3.107	3.240	3.110
nZnHAp3	3.050	3.097	3.024	3.097	3.085	3.096	3.007	3.096	3.178	3.098

Tablo 18. nFeHAp, nCuHAp, nCoHAp ve nZnHAp Numunelerinin ¹⁵²Eu Kaynağı Çeşitli Enerjilerde Etkin Atom Numarası (10²³)

Örnekler	Enerjiler									
	778		964		1085		1111		1408	
	Zet		Zet		Zet		Zet		Zet	
	D	T	D	T	D	T	D	T	D	T
nFeHAp1	11.33	10.83	11.69	10.83	11.57	10.84	11.56	10.84	11.31	10.83
nFeHAp2	10.94	11.09	11.22	11.09	10.39	11.08	11.34	11.08	11.19	11.09
nFeHAp3	11.42	10.94	11.05	10.94	11.05	10.94	11.17	10.94	11.03	10.95
nCoHAp1	11.63	11.56	11.54	11.56	11.77	11.56	11.47	11.56	12.13	11.57
nCoHAp2	11.43	11.54	11.34	11.54	11.57	11.55	11.28	11.53	11.92	11.54
nCoHAp3	11.13	11.15	11.03	11.15	11.26	11.15	10.97	11.15	11.59	11.18
nCuHAp1	10.25	9.92	10.17	9.92	10.37	9.92	10.11	9.92	10.68	9.93
nCuHAp2	11.37	11.57	11.28	11.57	11.51	11.56	11.21	11.56	11.85	11.57
nCuHAp3	11.11	11.33	11.02	11.32	11.25	11.34	10.96	11.34	11.58	11.32
nZnHAp1	9.67	9.79	9.58	9.78	9.78	9.78	9.53	9.78	10.07	9.80
nZnHAp2	9.40	9.40	9.32	9.40	9.51	9.41	9.27	9.39	9.79	9.40
nZnHAp3	10.13	10.29	10.04	10.29	10.25	10.28	9.99	10.28	10.55	10.29

Çeşitli enerjilerdeki elektron yoğunluğunun etkin atom numarası ile değişimleri aşağıdaki Şekil 58’de gösterilmektedir.



Şekil 58. Etkin Atom Numarası ve Elektron Yoğunluğunun Enerjilere Göre Değişim Grafiği

4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

4.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Analizlerinin Değerlendirilmesi

Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile yapılan analizler sonucunda Şekil 39'da gösterilen yüzey fotoğrafları elde edilmiştir. Yüzeyle bakıldığında topaklanmış yapıların olduğu göze çarpmaktadır. Bu yapılar işaretlenerek alınan sonuçlarda katkılanan metalin yüzde miktarının diğer noktalara göre arttığı görülmüştür. Bu durum yapay kemik tozlarına sonradan katkılanan demir, kobalt, bakır ve çinko elementlerinin yapıya katıldığına işaret etmektedir (Kaygılı vd., 2018).

4.2. Enerji Dağılımlı X-Işını Spektrometresi (EDX) Analiz Sonuçlarının Tartışılması

Katkılanan metallerin yapıya hangi oranda girdiğini tespit etmek ve soğurma çalışmaları için gerekli olan elementel konsantrasyon sonuçlarını elde etmek için öncelikli olarak Enerji Dağılımlı X-Işını Spektrometresi yardımıyla (EDX) elementel analizleri yapılmıştır. Bu analiz neticesinde Şekil 40'da gösterilen spektrumlar elde edilmiştir. Spektrumlara bakıldığında oksijen elementinin konsantrasyon olarak yüksek olduğu görülmektedir. Bu durum yapay kemik tozu numunelerinin oksijen içerdiğini ayrıca yapay kemik tozlarının delikli yapıya sahip olmasından dolayı nem tutma eğiliminin olduğunu göstermektedir (Sopyan vd., 2007). İçeriğindeki klor ve potasyum gibi elementler çok düşük oranda gözlenmiştir. Eğer klor ve potasyum gibi elementler seçilmeseydi EDX analizi sonucunda bu elementlerin pikleri ve konsantrasyon değerleri gösterilmeyecekti. Normal şartlar altında metal katkılı yapay kemik tozları numunelerinde sodyum (Na), klor (Cl) ve potasyum (K) gibi elementler numune üretim aşamasında eklenmemiştir. Kalsiyum, fosfor, oksijen ve katkılanan demir, kobalt, bakır ve çinko elementlerinin dışındaki elementlerin varlığı, EDX spektrometresinde seçilen elementlere ve yüzeye göre element içeriği ve konsantrasyon değerleri değişebilmektedir.

EDX analizlerinin öncelikli olarak yapılmasının sebebi yapay kemik tozu numunelerine katkılanan metallerin hangi oranda yapıya girdiğini test etmektir ve karışım formülü yardımıyla teorik olarak kütle soğurma katsayılarını hesaplamak içindir. Bu durumu

anlamak için Tablo 6'daki katkılanan metallerin konsantrasyon değerlerine bakıldığında istenilen oranda metalin yapıya girdiği görülmüştür. Eğer EDX analizi ile bu katkılanan metallerin istenilen düzeyde olmadığı görülseydi numune üretme süreci tekrarlanarak istenilen metal katkılama oranı elde edilinceye kadar bu süreçler tekrarlanacaktı. Yapılan analiz sonucunda elde edilen elementel konsantrasyon değerleri teorik soğurma parametreleri hesaplamalarında kullanılmıştır. Buradaki sonuçlar yapay kemik tozlarının element içerikleri açısından genel bir bilgi vermesi itibarıyla önemlidir. Ancak seçilen noktaların keyfiliği ve sınırlılığı numunenin belli bir alanını analiz edilememesi sonucunu ortaya çıkarmıştır. Bu keyfiliği önlemek ve analiz süreçlerindeki tekrarlanabilirlik ilkesini gerçekleştirmek adına belirli bir çapta hazırlanan numunelerin analizini yapma ihtiyacı EDXRF analizi ile giderilmiştir.

4.3. Enerji Dağılımlı X-Işını Floresans (EDXRF) Spektrometresi

Standart temelli karşılaştırmalı yöntem kullanılarak EDXRF analizleri gerçekleştirilmiştir. Öncelikli olarak içerikleri bilinen standart numunelerinin analizleri yapılmıştır. Ve tablo 5'deki konsantrasyon değerleri elde edilmiştir. Standartlarda yer alan fosfor (P), kalsiyum (Ca) demir (Fe), kobalt (Co), bakır (Cu) ve çinko (Zn) elementlerinin doğrusal olarak arttığı Şekil 36-38 arasında görülmektedir. Zaten başlangıç olarak numune içindeki elementlerin konsantrasyonları doğrusal artacak şekilde ayarlanmıştır. Buradaki önemli husus ne kadar doğrusal artan bir grafik elde edilirse metal katkılı yapay kemik tozlarının konsantrasyonları o kadar isabetle elde edilmiş olacaktır. Bu şekillerdeki grafiklerde yer alan R^2 değerine bakıldığında standartların ne kadar iyi hazırlandığı görülmektedir. Sözü edilen R^2 değeri 1 değerine yakın olduğundan grafik tam manasıyla doğrusal artan grafik olmuştur demektir.

Şekil 41a,b-44a,b arasındaki şekillere bakıldığında ED-XRF spektrumlarının elde edilmesini görmekteyiz. Bu spektrumlarda fosfor (P) elementine ait K_{α} ; kalsiyum (Ca) demir (Fe), kobalt (Co), bakır(Cu) ve çinko (Zn) elementlerine ait K_{α} ve K_{β} pikleri görülmektedir. Bu spektrumlarda sadece kalsiyum ve fosfor elementi gibi yapay kemik tozlarının içermesi gereken elementlerin varlığı ile sonradan katkılanan demir, kobalt, bakır ve çinko elementlerinin olması metal katkılı yapay kemik tozları numunelerinde herhangi bir kirliliğin olmadığını göstermektedir. Bu da arzu edilen bir durumdur. Ayrıca ED-XRF

spektrumlarında EDX analizlerinde görülen oksijen ve sodyum pikleri görülmemiştir. Bu durum, bu elementlerin bu numuneler içinde olmadığı anlamını taşımaz. Çünkü EDXRF spektroskopisi ile analizlerde sodyumdan uranyuma kadar olan elementlerin analizleri yapılabilmektedir. Dolayısıyla sodyum ve oksijen gibi atomlar bu spektrometre cihazı ile tespit edilemez. Zaten bu araştırmaya konu olan analizlerin odağında bu elementler yer almadığından tespit edilmemeleri normaldir.

