

**WDXRF SİSTEMİNDE $\text{Cu}_{(63)}\text{Zn}_{(37)}$ İLE $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$
ALAŞIMLARININ LEVHA NUMUNELERİNDE
2D X-IŞINI HARİTALAMA YÖNTEMİ İLE
ELEMENTAL DAĞILIMIN İNCELENMESİ**

Ömer Faruk AYDEMİR

**Yüksek Lisans Tezi
Fizik Anabilim Dalı
Prof. Dr. Yusuf ŞAHİN
2012
Her Hakkı Saklıdır**

ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

WDXRF SİSTEMİNDE $\text{Cu}_{(63)}\text{Zn}_{(37)}$ İLE $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$
ALAŞIMLARININ LEVHA NUMUNELERİNDE 2D X-IŞINI
HARİTALAMA YÖNTEMİ İLE ELEMENTAL DAĞILIMIN
İNCELENMESİ

Ömer Faruk AYDEMİR

FİZİK ANABİLİM DALI

ERZURUM

2012

Her Hakkı Saklıdır



T.C.
ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ



TEZ ONAY FORMU

WDXRF SİSTEMİNDE $Cu_{(63)}Zn_{(37)}$ İLE $Cu_{(86)}Mn_{(12)}Ni_{(2)}$ ALAŞIMLARININ LEVHA
NUMUNELERİNDE 2D X-İŞİNİ HARİTALAMA YÖNTEMİ İLE ELEMENTAL
DAĞILIMIN İNCELENMESİ

Prof. Dr. Yusuf ŞAHİN danışmanlığında, Ömer Faruk AYDEMİR tarafından hazırlanan
bu çalışma 24/07/2012 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından FİZİK Anabilim Dalı'nda
Yüksek Lisans tezi olarak **oybirliği/oy çokluğu (3/3.)** ile kabul edilmiştir.

Başkan : Prof. Dr. Yusuf ŞAHİN

İmza

Üye : Prof. Dr. Lütfü DEMİR

İmza

Üye : Doç. Dr. Murat ALANYALIOĞLU

İmza

Yukarıdaki sonucu onaylıyorum

Prof. Dr. İhsan EFEOĞLU
Enstitü Müdürü

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

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

WDXRF SİSTEMİNDE $\text{Cu}_{(63)}\text{Zn}_{(37)}$ İLE $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ ALAŞIMLARININ LEVHA NUMUNELERİNDE 2D X-IŞINI HARİTALAMA YÖNTEMİ İLE ELEMENTAL DAĞILIMIN İNCELENMESİ

Ömer Faruk AYDEMİR

Atatürk Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı

Danışmanı: Prof. Dr. Yusuf SAHİN

Bu çalışmada, WDXRF sisteminde $\text{Cu}_{(63)}\text{Zn}_{(37)}$ ve $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ alaşımlarının mevcut elementlerinin karakteristik X-ışını spektrumları elde edilerek her bir element için konsantrasyon ve şiddet haritaları iki boyutta oluşturulmuştur. Elde edilen bu haritalardan, alaşımı oluşturan elementlerin levha içindeki dağılımları incelenmiştir.

2012, 50 Sayfa

Anahtar Kelimeler: X-ışını Haritalama, Elementsel Dağılım, X-ışını Optiği, WDXRF, Ağırlıkça Yüzde Konsantrasyon.

ABSTRACT

Master Thesis

AN INVESTIGATION THE ELEMENTAL DISTRIBUTION OF $\text{Cu}_{(63)}\text{Zn}_{(37)}$ AND $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ ALLOYS WITH 2D X-RAY MAPPING TECHNIQUE

Ömer Faruk AYDEMİR

Atatürk University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Physics

Supervisor: Prof. Dr. Yusuf ŞAHİN

In this study, the characteristic X-ray spectra obtain from $\text{Cu}_{(63)}\text{Zn}_{(37)}$ and $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ alloys were used to obtain the 2D elemental mapping. To identify the regional distribution, the X-ray microanalysis of the samples are realized.

2012, 50 Pages

Keyword: X-ray mapping, Elemental distribution, WDXRF, X-ray optic, Weight Concentration.

TEŐEKKÜR

Sunmuş olduđum yüksek lisans tezi, Atatürk Üniversitesi Fen Fakóltesi Fizik Bölümü öđretim üyelerinden Sayın Prof. Dr. Yusuf ŐAHİN'nin yöneticiliđinde hazırlanmıŐtır. Bu çalıŐmanın her aŐamasında her türlü desteđini, katkısını ve sabrını esirgemeyen çok deđerli hocam Sayın Prof. Dr. Yusuf ŐAHİN'e en içten duygularıyla teŐekkürlerimi sunarım.

ÇalıŐmalarım süresince görüŐ, öneri ve yardımlarını esirgemeyen Sayın Doç. Dr. Ali GÜROL'a teŐekkürlerimi sunarım. Ayrıca ArŐ. Gör. Erdem ŐAKAR'a, Zootekni Bölümünde ArŐ. Gör. Mutlu YAĐANOĐLU'ya, emeđi geçen tüm Fizik Bölümü elemanlarına, ve çalıŐmalarım boyunca desteđini esirgemeyen aileme de teŐekkürlerimi bir borç bilirim.