Metallerin farklı oranlarda katkılanmasına rağmen fosfor piklerinde gözle görülür ölçüde bir değişiklik olmadığı görülmektedir. Bu durum aslında beklenen bir durumdur. Yapıya katkılanan metaller fosfor grubundaki konsantrasyonu etkilemediği bilinmektedir (Kaygılı vd., 2018). Ancak benzer durum kalsiyum (Ca) ve katkılanan metaller (Fe, Co, Cu ve Zn) için geçerli değildir. Yapılan analizler sonucunda metal katkılanan yapay kemik tozlarında metal katkı oranı arttıkça kalsiyum konsantrasyonunun düştüğü gözlemlenmiştir. Bu durum Şekil 41a,b-44a,b’de bakıldığında katkılanan metalin konsantrasyonu arttıkça metallere ait K_{α} ve K_{β} pik yükseklikleri artmış buna karşılık kalsiyuma ait K_{α} ve K_{β} pik yükseklikleri azalmıştır. Bu durum bize yapay kemik tozlarına metal katkılı olduğunda, kalsiyum elementi ile katkılanan metalin yer değiştirdiğini göstermektedir. Bu birbirinin yerine geçmeyi konsantrasyon yüzdesi olarak belirlemek için ED-XRF spektroskopisinden elde edilen bulgular hesaplanarak elementlerin konsantrasyon değerleri tablo 7’de gösterilmektedir. Bu tablodaki değerlere bakıldığında spektrumlardan elde edilen yorumu destekler nitelikte sonuçlar elde edilmiştir. Ve daha net bir şekilde kalsiyumdaki konsantrasyon ne kadar azalmış, katkılanan metal ne kadar yapıya girmiş açıkça ortaya konmuştur (Othmani vd., 2018). Fosfor elementindeki konsantrasyonla ilgili sistematik bir artış veya azalış görülmemiştir. Bu durum tablo 7’deki değerlere ve şekil 45’deki grafiklere bakıldığında daha iyi görülmektedir.

Yapay kemik tozlarının Ca/P oranları molar olarak üretim aşamasında 1,667 değerine sahip olacak şekilde ayarlanmıştır. Bu oran yapay kemik tozunun tipik bir özelliğidir. Bu doktora tezi için üretilen numunelerde aynı üretim oranı geçerlidir. Metal katkılı yapay kemik tozu elde edilirken de (Ca+M)/P oranının 1,667 olması sağlanarak numuneler elde edilmiştir. Burada “M” harfi katkılanan metalin molar konsantrasyon değerini simgeler.

ED-XRF analizleri sonucunda elde edilen P, Ca, katkılanan metallerin yüzde konsantrasyon oranları da belirlenmiştir. Bu oranların değerleri tablo 8’de verilirken

grafiksel gösterimleri şekil 46'da gösterilmektedir. Tablo 8 incelediğinde katkılı, katkısız ve standart hidroksiapatit numunelerindeki Ca/P oranları ile metal katkılı hidroksiapatiti numunelerindeki (Ca+M)/P oranları ortaya konulmuştur. Bu değerlere bakıldığında (Ca+M)/P oranının başlangıçtaki molar konsantrasyon oranına yakın çıktığı görülmektedir. Bu oran hesaplanmasında metal katkısı göz ardı edilirse elde edilen Ca/P oranının 1,667 nin altına düşmektedir. Bu orandaki durum da bize kalsiyum ile katkılanan metallerin yer değiştirdiklerini göstermektedir. (Othmani vd., 2018; Sutter vd., 2003). Bunun sebebi olarak numune üretim esnasında çözeltide bir miktar kalsiyumun kaldığı düşünülmektedir.

4.4. Soğurma Parametrelerinin Tartışılması

Metal katkılı ve katkısız hidroksiapatit numuneleriyle gerçek kemik tozlarına ait 59,5 keV enerjideki spektrumlar Şekil 47-48 arasında gözlemlenmektedir. 778 keV ile 1408 keV enerji değerleri arasındaki spektrumlar ise Şekil 50-52 arasında gösterilmektedir. Soğurucusuz kaynak piklerine bakıldığında soğuruculu piklere göre pik yüksekliğinin yüksek olduğu görülmektedir. Bu da belirli kalınlıkta olan numunelerin bu çeşitli enerjilerde yayımlanan gama fotonlarını soğurduğunu ortaya koymaktadır. Bu spektrumların altında kalan alanlar dikkate alınarak hesap yapıldığında elde edilen kütle soğurma katsayısı değerleri tablo 9'da gösterilmektedir. Aynı tabloda deneysel değerlerin haricinde XCOM NIST yazılımı yardımıyla gerçek kemik tozu hariç hesaplanan teorik kütle soğurma katsayıları gösterilmiştir (Berger ve Hubbell, 1987; Jonson, 1993). Tablo 9'a bakıldığında deneysel değerlerin teorik değerlerle deneysel hata oranları nispetinde örtüştüğü gözlemlenmiştir. Geçmiş çalışmalara bakıldığında hidroksiapatiti numunelerine ait herhangi bir deneysel soğurma parametresi çalışmasına rastlanılmadığından önceki deneysel değerlerle karşılaştırma yapılamamıştır. Bu anlamda bu doktora tez çalışması referans niteliği taşıması açısından önem arz etmektedir.

Şekil 53'de görüldüğü gibi, saf yapay kemik tozu kütle soğurma katsayısı gerçek kemiğin değerinden daha düşük olduğu görülmektedir. Demir, kobalt, bakır ve çinko katkılı yapay kemik tozlarının kütle soğurma katsayılarının gerçek kemik ve katkısız yapay kemiğe göre kıyasla oldukça yakın olduğu gözlemlenmiştir. Metal konsantrasyon oranı arttıkça kütle soğurma katsayılarındaki değişimde bir hissizlik gözlemlenmiştir. Bunun sebebi olarak metal katkı oranı arttıkça kalsiyum elementinin yapıdan ayrıldığı sonucunun sebep olduğu

düşünülmektedir. Çünkü bu durum numunenin elektron yoğunluğunu etkilemektedir. Bu da radyasyonu bünyesinde tutma durumunu değiştirmektedir. Eğer metal yapıya eklendiğinde yapıdan herhangi bir atom yapıyı terketmeseydi soğurma katsayılarında sürekli bir artışın olması beklenirdi. Ama eklenen metallerle yer değiştiren kalsiyum atomları soğurma katsayıları açısından önemli bir değişim meydana getirememiştir. Bu da radyasyon soğurması açısından daha yüksek katkılı metallerin yapıya sokulmasının önünü açan bir bilgi olarak ortaya konulmuştur.

Tablo 10-11 ve Şekil 54'ye bakıldığında çeşitli enerjilerdeki gama fotonları ile uyarım yapıldığında hesaplanan teorik ve deneysel kütle soğurma katsayılarının deneysel hata çerçevesinde uyumlu olduğunu ortaya koymaktadır. Mevcut deneysel sistemlerle deneysel kütle soğurma katsayılarının belirlenmesinin uygun olduğu görülmektedir.

Tablo 12 ve Şekil 55'e beraber bakıldığında 59,5 keV enerjili gama fotonları kullanıldığında atomik ve moleküler tesir kesitlerinin doğru orantılı olarak değiştiği görülmektedir. Tablo 13-15 beraber değerlendirildiğinde atomik, moleküler ve tesir kesitlerinin enerji arttıkça azaldığı görülmektedir. Şekil 56'da gösterilen moleküler tesir kesitlerinin enerji ile değişimi bu durumu ortaya koymaktadır. Enerji değeri arttıkça örnek içindeki atomlarla gama ışınlarının etkileşimleri azalır ve böylelikle örnek daha az radyasyonu kendisinde tutar.

²⁴¹Am kaynağı dikakte alınarak Tablo 16 ve Şekil 57 beraber incelendiğinde elektron yoğunluğu ile etkin atom numarasının doğru orantılı olduğu görülür. ¹⁵²Eu kaynağı için Tablo 17 ve 18 ile Şekil 58 dikkate alınır bu değerlerin gama ışını enerjisiyle değişmediği görülür.

Bu deneysel çalışma; saf kemik tozu, metal katkılı kemik tozları ve gerçek kemik tozu için kütle soğurma katsayısı (μ_m), etkin atom numarası (Z_{et}), elektron yoğunluğu (N_{el}), atomik tesir kesiti (σ_a), elektronik tesir kesiti (σ_e), ve moleküler tesir kesiti (σ_m) ile ilgili bilgileri ortaya koymuştur. Sonuçlar; kütle soğurma katsayısının (μ_m) H, O, P, Ca, Fe, Co, Cu ve Zn temelli inorganik biyolojik numuneler için etkin atom numarası Z_{et} ve elektron yoğunluklarını N_{el} belirlemek için kullanışlı ve hassas fiziksel nicelik özelliği gösterdiğini ortaya koymuştur.

Numunelerin toplam soğurma tesir kesitleri Eu^{152} kaynağından çıkan biyomedikal öneme sahip çeşitli enerjilerde ölçülmüştür. Örneklerin fotonlarla etkileşimlerinde, kütle soğurma katsayısı (μ_m) değerleri numunelerin fiziksel ve kimyasal çevrelerine bağlı olduğu görülmektedir. Kütle soğurma katsayısı (μ_m) değerleri artan foton enerjisiyle azaldığı bulunmuştur.

Elektronik, atomik ve moleküler tesir kesitlerinin kütle soğurma katsayıları ile değişimleri birbirlerine benzer özellikler göstermektedir. Elektron yoğunluğu değerleri (N_{el}) etkin atom numarası Z_{eff} değerleriyle yakından ilişkilidir. Ayrıca bu iki terimin enerjiyle olan ilişkileri de benzerdir. Bu çalışmayla elde edilen sonuçlar yapay kemik tozları gibi H, O, P, Ca temelli inorganik biyolojik numuneler için kütle soğurma katsayılarının (μ_m) etkin atom numarası ve elektron yoğunluğu ile nasıl değiştiğini anlamamızı sağlayacaktır.

Aynı zamanda, mevcut enerji bölgesinde, mevcut çalışmada kullanılan yapay kemik tozlarının etkin atom numarası değerlerinin, kendilerine ait etkin atomik ağırlıkları ile ilişkili olduğunu belirtmek gerekir.

Deneysel ve teorik değerlerin arasındaki farkın deneysel hata kaynaklarından kaynaklanmaktadır. Çalışmadaki toplam hatanın %8 civarında olduğu hesaplanmıştır. Bu çalışmadaki ölçümlerden kaynaklanan hatanın %5 olduğu tahmin edilmektedir. Gelen ve numuneden geçen fotonların şiddetinin değerlendirilmesi sürecindeki hatanın %2 olduğunu sanılmaktadır. Numune kalınlığı ve sayma istatistiklerinden kaynaklanan hataların oranlarının %2 olduğu düşünülmektedir. Bu deneysel hata kaynakları ve oranları aşağıdaki Tablo 19’da ifade edilmektedir.

Tablo 19. Deneysel Hata Kaynakları ve Oranları

Olgu	Hata Oranı
Gelen ve Geçen Radyasyon Şiddetinin Değerlendirilmesi Süreci	$\leq 5\%$
Numune Kalınlığı	$\leq 2\%$
Sayma İstatistiği	$\leq 2\%$

5. ÖNERİLER

Doktora tezi numunelerinin yapısal, elektriksel, bağ ve optiksel özellikleri XRD, FTIR gibi diğer tekniklerle analiz edilerek numunenin daha ayrıntılı tanınması mümkün hale gelebilir. Ayrıca bu doktora tezinde kullanılan numuneler sinkrotron radyasyonla uyarım sistemi yardımıyla daha farklı X-ışını enerjilerde soğurma katsayısı değerleri deneysel olarak hesaplanabilir. Sıvı gama kaynakları numunenin toz haline enjekte edilerek zamanla radyasyon miktarını tutma özelliği araştırılabilir. Tutabileceği doz miktarları da ayrıca hesaplanabilir. Bu doktora tezinden elde edilen veriler Monte-Karlo gibi simülasyon programları kullanarak veri çeşitliliği (değişik enerji, numune kalınlığı gibi) arttırabilir.



6. KAYNAKLAR

- Adzila, S., Sopyan, I., Farius, S., Wahab, N. ve Ramesh, S., Key Engineering Materials 2013, Mechanochemical Synthesis of Hydroxyapatite Bioceramics Through Two Different Milling Media, 531: 254-257.
- Ahmed, M., Mansour, S., Mostafa, M. S., Darwesh, R. ve El-dek, S., 2019. Structural, Mechanical and Thermal Features of Bi and Sr Co-Substituted Hydroxyapatite, Journal of Materials Science, 54,3, 1977-1991.
- Akar, A., Baltaş, H., Çevik, U., Korkmaz, F. ve Okumuşoğlu, N. T., 2006. Measurement of Attenuation Coefficients For Bone, Muscle, Fat and Water at 140, 364 and 662 keV γ -Ray Energies, Journal of Quantitative Spectroscopy and Radiative Transfer, 102,2, 203-211.
- Akazawa, H. ve Ueno, Y., 2015. Low-Temperature Crystallization and High-Temperature Instability of Hydroxyapatite Thin Films Deposited on Ru, Ti, and Pt Metal Substrates, Surface & Coatings Technology, 266, 42-48.
- Apaydın, G., Aylıkçı, V., Cengiz, E., Saydam, M., Küp, N. ve Tıraşoğlu, E., 2010. Analysis of Metal Contents of Seaweed (*Ulva Lactuca*) From Istanbul, Turkey by EDXRF, Turkish Journal of Fisheries and Aquatic Sciences, 10,2.
- Asl, S. K. F., Nemeth, S. ve Tan, M. J., 2015. Mechanism of Calcium Phosphate Deposition in a Hydrothermal Coating Process, Surface & Coatings Technology, 270, 197-205.
- Azem, A. ve Funda, N., 2008. Production of Hydroxyapatite Coating by Sol-Gel Technique on 316 L Stainless Steel and Its Corrosion Properties, DEÜ Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Barbosa, M. C., Messmer, N. R., Brazil, T. R., Marciano, F. R. ve Lobo, A. O., 2013. The Effect of Ultrasonic Irradiation on The Crystallinity of Nano-Hydroxyapatite Produced via the Wet Chemical Method, Materials Science & Engineering C-Materials for Biological Applications, 33,5, 2620-2625.
- Beling, J., Newton, J. ve Rose, B., 1952. Soft Radiations from Am 241, Physical Review, 86,5, 797.
- Berger, M. J. ve Hubbell, J. 1987. XCOM: Photon Cross Sections on a Personal Computer.
- Brouwer, P., 2006. Theory of XRF, Almelo, Netherlands: PANalytical BV.
- Brundle, C. R., Evans, C. A. ve Wilson, S., 1992. Encyclopedia of Materials Characterization: Surfaces, Interfaces, Thin Films, Gulf Professional Publishing.

- Chen, Y. K., Zheng, X. B., Xie, Y. T., Ji, H., Ding, C. X., Li, H. W. ve Dai, K. R., 2010. Silver Release From Silver-Containing Hydroxyapatite Coatings, Surface & Coatings Technology, 205,7, 1892-1896.
- Coskun, M. I., Karahan, I. H. ve Yucel, Y., 2014. Optimized Electrodeposition Concentrations for Hydroxyapatite Coatings on CoCrMo Biomedical Alloys by Computational Techniques, Electrochimica Acta, 150, 46-54.
- Coşkun, M. İ., Karahan, İ. H., Yücel, Y. ve Golden, T. D., 2016. Optimization of Electrochemical Step Deposition for Bioceramic Hydroxyapatite Coatings on CoCrMo Implants, Surface and Coatings Technology, 301, 42-53.
- Darken, L. S. ve Cox, C. E., 1995. High-Purity Germanium Detectors, Semiconductors and Semimetals, 43, 23-23.
- de Campos, M., Muller, F. A., Bressiani, A. H. A., Bressiani, J. C. ve Greil, P., 2007. Sonochemical Synthesis of Calcium Phosphate Powders, Journal of Materials Science-Materials in Medicine, 18,5, 669-675.
- Debertin, K. ve Helmer, R. G., 1988. Gamma-and X-Ray Spectrometry with Semiconductor Detectors.
- Demir, S. K., Kipçak, A., Derun, E. M., Tugrul, N. ve Piskin, S., 2015. Investigation of Utilization Possibility of Fluid Gas Desulfurization Waste for Industrial Waste Water Treatment, World Academy of Science, Engineering and Technology, International Journal of Chemical, Molecular, Nuclear, Materials and Metallurgical Engineering, 9,12, 1503-1507.
- Demirkol, N., 2013. Koyun Hidroksiapatit Esaslı Kompozitlerin Üretimi ve Karakterizasyonu, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Dorozhkin, S. V., 2007. Calcium Orthophosphates, Journal of Materials Science, 42,4, 1061-1095.
- Draper, N. ve Smith, H., 1966. Applied Regression Analysis, New York.
- Dubey, D. K. ve Tomar, V., 2009. Understanding the Influence of Structural Hierarchy and Its Coupling with Chemical Environment on the Strength of Idealized Tropocollagen-Hydroxyapatite Biomaterials, Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 57,10, 1702-1717.
- Duguet, E., Vasseur, S., Mornet, S. ve Devoisselle, J. M., 2006. Magnetic Nanoparticles and Their Applications in Medicine, Nanomedicine, 1,2, 157-168.

- Duraccio, D., Mussano, F. ve Faga, M. G., 2015. Biomaterials for Dental Implants: Current and Future Trends, Journal of Materials Science, 50,14, 4779-4812.
- Fihri, A., Len, C., Varma, R. S. ve Solhy, A., 2017. Hydroxyapatite: A review of Syntheses, Structure and Applications in Heterogeneous Catalysis, Coordination Chemistry Reviews, 347, 48-76.
- Gedanken, A., 2004. Using Sonochemistry for the Fabrication of Nanomaterials, Ultrasonics Sonochemistry, 11,2, 47-55.
- Gerward, L., Guilbert, N., Jensen, K. B. ve Levring, H., 2001. X-Ray Absorption in Matter. Reengineering XCOM, Radiation Physics and Chemistry, 60,1-2, 23-24.
- Grigorescu, E. L., Cristina Razdolescu, A., Sahagia, M., Luca, A., Ivan, C. ve Tanase, G., 2002. Standardization of ¹⁵²Eu, Applied Radiation and Isotopes, 56,1, 435-439.
- Gupta, A. K. ve Gupta, M., 2005. Synthesis and Surface Engineering of Iron Oxide Nanoparticles for Biomedical Applications, Biomaterials, 26,18, 3995-4021.
- Hasret, E., 2010. Hidroksiapatit Sentezi, Karakterizasyonu ve Adsorban Özelliğinin İncelenmesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Hench, L. L. ve Wilson, J., 1993. An Introduction to Bioceramics, Introduction, World Scientific, 1-24.
- İpekoğlu, M., Gören, Ş., İpek, M., Gümüşpala, S. ve Altıntaş, S., 2004. Hidroksiapatit Üretiminde Farklı Yöntemlerin Karşılaştırılması, BİYOMUT 2004 Biyomedikal Mühendisliği Ulusal Toplantısı, 78-83.
- Ito, A., Otsuka, M., Kawamura, H., Ikeuchi, M., Ohgushi, H., Sogo, Y. ve Ichinose, N., 2005. Zinc-Containing Tricalcium Phosphate and Related Materials for Promoting Bone Formation, Current Applied Physics, 5,5, 402-406.
- Itokazu, M., Yang, W. Y., Aoki, T., Ohara, A. ve Kato, N., 1998. Synthesis of Antibiotic-Loaded Interporous Hydroxyapatite Blocks by Vacuum Method and in Vitro Drug Release Testing, Biomaterials, 19,7-9, 817-819.
- Jain, T. K., Richey, J., Strand, M., Leslie-Pelecky, D. L., Flask, C. A. ve Labhasetwar, V., 2008. Magnetic Nanoparticles with Dual Functional Properties: Drug Delivery and Magnetic Resonance Imaging, Biomaterials, 29,29, 4012-4021.
- Jonson, R., 1993. Mass Attenuation Coefficients, Quantities and Units for Use in Bone Mineral Determinations, Osteoporosis International, 3,2, 103-106.