Ömer Faruk AYDEMİR

Temmuz 2012

İÇİNDEKİLER

ÖZET.....	i
ABSTRACT.....	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ.....	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	ix
1. GİRİŞ.....	1
2. KURAMSAL TEMELLER.....	4
2.1. X-ışını Optiği.....	4
2.2. Capillary (Kılcal) Tüp Optikleri.....	6
2.3. Polycapillary Optikler.....	9
2.3.1. Odaklayıcı Polycapillary optikler.....	12
2.3.2. Collimating (Yönlendirici) Polycapillary optikler.....	14
2.4. X-ışını Görüntüleme (X-ray imaging).....	17
2.4.1. Koherent Saçılma.....	18
2.4.2. Compton Saçılması.....	18
2.4.3. Fotoelektrik Olay.....	19
2.4.4. Dokularda X-ışınlarının Liner ve Kütle Soğurulması.....	19
2.4.5. Görüntü Oluşturma.....	20
2.5. X-ışını Haritalama (X-ray mapping).....	21
2.5.1. X-ışını Haritalamanın Oluşturulması.....	21
2.5.2. X-ışını Haritalamanın Yapıldığı Sistemler.....	22
3. MATERYAL ve YÖNTEM.....	24
3.1. X-ışını Haritalama İçin Kullanılan Numuneler.....	26
3.2. X-ışını Haritalama İçin Ölçüm Yöntemi.....	27
3.2.1. $Cu_{(63)}Zn_{(37)}$ Alaşımı İçin Ölçüm Yöntemi.....	27
3.2.2. $Cu_{(86)}Mn_{(12)}Ni_{(2)}$ Alaşımı İçin Ölçüm Yöntemi.....	27
4. ARAŞTIRMA BULGULARI.....	28
4.1. $Cu_{(63)}Zn_{(37)}$ Alaşımı Numunesi İçin Elde Edilen X-ışını Haritaları.....	28

4.2. Cu ₍₈₆₎ Mn ₍₁₂₎ Ni ₍₂₎ Alařımı İin Elde Edilen X-Iřını Haritaları	30
5. TARTIřMA ve SONU.....	34
5.1. Cu ₍₆₃₎ Zn ₍₃₇₎ Alařımında Cu ve Zn İin Konsantrasyon Dağılım Haritalarının İncelenmesi	34
5.2. Cu ₍₈₆₎ Mn ₍₁₂₎ Ni ₍₂₎ Alařımında Cu, Mn ve Ni İin Konsantrasyon Dağılım Haritalarının İncelenmesi.....	40
KAYNAKLAR	49
ÖZGEMİř	51

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

μ -XRF	Mikro X-ışını Flöresansı
XRF	X-ışını Flöresansı
WDXRF	Dalga Boyu Ayırımı X-ışını Flöresans Spektrometresi
θ_c	Kritik Açı (Grazing Angle)
n	Kırılma İndisi
G	Şiddet Kazancı
IFD	Giriş Odak Mesafesi (Input Focal Distance)
ΔX_f	Odak Nokta Boyu
ΔX_s	Kaynak Boyu
2D	İki Boyutlu
f_1	Atomik Saçılma Faktörünün Gerçek Kısmı
f_2	Atomik Saçılma Faktörünün Sanal Kısmı
N	Birim Hacim Başına Atom Sayısı
r_o	Klasik Elektron Yarıçapı
δ	Kırılma İndisinin 1'den Sapması
β	Soğurma İndisi
Ω_o	Optiğin Kullandığı Açısı
θ_d	Optik Çıkışındaki Diverjans Açısı
F_1	Kaynak İle Optik Arası Mesafe
F_2	Optik İle Optiğin Odak Noktası Arasındaki Mesafe
L	Optiğin Uzunluğu