- Karabuda, C., Sandalli, P., Yalcin, S., Steflik, D. E. ve Parr, G. R., 1999. Histologic and Histomorphometric Comparison of Immediately Placed Hydroxyapatite-Coated and Titanium Plasma-Sprayed Implants: A Pilot Study in Dogs, International Journal of Oral & Maxillofacial Implants, 14,4.
- Kaygili, O., Keser, S., Bulut, N. ve Ates, T., 2018. Characterization of Mg-Containing Hydroxyapatites Synthesized by Combustion Method, Physica B: Condensed Matter, 537, 63-67.
- Kehoe, S. ve Stokes, J., 2011. Box-Behnken Design of Experiments Investigation of Hydroxyapatite Synthesis for Orthopedic Applications, Journal of Materials Engineering and Performance, 20,2, 306-316.
- Kim, J. Y., Fenton, R. R., Hunter, B. A. ve Kennedy, B. J., 2000. Powder Diffraction Studies of Synthetic Calcium and Lead Apatites, Australian Journal of Chemistry, 53,8, 679-686.
- Kim, W. ve Saito, F., 2001. Sonochemical Synthesis of Hydroxyapatite From H_3PO_4 Solution with $Ca(OH)_2$, Ultrasonics Sonochemistry, 8,2, 85-88.
- Koksal, O., Apaydin, G., Cengiz, E., Samek, L., Karahan, H., Tozar, A. ve Lankosz, M., 2018. Chemical Analysis of Hydroxyapatite Artificial Bone Powders by Energy Dispersive X-Ray Fluorescence Spectrometry (EDXRF), Spectroscopy and Spectral Analysis, 08, 2645-2649.
- Lian, H., Liu, X. ve Meng, Z., 2019. Enhanced Mechanical and Osteogenic Differentiation Performance of Hydroxyapatite/Zein Composite for Bone Tissue Engineering, Journal of Materials Science, 54,1, 719-729.
- Lin, D. Y., Wang, X. X. ve Jiang, Y., 2011. Effect of Trisodium Citrate on Electrolytic Deposition of Hydroxyapatite Coatings, Journal of Biomedical Materials Research Part B-Applied Biomaterials, 96b,1, 1-8.
- Liu, Y., de Groot, K. ve Hunziker, E. B., 2005. BMP-2 Liberated From Biomimetic Implant Coatings Induces and Sustains Direct Ossification in an Ectopic Rat Model, Bone, 36,5, 745-757.
- Lu, A. H., Salabas, E. L. ve Schuth, F., 2007. Magnetic Nanoparticles: Synthesis, Protection, Functionalization, and Application, Angewandte Chemie-International Edition, 46,8, 1222-1244.

- Malakauskaite-Petruleviciene, M., Stankeviciute, Z., Niaura, G., Prichodko, A. ve Kareiva, A., 2015. Synthesis and Characterization of Sol-Gel Derived Calcium Hydroxyapatite Thin Films Spin-Coated on Silicon Substrate, Ceramics International, 41,6, 7421-7428.
- Mardali, M., SalimiJazi, H. R., Karimzadeh, F., Luthringer, B., Blawert, C. ve Labbaf, S., 2019. Comparative Study on Microstructure and Corrosion Behavior of Nanostructured Hydroxyapatite Coatings Deposited by High Velocity Oxygen Fuel and Flame Spraying on AZ61 Magnesium Based Substrates, Applied Surface Science, 465, 614-624.
- Mechay, A., Feki, H. E. L., Schoenstein, F. ve Jouini, N., 2012. Nanocrystalline Hydroxyapatite Ceramics Prepared by Hydrolysis in Polyol Medium, Chemical Physics Letters, 541, 75-80.
- Minguez, F., Agra, M., Luruena, S., Ramos, C. ve Prieto, J., 1990. Postantibiotic Effect of Isepamicin Compared to That of Other Aminoglycosides, Drugs under Experimental and Clinical Research, 16,5, 231-235.
- Moonga, B. S. ve Dempster, D. W., 1995. Zinc Is a Potent Inhibitor of Osteoclastic Bone-Resorption in-Vitro, Journal of Bone and Mineral Research, 10,3, 453-457.
- Murugan, R. ve Ramakrishna, S., 2005. Development of Nanocomposites for Bone Grafting, Composites Science and Technology, 65,15-16, 2385-2406.
- Nie, L., Chen, D., Fu, J., Yang, S. H., Hou, R. X. ve Suo, J. P., 2015. Macroporous Biphasic Calcium Phosphate Scaffolds Reinforced by Polylactic Acid/Hydroxyapatite Nanocomposite Coatings for Bone Regeneration, Biochemical Engineering Journal, 98, 29-37.
- Othmani, M., Bachoua, H., Ghandour, Y., Aissa, A. ve Debbabi, M., 2018. Synthesis, Characterization and Catalytic Properties of Copper-Substituted Hydroxyapatite Nanocrystals, Materials Research Bulletin, 97, 560-566.
- Ozden, I., Ipekoglu, M., Mahmutyazicioglu, N. ve Altıntaş, S., 2012. Effect of Al₂O₃, ZrO₂, and TiO₂ Addition on the Mechanical Properties and the Microstructure of Natural Hydroxyapatite Obtained from Calf Femoral Bone, 493: 199-204.
- Pankhurst, Q. A., Connolly, J., Jones, S. K. ve Dobson, J., 2003. Applications of Magnetic Nanoparticles in Biomedicine, Journal of Physics D-Applied Physics, 36,13, R167-R181.

- Pasinli, A., 2004. Biyomedikal Uygulamalarda Kullanılan Biyomalzemeler, Makine Teknolojileri Elektronik Dergisi, 4, 25-34.
- Patel, B., Favaro, G., Inam, F., Reece, M. J., Angadji, A., Bonfield, W., Huang, J. ve Edirisinghe, M., 2012. Cobalt-Based Orthopaedic Alloys: Relationship Between Forming Route, Microstructure and Tribological Performance, Materials Science and Engineering: C, 32,5, 1222-1229.
- Rangavittal, N., Landa-Canovas, A. R., Gonzalez-Calbet, J. M. ve Vallet-Regi, M., 2000. Structural Study and Stability of Hydroxyapatite and Beta-Tricalcium Phosphate: Two Important Bioceramics, Journal of Biomedical Materials Research, 51,4, 660-668.
- Razavi, M., Fathi, M., Savabi, O., Vashae, D. ve Tayebi, L., 2015. In Vitro Analysis of Electrophoretic Deposited Fluoridated Hydroxyapatite Coating on Micro-arc Oxidized AZ91 Magnesium Alloy for Biomaterials Applications, Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science, 46a,3, 1394-1404.
- Rivera-Muñoz, E. M., 2011. Biomedical Engineering-Frontiers and Challenges, Hydroxyapatite-based materials: Synthesis and Characterization, InTech.
- Robles-Águila, M., Reyes-Avedaño, J. ve Mendoza, M., 2017. Structural Analysis of Metal-Doped (Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn) Calcium Hydroxyapatite Synthesized by a Sol-Gel Microwave-Assisted Method, Ceramics International, 43,15, 12705-12709.
- Saeri, M. R., Afshar, A., Ghorbani, M., Ehsani, N. ve Sorrell, C. C., 2003. The Wet Precipitation Process of Hydroxyapatite, Materials Letters, 57,24-25, 4064-4069.
- Sartor, O., 2004. Overview of Samarium ¹⁵³Sm Lexitronam in the Treatment of Painful Metastatic Bone Disease, Reviews in urology, 6,Suppl 10, S3.
- Schramm, R., 2000. Why Using XRF for Analysis, Instrument Documentation, Spectro Analytical Instruments, Kleve, Germany.
- Schramm, R., 2012. X-Ray Fluorescence Analysis: Practical and Easy, Fluxana.
- Singh, K., Singh, H., Sharma, V., Nathuram, R., Khanna, A., Kumar, R., Bhatti, S. S. ve Sahota, H. S., 2002. Gamma-Ray Attenuation Coefficients in Bismuth Borate Glasses, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, 194,1, 1-6.
- Singh, S., Kumar, R. M., Kuntal, K. K., Gupta, P., Das, S., Jayaganthan, R., Roy, P. ve Lahiri, D., 2015. Sol-Gel Derived Hydroxyapatite Coating on Mg₃Zn Alloy for Orthopedic Application, Jom, 67,4, 702-712.

- Sopyan, I., Mel, M., Ramesh, S. ve Khalid, K., 2007. Porous Hydroxyapatite for Artificial Bone Applications, Science and Technology of Advanced Materials, 8,1-2, 116-123.
- Suchanek, K., Bartkowiak, A., Gdowik, A., Perzanowski, M., Kac, S., Szaraniec, B., Suchanek, M. ve Marszalek, M., 2015. Crystalline Hydroxyapatite Coatings Synthesized Under Hydrothermal Conditions on Modified Titanium Substrates, Materials Science & Engineering C-Materials for Biological Applications, 51, 57-63.
- Sun, F., Pang, X. ve Zhitomirsky, I., 2009. Electrophoretic Deposition of Composite Hydroxyapatite-Chitosan-Heparin Coatings, Journal of Materials Processing Technology, 209,3, 1597-1606.
- Sutter, B., Ming, D. W., Clearfield, A. ve Hossner, L. R., 2003. Mineralogical and Chemical Characterization of Iron, Manganese, and Copper-Containing Synthetic Hydroxyapatites, Soil Science Society of America Journal, 67,6, 1935-1942.
- Suzuki, T., Ishigaki, K. ve Miyake, M., 1984. Synthetic Hydroxyapatites as Inorganic Cation Exchangers. Part 3.—Exchange Characteristics of Lead Ions (Pb^{2+}), Journal of the Chemical Society, Faraday Transactions 1: Physical Chemistry in Condensed Phases, 80,11, 3157-3165.
- Tasdemir, M., Kenet, I. H. ve Pazarlioglu, S., 2016. Hydroxyapatite Reinforced Polypropylene Bio Composites, Academic Journal of Science, 06,01, 461-468.
- Vamze, J., Pilmane, M. ve Skagers, A., 2015. Biocompatibility of Pure and Mixed Hydroxyapatite and Alpha-Tricalcium Phosphate Implanted in Rabbit Bone, Journal of Materials Science-Materials in Medicine, 26,2.
- Van Espen, P. ve Lemberge, P., 2000. ED-XRF Spectrum Evaluation and Quantitative Analysis Using Multivariate and Nonlinear Techniques, Advances in X-ray Analysis, 43, 560-569.
- Van Grieken, R. ve Markowicz, A., 2001. Handbook of X-ray Spectrometry, CRC Press.
- Wang, J., Nonami, T. ve Yubata, K., 2008. Syntheses, Structures and Photophysical Properties of Iron Containing Hydroxyapatite Prepared by a Modified Pseudo-Body Solution, Journal of Materials Science-Materials in Medicine, 19,7, 2663-2667.
- Wang, M. C., Chen, H. T., Shih, W. J., Chang, H. F., Hon, M. H. ve Hung, I. M., 2015. Crystalline Size, Microstructure and Biocompatibility of Hydroxyapatite Nanopowders by Hydrolysis of Calcium Hydrogen Phosphate Dehydrate (DCPD), Ceramics International, 41,2, 2999-3008.

- Wei, L., Yang, H., Hong, J., He, Z. ve Deng, C., 2019. Synthesis and Structure Properties of Se and Sr Co-Doped Hydroxyapatite and Their Biocompatibility, Journal of Materials Science, 54,3, 2514-2525.
- Williams, D., 1987. Advanced Applications For Materials Implanted Within The Human Body, Materials science and technology, 3,10, 797-806.
- Wojasinski, M., Duszynska, E. ve Ciach, T., 2015. Lecithin-Based Wet Chemical Precipitation of Hydroxyapatite Nanoparticles, Colloid and Polymer Science, 293,5, 1561-1568.
- Wong, C. T., Lu, W. W., Chan, W. K., Cheung, K. M. C., Lukl, K. D. K., Lu, D. S., Rabie, A. B. M., Deng, L. F. ve Leong, J. C. Y., 2004. In Vivo Cancellous Bone Remodeling on a Strontium-Containing Hydroxyapatite (Sr-HA) Bioactive Cement, Journal of Biomedical Materials Research Part A, 68a,3, 513-521.
- Yamaguchi, M., Oishi, H. ve Suketa, Y., 1987. Stimulatory Effect of Zinc on Bone-Formation in Tissue-Culture, Biochemical Pharmacology, 36,22, 4007-4012.
- Zakeri, M., Rahimipour, M. R. ve Abbasi, B. J., 2013. Mechanochemical Synthesis of Nanocrystalline Hydroxyapatite via Mechanical Alloying, Materials Technology, 28,3, 159-164.

7. EKLER

SCI Endekli Dergilerde Yayinlanan Makaleler



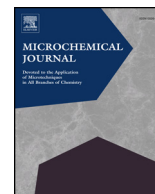


Volume 144, January 2019
ISSN 0026-265X

MICROCHEMICAL JOURNAL

Devoted to the Application
of Microtechniques
in All Branches of Chemistry

Editor
Joseph Sneddon



Elemental analysis for iron, cobalt, copper and zinc decorated hydroxyapatite synthetic bone dusts by EDXRF and SEM

O.K. Koksals^{a,b,*}, P. Wrobel^b, G. Apaydin^a, E. Cengiz^c, M. Lankosz^b, A. Tozar^d, I.H. Karahan^d, F. Özkalayci^e

^a Department of Physics, Faculty of Sciences, Karadeniz Technical University, 61080 Trabzon, Turkey

^b Department of Medical Physics and Biophysics, Faculty of Physics and Applied Computer Science, AGH University Science and Technology, Krakow, Poland

^c Department of Fundamental Sciences, Faculty of Engineering, Alanya Alaaddin Keykubat University, 07450 Antalya, Turkey

^d Department of Physics, Faculty of Science and Literature, Mustafa Kemal University, Hatay, Turkey

^e Department of Metallurgical and Materials Engineering, Faculty of Engineering, Karadeniz Technical University, Trabzon, Turkey

ARTICLE INFO

Keywords:

EDXRF
SEM
Metal Decorated Hydroxyapatite
Elemental Analysis

ABSTRACT

Iron, cobalt, copper and zinc decorated hydroxyapatite nanoparticles were produced with using ultrasonically assisted wet chemical method. Calcium nitrate tetra hydrate and dibasic ammonium phosphate were used as calcium and phosphorous source, respectively. Calcium nitrate tetra hydrate and dibasic ammonium phosphate solutions were prepared by dissolving the salts in distilled water and at different concentrations of decorated elements (iron, cobalt, copper and zinc) were appended to the calcium nitrate tetra hydrate solution. Stoichiometric decorated hydroxyapatite nanoparticles were analysed by energy dispersive X-ray fluorescence (EDXRF) with using standard method and the elemental analysis was determined with looking at the grain structures by Energy Dispersive X-Ray (EDX) and scanning electron microscopy (SEM). Not only have the concentrations of decorated metals but also calcium and phosphorus ratio for artificial bone powders been determined. As a result, calcium and phosphorus ratio and metal decorated contents were evaluated according to the production values and compared previous studies. The answer to the question of how much of the contribution amounts was searched.

1. Introduction

Hydroxyapatite (HA) is a kind of calcium phosphate compound formed by calcium and phosphorus elements. HA is a compound in which calcium and phosphorus are 1.667 as stoichiometric and has the chemical formula as $(\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2)$ [1–3]. It is an inorganic compound naturally found in tooth mines and human bones [4].

HA is used as bone filler material due to its biocompatibility [5,6], scaffold [7] and metal coating material [8–10]. Although HA is biocompatible and bioactive, its poor mechanical properties make it difficult to use as an implant material. Because of this reason, without compromising the biocompatibility, more robust HA is added to the element. At present, there are available HA-based bio composites such as HA alumina, HA-zirconia, HA-biocam and HA(w viscous) composites [11].

For this study, new metal decorated Nano hydroxyapatite powders were synthesized by using chemical wet method. Iron and cobalt was decorated to artificial bone powders at different concentrations. There

are several reasons for adding these the metals to synthetic bone powders. Firstly, cobalt as a decorated metal in hydroxyapatite was selected because it has not been assessed yet in reparation of hard tissues. The second reason provides a finite magnetic moment in magnetic field to otherwise diamagnetic pure HA and it has been also used as a metal of alloys applied as surgical implants for many years [12]. Iron was added to the structure to enhance the magnetic properties of the artificial bone powder. Therefore, this improvement can provide better medical imaging [13–18]. The reason for the addition of copper and zinc is due to its antibacterial properties are found to be higher than undecorated hydroxyapatite [19–22].

The surface analysis were performed by using Scanning electron microscopy (SEM) and elemental analysis was operated by using energy dispersive X-ray fluorescence (EDXRF) with standard method. In addition to this, the Ca/P ratios were determined with the same system. The standard addition method was used to determine the concentration of P, Ca and decorated metals (Fe, Co, Cu and Zn). We thought that the standard-method with EDXRF system was suitable for this analysis and

* Corresponding author.

E-mail address: okoksals@ktu.edu.tr (O.K. Koksals).

Table 1
Concentrations of P, Ca, Fe, Co, Cu and Zn in standard samples.