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1. X-ışınları için kullanılan optiklerin dayandıkları optik olaylarına göre oluşturulmuş tablo	5
Şekil 2.2. Bazı mikro odaklayıcı optiklerin çizimleri	5
Şekil 2.3. Capillary (Kılcal) tüp biçimleri (θ_c kritik açıdır)	7
Şekil 2.4. ϕ_i , gelem açısına sahip X-ışını için kırılmasını ve yansımını gösterir	7
Şekil 2.5. Kritik (grazing) açının gelen radyasyon enerjisi ve optik malzemesinin atom numarası ile değişimi	8
Şekil 2.6. Tek parça (monolithic) polycapillary optiğin kesitinin SEM görüntüleri	10
Şekil 2.7. Tek parça (monolithic) polycapillary tüpün fotoğrafı	10
Şekil 2.8. A fotonu kritik açı (veya kritik açı altında) gelme açısına sahip olduğundan tam yansıma yaparak yoluna devam eder. B fotonu kritik açıdan büyük gelme açısında geldiğinden tam yansıma yapamaz	10
Şekil 2.9. Polycapillary optik çeşitleri	11
Şekil 2.10. Eğik bir capillary optik	11
Şekil 2.11. Odaklayıcı bir polycapillary optik gösterimi	12
Şekil 2.12. Odaklayıcı polycapillary optik ve pinhole enerji-sayım sonuçlarının karşılaştırılması	13
Şekil 2.13. 8,0 keV ve 17,4 keV enerjileri için kaynak çapı-akı yoğunluğu kazanç grafikleri	13
Şekil 2.14. Collimating (yönlendirici) polycapillary optik	14
Şekil 2.15. Bir collimating optik için optik uzunluğu, şiddet ve ışın sapması grafikleri	15
Şekil 2.16. Collimating optik için odak mesafesi ve toplama açısı	16
Şekil 2.17. Gelen X-ışını enerjisine bağlı olarak kurşun, iyot ve bazı dokulardaki soğurma katsayıları.	20
Şekil 2.18. EDS de yapılan bor için X-ışını haritası	22
Şekil 2.19. WDS de yapılan bor için X-ışını haritası	23
Şekil 3.1. WDXRF sisteminin ana şeması (Akbaba 2009)	24
Şekil 3.2. WDXRF sisteminin şematik gösterimi (Demir 2004)	26

Şekil 4.1. $\text{Cu}_{(63)}\text{Zn}_{(37)}$ alaşımında Cu için konsantrasyon dağılım haritası	28
Şekil 4.2. $\text{Cu}_{(63)}\text{Zn}_{(37)}$ alaşımında Zn için konsantrasyon dağılım haritası	29
Şekil 4.3. $\text{Cu}_{(63)}\text{Zn}_{(37)}$ alaşımında Cu-K α şiddet dağılım haritası.....	29
Şekil 4.4. $\text{Cu}_{(63)}\text{Zn}_{(37)}$ alaşımında Zn-K α şiddet dağılım haritası	30
Şekil 4.5. $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ alaşımında Cu için konsantrasyon dağılım haritası	31
Şekil 4.6. $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ alaşımında Mn için konsantrasyon dağılım haritası	31
Şekil 4.7. $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ alaşımında Ni için konsantrasyon dağılım haritası	32
Şekil 4.8. $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ alaşımında Cu-K α için şiddet dağılım haritası.....	32
Şekil 4.9. $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ alaşımında Mn-K α için şiddet dağılım haritası	33
Şekil 4.10. $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ alaşımında Ni-K α için şiddet dağılım haritası	33
Şekil 5.1. Üzerinde birbirine eşit alanlı 4 bölge tespit edilmiş $\text{Cu}_{(63)}\text{Zn}_{(37)}$ alaşımındaki Cu konsantrasyon dağılım haritası.....	35
Şekil 5.2. Üzerinde birbirine eşit alanlı 4 bölge tespit edilmiş $\text{Cu}_{(63)}\text{Zn}_{(37)}$ alaşımındaki Zn konsantrasyon dağılım haritası.....	36
Şekil 5.3. $\text{Cu}_{(63)}\text{Zn}_{(37)}$ alaşımındaki Cu konsantrasyon dağılım haritası	39
Şekil 5.4. $\text{Cu}_{(63)}\text{Zn}_{(37)}$ alaşımındaki Zn konsantrasyon dağılım haritası	40
Şekil 5.5. Üzerinde birbirine eşit alanlı 4 bölge tespit edilmiş olan $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ alaşımındaki Cu konsantrasyon dağılım haritası.....	41
Şekil 5.6. Üzerinde birbirine eşit alanlı 4 bölge tespit edilmiş olan $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ alaşımındaki Mn konsantrasyon dağılım haritası.....	41
Şekil 5.7. Üzerinde birbirine eşit alanlı 4 bölge tespit edilmiş $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ alaşımındaki Ni konsantrasyon dağılım haritası	42
Şekil 5.8. $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ alaşımındaki Cu konsantrasyon dağılım haritası.....	46
Şekil 5.9. $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ alaşımındaki Mn konsantrasyon dağılım haritası.....	47
Şekil 5.10. $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ alaşımındaki Ni konsantrasyon dağılım haritası	48