Samples	Concentrations (%)					
	P	Ca	Fe	Co	Cu	Zn
Fe-A	4.9	13.4	0.8	–	–	–
Fe-B	7.2	15.2	3.6	–	–	–
Fe-C	8.7	16.8	4.4	–	–	–
Co-A	9.7	16.8	–	1.4	–	–
Co-B	8.7	15.0	–	3.7	–	–
Co-C	7.0	9.0	–	4.7	–	–
Cu-A	9.7	17.0	–	–	1.7	–
Cu-B	8.6	15.0	–	–	4.3	–
Cu-C	7.1	13.5	–	–	5.0	–
Zn-A	9.7	16.7	–	–	–	1.0
Zn-B	7.1	13.8	–	–	–	1.6
Zn-C	4.9	9.0	–	–	–	4.0

we chose to achieve it. XRF spectrometry (energy and wave distribution) is a useful tool for qualitative and quantitative element analysis of biological, environmental or industrial samples. Percentage by weight of XRF in ppm; it is possible to make elemental analyzes as wide as S (Na) to Uranium (U) as elemental range and it is also fast and non-destructive, indicating that this technique is suitable for analysis [23].

The main purpose of this work to reveal the concentrations after the production of the samples. As well as the knowledge that the HA is obtained by the determination of the calcium phosphorus ratio. It was revealed that the samples have any contamination or not.

2. Experimental procedure

2.1. Sampling

Stoichiometric HA nanoparticles were synthesized by a wet chemical method. Calcium nitrate tetra hydrate ($\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) used as calcium source and dibasic ammonium phosphate ($(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$) used as phosphorous source. Equal volumes of 1.0 M calcium nitrate tetra hydrate and 0.6 M dibasic ammonium phosphate solutions were prepared by dissolving the salts in distilled water. Ammonium phosphate solution was very slowly added to calcium nitrate solution dropwise at a rate of 5 ml/min. Rapid sedimentation of a white powder was seen while adding the solutions to each other. To avoid this issue calcium nitrate solution magnetically stirred through the wet chemical precipitation. pH of the final solution was regulated to 10 with ammonia $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ and then to 11 with NaOH. All these procedures were carried out at room temperature. The components used for production are shown in Table 1.

2.2. Preparation of standard samples

The Standard Method is used to perform the elemental analysis of the samples. For this method, certain percentages of Fe-A, Fe-B, Fe-C;

Table 2
The concentrations of Phosphorus, Calcium, Iron, Cobalt, Copper and Zinc in Metal decorated Hydroxyapatite.

Samples	P %	Ca %	Fe %	Samples	P %	Ca %	Co%	Samples	P %	Ca %	Cu %	Samples	P%	Ca %	Zn %	Metal %
FeHA1	9.27	13.85	0.34	CoHA1	15.02	24.85	0.50	CuHA1	8.82	18.51	0.27	ZnHA1	9.19	12.31	0.25	1.00
FeHA2	9.72	15.47	0.36	CoHA2	12.70	21.55	0.62	CuHA2	9.59	15.36	0.55	ZnHA2	7.58	8.58	0.45	2.00
FeHA3	9.61	14.48	0.51	CoHA3	11.38	18.29	0.72	CuHA3	10.35	19.59	0.93	ZnHA3	6.88	8.86	0.57	3.00
FeHA4	9.94	15.01	0.72	CoHA4	11.71	17.61	0.87	CuHA4	10.21	15.57	1.06	ZnHA4	7.80	11.35	1.15	4.00
FeHA5	9.46	14.02	0.76	CoHA5	11.02	17.38	0.98	CuHA5	11.53	18.94	1.48	ZnHA5	8.75	10.58	1.60	5.00
FeHA6	8.56	12.19	0.77	CoHA6	9.65	15.60	1.00	CuHA6	8.82	13.87	1.41	ZnHA6	8.43	10.45	2.19	6.00
FeHA7	9.13	13.44	1.17	CoHA7	9.04	14.89	1.06	CuHA7	8.89	10.64	1.41	ZnHA7	8.46	10.54	2.19	7.00
FeHA8	8.74	12.92	1.25	CoHA8	10.06	15.20	1.31	CuHA8	8.79	13.40	1.92	ZnHA8	8.30	10.35	2.56	8.00
FeHA9	8.94	12.99	1.45	CoHA9	10.68	15.37	1.51	CuHA9	9.59	15.01	2.29	ZnHA9	7.65	8.71	1.50	9.00
FeHA10	9.43	13.67	1.81	CoHA10	11.71	16.20	1.82	CuHA10	8.66	12.95	2.36	ZnHA10	8.95	10.55	3.76	10.00

Table 3
The ratios of Ca/P for Metal decorated Hydroxyapatite.

Samples	Exp. ratio of Ca/P for FeHA	Exp. ratio of Ca/P for CoHA	Exp. ratio of Ca/P for CuHA	Exp. ratio of Ca/P for ZnHA	Theo. ratio of Ca/P	NIST SRM 1400
HA %1	1.531	1.687	2.098	1.366	1.667	2.132
HA %2	1.628	1.746	1.602	1.191		
HA %3	1.561	1.670	1.893	1.371		
HA %4	1.584	1.578	1.525	1.603		
HA %5	1.562	1.667	1.643	1.392		
HA %6	1.514	1.720	1.573	1.499		
HA %7	1.600	1.765	1.197	1.504		
HA %8	1.621	1.641	1.525	1.555		
HA %9	1.614	1.581	1.565	1.335		
HA %10	1.642	1.538	1.495	1.599		

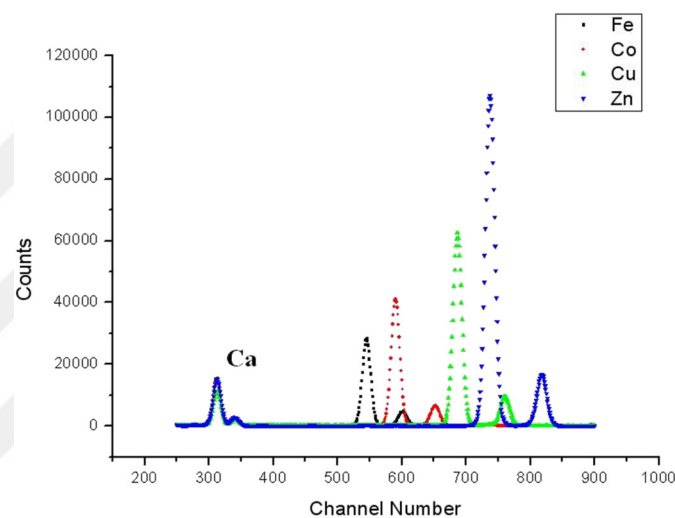


Fig. 1. The EDXRF Spectrum for the samples.

Co-A, Co-B, Co-C; Cu-A, Cu-B, Cu-C; Zn-A, Zn-B, Zn-C containing phosphorus (P), calcium (Ca), iron (Fe), cobalt (Co), copper (Cu) and zinc (Zn) standard specimens of were prepared separately. All of standard samples including percent concentration values of phosphorus, calcium and iron, cobalt, copper and zinc elements are tabulated in Table 1 below.

2.3. Chemical analysis

Chemical characterization of metal- decorated HA samples was carried out with a EDXRF system with molybdenum (Mo) target external X-ray tube. The Standard Method is used to perform the elemental analysis of the samples.

The instrument is a micro-beam X-ray fluorescence spectrometer with capillary X-ray optics, a broad X-ray beam from a molybdenum