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1. Bazı optiklerin teknik özellikleri	6
Çizelge 2.2. 8.0 ve 17.5 keV enerjili X-ışınları için rad ve derece cinsinden kritik açı değerleri	9
Çizelge 5.1. Cu ₍₆₃₎ Zn ₍₃₇₎ alaşımının konsantrasyon dağılım haritası üzerinde belirlenen bölgeler için belirlenen Cu konsantrasyonunun standart sapma, ortalama, maksimum ve minimum değerleri	36
Çizelge 5.2. Cu ₍₆₃₎ Zn ₍₃₇₎ alaşımının konsantrasyon dağılım haritası üzerinde belirlenen bölgeler için belirlenen Zn konsantrasyonunun standart sapma, ortalama, maksimum ve minimum değerleri	37
Çizelge 5.3. Cu ₍₆₃₎ Zn ₍₃₇₎ numunesinde Cu konsantrasyon dağılım haritası üzerindeki dört bölge için istatistiksel veiler	37
Çizelge 5.4. Cu ₍₆₃₎ Zn ₍₃₇₎ numunesinde Zn konsantrasyon dağılım haritası üzerindeki dört bölge için istatistiksel veriler	38
Çizelge 5.5. Cu ₍₈₆₎ Mn ₍₁₂₎ Ni ₍₂₎ alaşımının konsantrasyon dağılım haritası üzerinde belirlenen bölgeler için Cu konsantrasyonunun standart sapma, ortalama, maksimum ve minimum değerleri	42
Çizelge 5.6. Cu ₍₈₆₎ Mn ₍₁₂₎ Ni ₍₂₎ alaşımının konsantrasyon dağılım haritası üzerinde belirlenen bölgeler için Mn konsantrasyonunun standart sapma, ortalama, maksimum ve minimum değerleri	43
Çizelge 5.7. Cu ₍₈₆₎ Mn ₍₁₂₎ Ni ₍₂₎ alaşımının konsantrasyon dağılım haritası üzerinde belirlenen bölgeler için Ni konsantrasyonunun standart sapma, ortalama, maksimum ve minimum değerleri	43
Çizelge 5.8. Cu ₍₈₆₎ Mn ₍₁₂₎ Ni ₍₂₎ numunesinde Cu konsantrasyon dağılım haritası üzerindeki dört bölge için istatistiksel veriler	43
Çizelge 5.9. Cu ₍₈₆₎ Mn ₍₁₂₎ Ni ₍₂₎ numunesinde Mn konsantrasyon dağılım haritası üzerindeki dört bölge için istatistiksel veriler	44
Çizelge 5.10. Cu ₍₈₆₎ Mn ₍₁₂₎ Ni ₍₂₎ numunesinde Ni konsantrasyon dağılım haritası üzerindeki dört bölge için istatistiksel veriler	44

1. GİRİŞ

X-ışını haritalama tekniği ile numune yüzeylerinde belirli bir elementin bölgesel olarak, nerede ve ne kadar miktarda dağıldığı bulunabilir ve numunenin homojenliği hakkında yorum yapılabilir. X-ışını haritalama, bu özelliği ile birçok alanda kullanılan bir analiz metodu olmaktadır. Yaygın olarak malzeme mühendisliğinde, tıpta, arkeolojide, jeolojide kullanılmaktadır. X-ışını haritalama metodu incelenecek numuneye ve özelliklere bağlı olarak farklı spektrometrelerde kullanılmaktadır.

Bu çalışmada alaşımların homojenliği X-ışını haritalama metodu ile tespit edilmiştir.

X-ışını haritalama ile ilgili olarak bazı çalışmalar aşağıda verilmiştir.

Gredmaier *et al.* (2011), çalışmalarında mikro X-ışını flöresans haritalama ile 1050⁰C'de pişirilen tuğlalardaki kalsiyum ve sülfürün tuğlada nasıl dağılım gösterdiklerini belirlemek için kalsiyum ve sülfürün elementsel haritalarını oluşturmuşlardır. Analiz için tuğladan 34mm×26,5 mm'lik bir dilim kesilmiştir. Bu dilim üzerinde belirlenen her bir nokta için 10s'lik ölçüm alınmıştır ve toplam ölçüm zamanı 36 saattir. Dilim, Rh hedefli 50W X-ışını tüpünden elde edilen X-ışınları ile taranmıştır. Sıvı azot soğutmalı Si(Li) detektörü ile karakteristik X-ışınlarını saymışlardır. Odaklayıcı optik olarak, 300 μ m odak nokta boyutuna sahip polycapillary optik kullanmışlardır. Çalışma ile pişirilen tuğlalardaki kalsiyum sülfat tuzlarının oluşumunun anlaşılmasına katkı sağlamışlardır.

Dumont *et al.* (2009), çalışmalarında fosil 'Sauropod' dinazor kemiklerinin elementsel dağılım analizini yapmışlardır. Analizi, synchrotron radyasyonu kullanarak mikro X-ışını flöresans ve taramalı elektron mikroskopunda enerji ayırmalı X-ışını spektrometresi ile yapmışlardır. Fosilleşme süresince kemikte meydana gelen değişimleri tespit etmişlerdir. 17 keV'de Ni C çok tabakalı monokromatör ile monokromatikleştirilmiş X-ışını kullanmışlardır. Bu X-ışını numune üzerine odaklamak için silikon sürüklenme

detektörü (SDD) önüne yerleştirilmiş bir polycapillary optik kullanmışlardır. 64×48 piksellik ¹ bölge tespit etmişlerdir. Her piksel 5 s'lik sayım zamanı içinde uyarılmıştır. Ayrıca 15 kV'da uygulanan Philips XL30 tungsten filamanlı elektron mikroskobu ve enerji ayırmalı X-ışını (EDX) spektrometresi ile aynı parça üzerinde elementsel dağılım haritası oluşturmuşlardır. Ölçüm sonunda, Ca, Na, K ve Pb'nin daha az, Fe, Mn, ve Al'nin daha fazla olduğunu tespit etmişlerdir. Demir dışında, kemikte diğer elementlerin dağılımının homojen olduğunu tespit etmişlerdir. Yeni kemikle kıyaslandığında, Fe ve Mn'nin fosil souropod kemiğinde daha fazla olduğunu belirlemişlerdir.