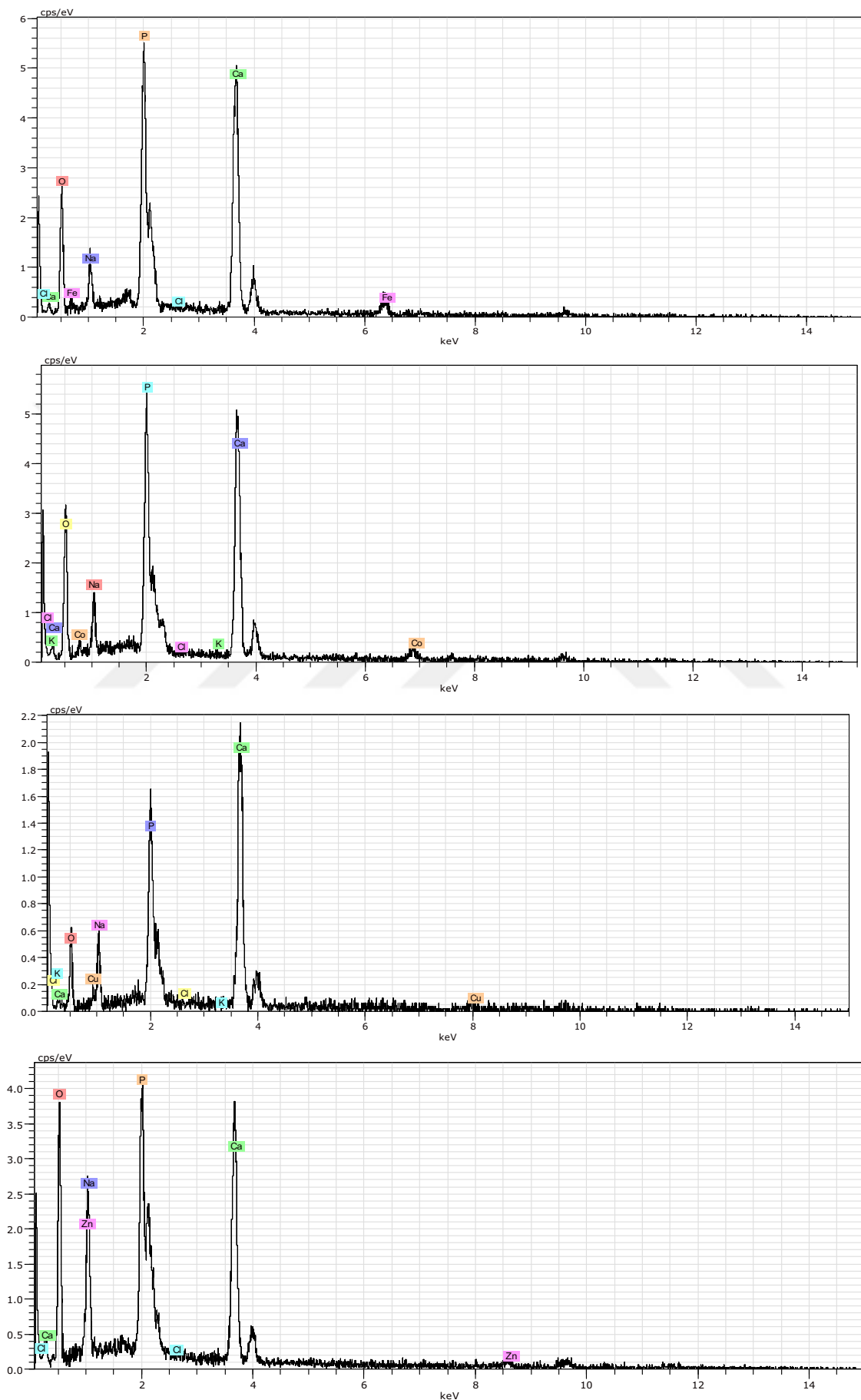


Fig. 2. The EDX Spectra for the samples.

secondary target for XRF analysis of bulk samples and a total reflection X-ray technique. The molybdenum tube is the source of X-rays. The tube has the power of 2 kW. The excited X-rays were detected by a Si (Li) detector with resolution of 170 eV at an energy of 5.9 keV. Data collection was completed using the Canberra system. The measurements were carried out under the following conditions: voltage of 55 kV, current of 30 mA, measurement time of 6000 s, under atmospheric air. In order to calculate the concentrations of different elements in the bones, the spectrometer was calibrated using standard pellets with known concentration of elements. The calibration was verified by the analysis of the NIST Standard Reference Material 1400 Bone Ash. The XRF spectra were quantitatively analysed with the use of the QXAS package [24].

2.4. Calculation of concentration

Graphs of phosphorus, calcium, iron, cobalt, copper and zinc were plotted separately using the values in Table 1. The constants of a and b obtained from the slope of this graph are used in the form of Eq. (1) to convert the counts of the relevant elements in the samples into concentrations.

$$\text{Concentration} = a * \text{Count} + b \quad (1)$$

The element concentration values for each sample calculated in the above formula are expressed in Table 2.

2.5. EDX and SEM analysis

The EDX spectra and SEM images were performed for metal decorated hydroxyapatite by ZEISS EVO LS 10 and Bruker Quantax 200 Esprit 1.8.2. The applied high voltage was performed with as 15 kV.

3. Results and discussion

3.1. EDXRF analysis

Concentrations of decorated elements (iron, cobalt, copper and zinc), calcium and phosphorus for these powders are illustrated in Table 2. Values of Ca/P ratios are shown in Table 3. As well as the initial Ca/P ratio and NIST SRM standard values were tabulated in the same table.

Calcium, phosphorus, cobalt, copper and zinc concentration values for FeHA, CoHA, CuHA and ZnHA are shown in Table 2; respectively. When looking at the Table 2, it was found that the phosphorus concentration remained constant but the calcium concentration decreased. When considering the same table, an increase was also noted in the metal concentration values. The critical Ca/P ratios for the samples were illustrated in Table 3. It was found that the critical Ca/P ratio was obtained as seen from the results.

The added metal concentration values are not in the desired level, but as the amount of added metal increases, the decorated metal entering the structure increases.

When looking at the Fig. 1 Ca Ka, Fe Ka, Co Ka, Cu Ka and Zn Ka peaks are shown.

3.2. EDX and SEM

Fig. 2 shows the corresponding EDX spectrum. It is seen that Ca, P, O, Fe, Co, Cu and Zn were detected in this figure. It is observed that especially the amount of excess oxygen. As can be seen from Fig. 3, the stacked structures were observed in four sample types.

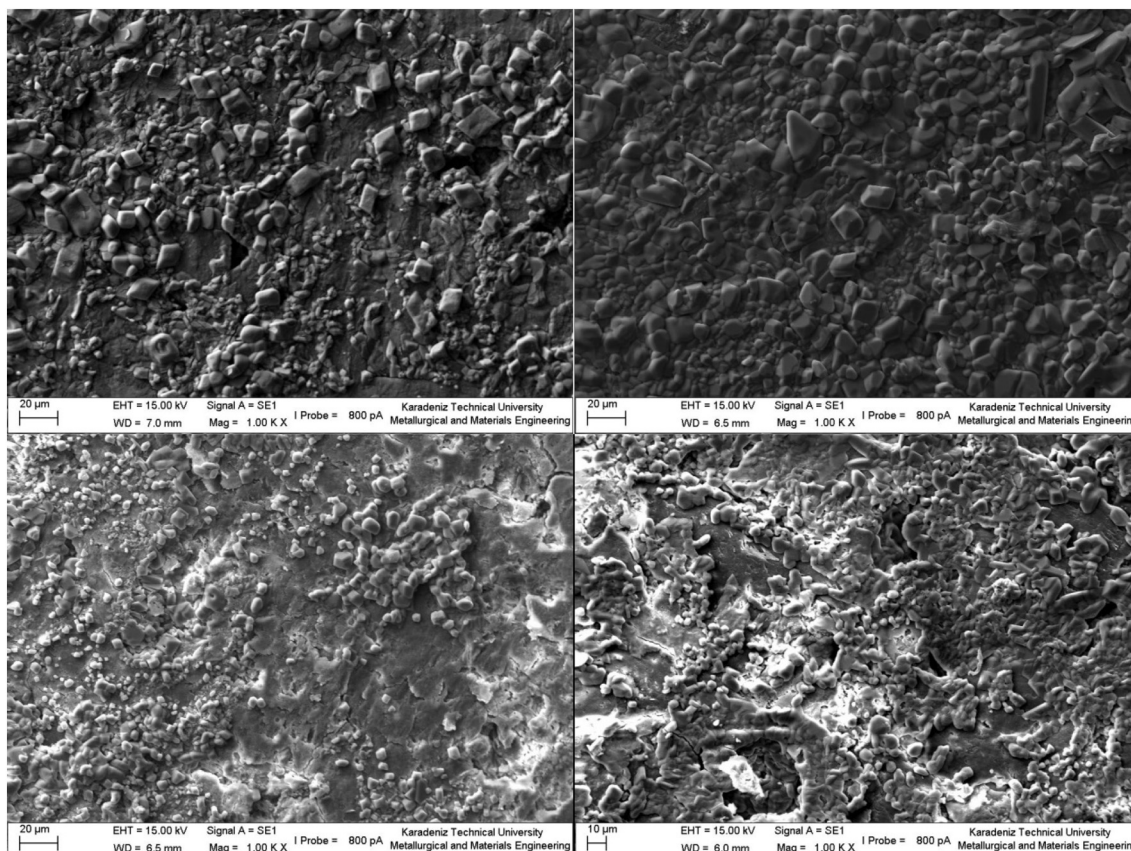


Fig. 3. The images of SEM.

4. Conclusions

When metal is added to HA, it replaces the element of calcium in the structure. This suggests that as the added metal concentration increases, the calcium concentration decreases [25].

When the Ca/P ratio is taken into account, the ratio decreases for each sample because of the decrease in Ca concentration. But when considering Ca + M/P ratios, the values are closing to 1.667 [26].

There was a very high oxygen level in the samples. For this reason, it is thought that the hydroxyapatite samples are capable of holding too much moisture.

The stacked structure was observed by SEM. These structures point to the presence of decorated metals in hydroxyapatite samples [25].

EDXRF spectra point out that the four kinds of samples have no contamination. As theoretically, it is expected that metal contents should increase while Ca content should decrease due to the decorated of metals for Ca.