Cheng *et al.* (2010), mikro X-ışını flöresans ile çok eski zamandan kalma özel bir porselenin üzerindeki desenlerde kullanılan boya maddelerinin kimyasal kompozisyonu çalışarak elementsel haritasını oluşturmuşlardır. Analizde hava soğutmalı Mo-anotlu X-ışını tüpü, porselenin yüksek miktarda Pb içermesinden dolayı, XRF ile kimyasal kompozisyonu belirlemedeki zorluğu aşmak için polycapillary optik, X-ışını detektörü, CCD kamerası ve XYZ θ numune zeminini kullanmışlardır. Numuneden gelen X-ışınları için 197 eV rezolüsyonlu Peltier soğutmalı Si-PIN diyot detektörü kullanmışlardır. Detektör ile numune arasına karakteristik X-ışınlarının soğurulmasını azaltmak için He ile doldurulmuş 2 mm çaplı kolimatör kullanmışlardır. Böylece bazı hafif elementler tespit etmişlerdir. Porselen parçasını $500 \mu\text{A}$ 'lık tüp akımlı 40 kV'luk tüp voltajlı bir μ -XRF sistemi ile ölçmüşlerdir. Taranan alanı $117 \text{ mm} \times 133 \text{ mm}$ olarak belirlemişlerdir. Elde ettikleri sonuçlar neticesinde, porselen parçası üzerindeki deseninde, önceden belirledikleri her bir element için haritalar oluşturmuşlardır.

Miller *et al.* (2005), mikro XRF ile tablet ilaçların elementsel haritalarını oluşturmuşlardır. Tablet ilaçların üretiminde, elementsel dağılım analizleri önemlidir. μ -XRF haritalamayla, Rh hedefli kaynak ve SiLi detektör ile donatılmış EDAX Eagle II XLP sistemi kullanarak vakum ortamda yapmışlardır. Bu çalışmada $60 \mu\text{m}$ 'lik odak nokta boyutuna sahip polycapillary optik kullanmışlardır. Her bir tablet için, görüntüleri 128×100 piksellik ve her piksel için 200 ms ölçüm zamanı almışlardır. Yaptıkları

¹ Piksel, sayısal görüntülerdeki en küçük parçadır.

ölçümler neticesinde, tablet içindeki inorganik elementlerin dağılım haritalarını elde etmişlerdir. Tabletteki organik elementler için moleküler görüntüleme tekniğini kullanmışlardır.

Sugihara *et al.* (2000), çalışmalarında geleneksel özel bir Japon seramiğinin üzerindeki iki çiçek deseni ve 'radan' için X-ışını haritalarını oluşturmuşlardır. Haritaları oluşturmak için SEA5230 mikro XRF sistemi kullanmışlardır. Çiçek desenleri üzerinde belirli elementler için ayrı ayrı haritalar oluşturmuşlardır. Böylece elementlerin çiçek deseni üzerinde nerelerde bulunduğunu tespit etmişlerdir.

Fukumoto *et al.* (1998), çalışmalarında baklagil bitkisi için Ca, K ve Mn $K\alpha$ şiddet dağılım haritalarını oluşturmuşlardır. İlk olarak yaklaşık 50 saat boyunca yüksek dozlu X-ışınına maruz kalan baklagil bitkisi için, sonra 6 günlük suni asit yağmuruna maruz kalan baklagil bitkisi için X-ışını haritaları oluşturmuşlardır. Ölçüm için, bitki üzerinde her bir adımın $80\mu\text{m}$ olduğu 64×64 sayıda noktalar belirlemişlerdir. Analiz için 60 keV ve 30 mA'lık X-ışını tüpü kullanmışlardır.

Jensen *et al.* (2012), uzun ömürlü plütonyum izotopuna (^{242}Pu) maruz kalmış fare *pneumocytoma* (PC12) hücrelerinde Th ve hafif elementler ve transuranik element olan plütonyumun L_2 ve L_3 çizgilerinin elementsel miktarlarını araştırmış ve haritalarını oluşturmuşlardır. Elde ettikleri haritalarından plütonyumun özellikle hücrelerin sitoplazmasında bulunduğunu ve hücre çekirdeğinden uzak durduğunu tespit etmişlerdir.

Dağılım analizleri, kalite kontrolü, kirlilik testi ve süreç izleme gibi alanlarda kullanılır. Bu tez çalışmasında $\text{Cu}_{(63)}\text{Zn}_{(37)}$ ve $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ alaşımlarını oluşturan elementlerin alaşım içinde nasıl dağıldıkları, alaşımların X-ışını haritaları oluşturularak tespit edilmiştir.

2. KURAMSAL TEMELLER

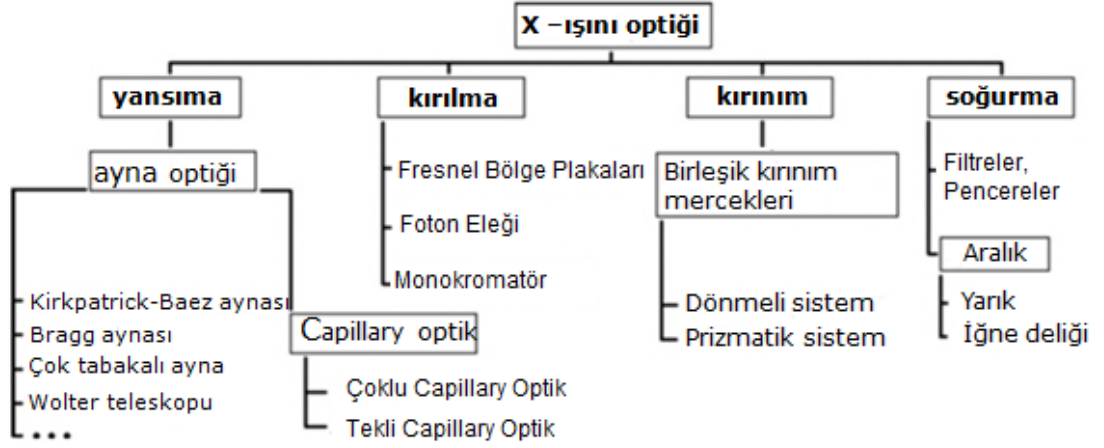
2.1. X-ışını Optiđi

X-ışını optiđi, bir deneyde istenilen kalitede X-ışını elde etmek için kullanılır. Bu optikler, cihazların X-ışınlarının boyutunu, sapmasını, bant genişliğini, akı yoğunluđunu deđiřtirirler.

Uygun řua uzunluđu, uygun uyarma enerjisi ve yüksek lateral çözünürlük mikro X-ışını uygulamalarında önemli unsurlardır. Bu yüzden güçlü, monokromatik ve yüksek konsantrasyonlu X-ışınları elde etmek için yapılan analize uygun optik malzemeler kullanılır.

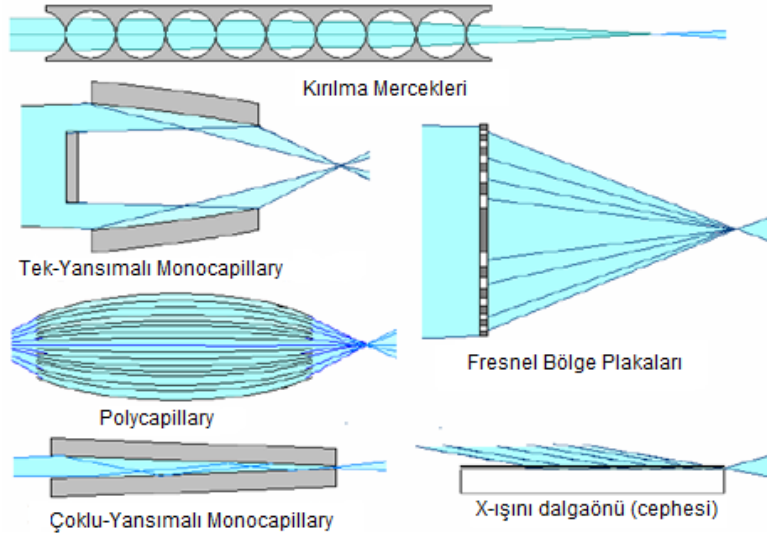
Son yıllarda X-ışını optiđi, fizikte ve teknoloji de özel bir dal olarak hızlı bir řekilde ilerlemektedir.

X-ışını optiđinde kullanılan optik malzemeler, tam dıř yansıma, kırılma ve kırınım olaylarına dayanır. Bu fiziksel olaylara bađlı olarak optik malzemeler geliřtirilir. Günümüzde yansıma esasına dayanan X-ışını optikleri olarak, ayna optikleri, kirkpatrick-beaz aynası, bragg aynası, çok tabakalı aynalar, capillary tüpler; kırılma esasına dayanan optikler olarak; monokromatikler, foton elekleri, freysel bölge plakları, kırınım esasına dayanan optikler olarak prizmatik sistemler, dönmeli sistemler; sođurma esasına dayanan optikler olarak filtreler, pencereler, aralıklar (slit ve pinhole) kullanılmaktadır.