References

- [1] S.V. Dorozhkin, Calcium orthophosphates, *J. Mater. Sci.* 42 (2007) 1061–1095.
- [2] J.Y. Kim, R.R. Fenton, B.A. Hunter, B.J. Kennedy, Powder diffraction studies of synthetic calcium and lead apatites, *Aust. J. Chem.* 53 (2000) 679–686.
- [3] N. Rangavittal, A.R. Landa-Canovas, J.M. Gonzalez-Calbet, M. Vallet-Regi, Structural study and stability of hydroxyapatite and beta-tricalcium phosphate: two important bioceramics, *J. Biomed. Mater. Res.* 51 (2000) 660–668.
- [4] D.K. Dubey, V. Tomar, Understanding the influence of structural hierarchy and its coupling with chemical environment on the strength of idealized tropocollagen-hydroxyapatite biomaterials, *J. Mech. Phys. Solids* 57 (2009) 1702–1717.
- [5] J. Vamze, M. Pilmane, A. Skagers, Biocompatibility of pure and mixed hydroxyapatite and alpha-tricalcium phosphate implanted in rabbit bone, *J. Mater. Sci. Mater. Med.* 26 (2015).
- [6] C.T. Wong, W.W. Lu, W.K. Chan, K.M.C. Cheung, K.D.K. Lukl, D.S. Lu, A.B.M. Rabie, L.F. Deng, J.C.Y. Leong, In vivo cancellous bone remodeling on a strontium-containing hydroxyapatite (Sr-HA) bioactive cement, *J. Biomed. Mater. Res. A* 68a (2004) 513–521.
- [7] L. Nie, D. Chen, J. Fu, S.H. Yang, R.X. Hou, J.P. Suo, Macroporous biphasic calcium phosphate scaffolds reinforced by poly-L-lactic acid/hydroxyapatite nanocomposite coatings for bone regeneration, *Biochem. Eng. J.* 98 (2015) 29–37.
- [8] H. Akazawa, Y. Ueno, Low-temperature crystallization and high-temperature instability of hydroxyapatite thin films deposited on Ru, Ti, and Pt metal substrates, *Surf. Coat. Technol.* 266 (2015) 42–48.
- [9] D. Duraccio, F. Mussano, M.G. Faga, Biomaterials for dental implants: current and future trends, *J. Mater. Sci.* 50 (2015) 4779–4812.
- [10] M. Razavi, M. Fathi, O. Savabi, D. Vashae, L. Tayebi, In vitro analysis of electrophoretic deposited fluoridated hydroxyapatite coating on micro-arc oxidized AZ91 magnesium alloy for biomaterials applications, *Metall. Mater. Trans. A* 46a (2015) 1394–1404.
- [11] N. Demirkol, Koyun Hidroksiapatit Esaslı Kompozitlerin Üretimi ve Karakterizasyonu, *Fen Bilimleri Enstitüsü*, 2013.
- [12] B. Patel, G. Favaro, F. Inam, M.J. Reece, A. Angadji, W. Bonfield, J. Huang, M. Edirisinghe, Cobalt-based orthopaedic alloys: relationship between forming route, microstructure and tribological performance, *Mater. Sci. Eng. C* 32 (2012) 1222–1229.
- [13] J. Wang, T. Nonami, K. Yubata, Syntheses, structures and photophysical properties of iron containing hydroxyapatite prepared by a modified pseudo-body solution, *J. Mater. Sci. Mater. Med.* 19 (2008) 2663–2667.
- [14] Q.A. Pankhurst, J. Connolly, S.K. Jones, J. Dobson, Applications of magnetic nanoparticles in biomedicine, *J. Phys. D: Appl. Phys.* 36 (2003) R167–R181.
- [15] E. Duguet, S. Vasseur, S. Mornet, J.M. Devoisselle, Magnetic nanoparticles and their applications in medicine, *Nanomedicine* 1 (2006) 157–168.
- [16] T.K. Jain, J. Richey, M. Strand, D.L. Leslie-Pelecky, C.A. Flask, V. Labhasetwar, Magnetic nanoparticles with dual functional properties: drug delivery and magnetic resonance imaging, *Biomaterials* 29 (2008) 4012–4021.
- [17] A.H. Lu, E.L. Salabas, F. Schuth, Magnetic nanoparticles: synthesis, protection, functionalization, and application, *Angew. Chem. Int. Ed.* 46 (2007) 1222–1244.
- [18] A.K. Gupta, M. Gupta, Synthesis and surface engineering of iron oxide nanoparticles for biomedical applications, *Biomaterials* 26 (2005) 3995–4021.
- [19] Y.K. Chen, X.B. Zheng, Y.T. Xie, H. Ji, C.X. Ding, H.W. Li, K.R. Dai, Silver release from silver-containing hydroxyapatite coatings, *Surf. Coat. Technol.* 205 (2010) 1892–1896.
- [20] B.S. Moonga, D.W. Dempster, Zinc is a potent inhibitor of osteoclastic bone-resorption in-vitro, *J. Bone Miner. Res.* 10 (1995) 453–457.
- [21] M. Yamaguchi, H. Oishi, Y. Suketa, Stimulatory effect of zinc on bone-formation in tissue-culture, *Biochem. Pharmacol.* 36 (1987) 4007–4012.
- [22] A. Ito, M. Otsuka, H. Kawamura, M. Ikeuchi, H. Ohgushi, Y. Sogo, N. Ichinose, Zinc-containing tricalcium phosphate and related materials for promoting bone formation, *Curr. Appl. Phys.* 5 (2005) 402–406.
- [23] G. Apaydin, V. Aylikci, E. Cengiz, M. Saydam, N. Küp, E. Tıraşoğlu, Analysis of metal contents of seaweed (*Ulva lactuca*) from Istanbul, Turkey by EDXRF, *Turk. J. Fish. Aquat. Sci.* 10 (2010).
- [24] B. Vekemans, K. Janssens, L. Vincze, F. Adams, P. Van Espen, Analysis of X-ray spectra by iterative least squares (AXIL): new developments, *X-Ray Spectrom.* 23 (1994) 278–285.
- [25] O. Kaygili, S. Keser, N. Bulut, T. Ates, Characterization of Mg-containing hydroxyapatites synthesized by combustion method, *Physica B* 537 (2018) 63–67.
- [26] B. Sutter, D.W. Ming, A. Clearfield, L.R. Hossner, Mineralogical and chemical characterization of iron-, manganese-, and copper-containing synthetic hydroxyapatites, *Soil Sci. Soc. Am. J.* 67 (2003) 1935–1942.

ÖZGEÇMİŞ

Aslen Osmaniye'nin Bahçe ilçesinden olan Oğuz Kağan KÖKSAL 1985 yılında Gaziantep'in İslahiye ilçesinde doğdu. İlk ve orta öğrenimini Kahramanmaraş'ta tamamladı. Lise öğrenimini Osmaniye Anadolu Lisesi'nde yaptı. Üniversite eğitimini 22.07.2008 tarihinde Balıkesir Üniversitesi Necati Bey Eğitim Fakültesi Orta Öğretim Fen ve Matematik Alanları Eğitimi Fizik Öğretmenliği bölümünde tezsiz yüksek lisans yaparak tamamladı. 27.08.2008-27.09.2010 tarihleri arasında Özel Osmaniye Ender Eğitim Kurumlarında Fizik Öğretmeni olarak çalıştı. 2010 yılında Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Nükleer Fizik Anabilim dalında yüksek lisans eğitimine başladı. 06.12.2010 tarihinde Karadeniz Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalına Araştırma Görevlisi olarak atanarak yatay geçişle Yüksek Lisans öğrenimine devam etti. 16.08.2011-18.01.2012 tarihleri arasında LLP Erasmus Öğrenci Değişimi Bursu ile Lund Üniversitesi Fizik bölümünde Lund, İsveç'te yüksek lisans eğitimine devam etti. Burada Nobel Fizik Ödülü Komite başkanlığı ve üyeliği yapmış olan Prof. Dr. Sune SVANBERG'den, Doktora düzeyindeki Atom ve Molekül Spektroskopisi dersini alarak başarıyla tamamladı. Svanberg'in sorumluluğunda olan üç farklı laboratuvarında çalışarak spektroskopi bilgisini arttırdı. Ayrıca Alman Fizikçi Joachim SCHNADT'tan Atom ve Molekül Fiziği dersini alarak başarıyla tamamladı ve Schnadt'ın sorumluluğunda olan üç laboratuvarında deneyler yaparak Atom ve Molekül Fiziği alanında bilgilerini arttırdı. Daha sonra Türkiye'ye dönen KÖKSAL, 15.01.2013 tarihinde Yüksek Lisans eğitimini başarıyla tamamladı. 04.02.2013 tarihinde ise Doktora eğitimine başladı. 01.06.2015-31.07.2015 tarihleri arasında Erasmus + Staj faaliyeti kapsamında AGH Bilim ve Teknoloji Üniversitesi, Krakow, Polonya'da staj eğitimi aldı. 04.10.2017-31.12.2017 tarihleri arasında yine aynı üniversite ve bölümde doktora tez çalışmalarını yürüttü. SCI ve SCI-Expanded kapsamında yer alan uluslararası dergilerde 8 adet, diğer uluslararası dergilerde 3 adet olmak üzere toplam 11 makalesi mevcuttur. Ayrıca 20 adet çeşitli ulusal ve uluslararası kongrelerde poster ve sözlü sunusu vardır. Buna ilaveten 3 adet kitapta bölüm yazarlığı da bulunmaktadır. TÜBİTAK projeleri kapsamında yer alan bir projede ise bursiyer olarak çalışmıştır. Avrupa X-Işını Spektrometresi Topluluğuna 27.12.2017 tarihinden itibaren üyedir. Ayrıca American Journal of Physics and Applications adlı dergide 28.03.2018 tarihinden itibaren, Science Research Association Journal of Physics adlı dergide de 07.10.2018 tarihinden itibaren editörler kurulu üyeliği yapmaktadır. Ayrıca SCI endeksli X-Ray Spectrometry dergisinde hakemlik de yapmıştır. Oğuz Kağan KÖKSAL, Duygu KÖKSAL ile evli olup, Aysel Ferah adında bir kız çocuğu vardır. Köksal, iyi derecede İngilizce bilmektedir.