Şekil 2.1. X-ışınları için kullanılan optiklerin dayandıkları optik olaylarına göre oluşturulmuş tablo

Kırılma optiği olan fresnel bölge plakaları optiğinde, tabaka üzerindeki her bir halka X-ışınlarında π kadarlık faz farkı üretir ve odak noktasında maksimum yapıcı girişim noktaları oluşur. Kırınım mercekleri, x-ışınlarını odaklamak için birçok iç bükümlü merceklerden oluşur. Yansımada tam dış yansımaya gerçekleşir.



Şekil 2.2. Bazı mikro odaklayıcı optiklerin çizimleri (Cornaby 2008)

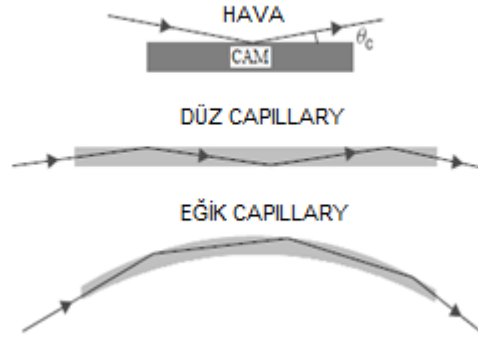
Aşağıdaki Çizelge 2.1’de bazı optikler için teknik özellikler verilmiştir.

Çizelge 2.1. Bazı optiklerin teknik özellikleri.

	Odak Boyutu	Sapma (Divergence)	Kazanç (Gain)	Verimlilik (Efficiency)	Çalışma Uzunluğu	Sınırlamalar
Tek-Yansımali Monocapillary	100 ile 0,25	10 ile 1 mrad	2 ile 10^3	99% ile 90%	0,2 ile 150 mm	aralık boyu, eğim hatası
Çoklu-Yansımali Monocapillary	50 ile 0,09	10 ile 1 mrad	2 ile 10^3	20% veya daha az	birkaç μ m	optiğin ucundaki odak
Polycapillary	100 ile 10	20^0 üzeri	100 ile 10^4	40% ile 20%	2 ile 100 mm	sınırlı odak boyu
Fresnel Bölge Plakaları	30 ile 0,03	20^0 üzeri 0,1 mrad	2 ile 10^6	40% ile 10%	birkaç mm ile metre	aralık boyutu, kromatik sapma
Kırınım Mercekleri	30 ile 0,25	10 ile 0,1 mrad aşağısı	2 ile 4000	90% ile 10%	birkaç mm ile metre	aralık boyutu, kromatik sapma
KB Aynaları	0,09 ve üzeri	birkaç derece ile 0,1 mrad	3 ile 10^6	95% ile 40%	birkaç cm ile metre	eğim hatası
Dalgaönü	0,03 ve üzeri	10 ile 1 mrad	2 ile 4000	20% veya daha az	birkaç μ m	optiğin ucundaki odak

2.2. Capillary (Kılcal) Tüp Optikleri

Capillary tüp optikler, pürüzsüz cam yüzeylerden X-ışınlarının tam dış yansıma yapma olayına dayanarak geliştirilmiş optik malzemedir. Pürüzsüz cam yüzeylerin kullanılmasından amaç, X-ışınlarının kaynaktan numuneye gidene kadar şiddetinde bir kayıp olmamasıdır. Capillary tüp, düz ya da eğik biçimlidir (Şekil 2.3).

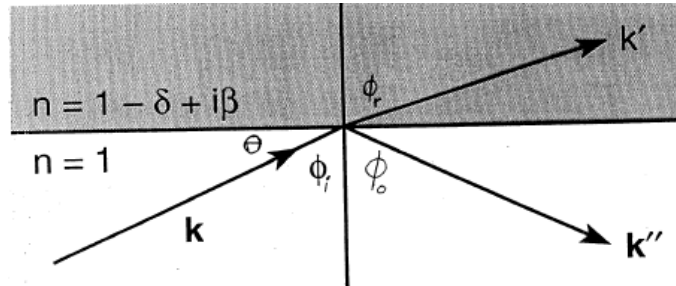


Şekil 2.3. Capillary (Kılcal) tüp biçimleri (θ_c kritik açıdır)

Bu optiklerin temel prensibi X-ışını enerjisi aralığında, optikte kullanılan malzemenin optiksel özelliklerinin fiziksel doğasına dayanır. X-ışını aralığında bir malzemenin kırılma indisi,

$$n = 1 - \delta + i\beta = 1 - \frac{r_0 \lambda^2}{2\pi} N f_1 - if_2 \quad (2.1)$$

şeklinde ifade edilir. Burada, δ kırılma indisinin 1'den sapmasını; β soğurma indisini; λ gelen X-ışının dalgaboyu, f_1 atomik saçılma faktörünün gerçek kısmını; f_2 atomik saçılma faktörünün sanal kısmını; N birim hacim başına atom sayısını, r_0 klasik elektron yarıçapını ($r_0 = 2,82 \times 10^{-13}$ cm) temsil etmektedirler. f_1 , atom başına serbest elektron sayısına; yani, gelen fotonların enerjisinden daha küçük bağlanma enerjisine sahip elektronların sayısına eşittir. Nf_1 , hacim başına serbest elektronların etkin sayısıdır.



Şekil 2.4. ϕ_i , gelem açısına sahip X-ışını için kırılmasını ve yansımalarını gösterir

X-ışınları için, ϕ_i gelme açısıdır, ϕ_r kırılma açısı, ϕ_0 yansımaya açısıdır. θ açısı ise ‘grazing’ açısıdır. X-ışınları küçük ‘grazing’ (kritik) açılarında tam yansımaya uğrarlar.

Yukarıdaki ifadede δ parametresi, tam yansımaya kritik açısının değerini belirler:

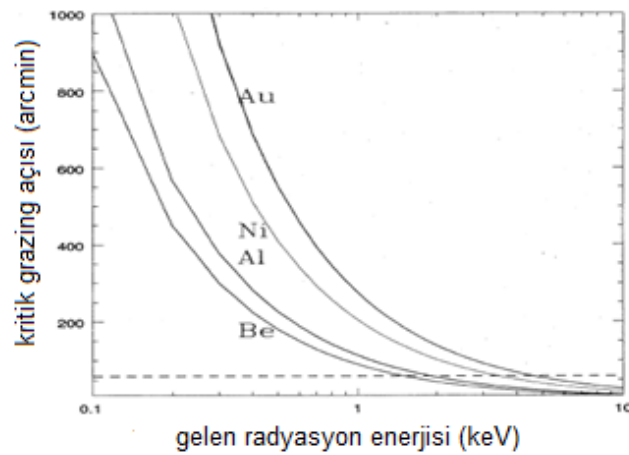
$$\theta_c = (2\delta)^{1/2} \quad (2.2)$$

Kırılma indisinin sanal kısmındaki β , malzemedeki radyasyon soğurmasını belirtir ve

$$\beta = \frac{\lambda\mu}{2\pi} \quad (2.3)$$

ifadesi ile verilir. Burada μ , liner soğurma katsayısıdır.

Gelen radyasyonun enerjisi arttıkça, kritik açı küçülür. Sabit kritik (grazing) açılarında, yüksek atom numaralı malzemeler daha yüksek enerjili radyasyonları yansıtır. Aşağıda Şekil 2.5’de kritik (grazing) açının gelen radyasyon enerjisi ile ve optik malzemenin yapıldığı maddenin atom numarası ile nasıl değiştiğini göstermektedir.



Şekil 2.5. Kritik (grazing) açının gelen radyasyon enerjisi ve optik malzemesinin atom numarası ile değişimi

Gelen X-ışınları, capillary optikte tam yansıma uğramaları için kritik açı (θ_c) adı verilen bir açı değerine eşit veya daha küçük açılarda capillary optiğin cam yüzeyine gelmelidir:

$$\theta_i \leq \theta_c \quad (2.4)$$

Ayrıca, tam dış yansıma için kritik açı,

$$\theta_c = \frac{0,02 \cdot \rho^{1/2} \text{ g.cm}^3}{E \text{ kev}} \quad (2.5)$$

ifadesi ile de gösterilir. Burada ρ cam yoğunluğu, E gelen X-ışınlarının enerjisidir. Borosilicate bir cam için, θ_c gelen x-ışını fotonun enerjisi ile yaklaşık olarak aşağıdaki bağıntı ile verilebilir:

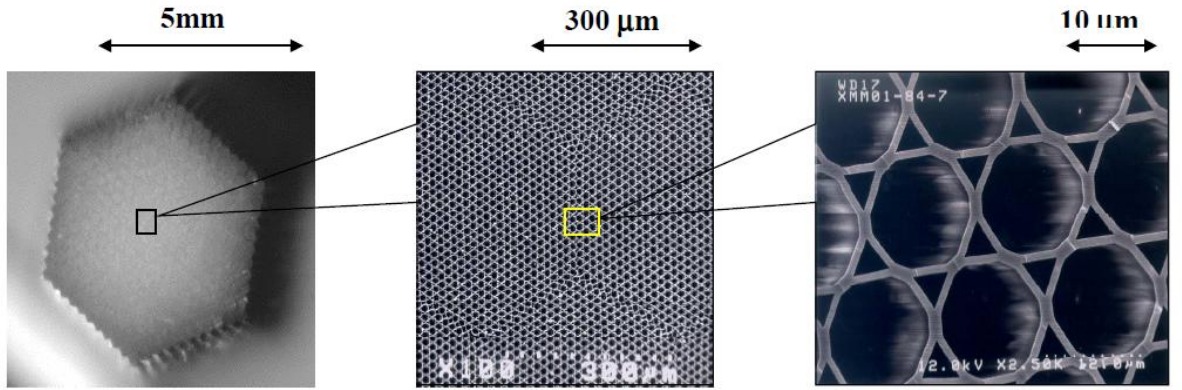
$$\theta_c \text{ mrad} \cong \frac{30}{\text{enerji (kev)}} \quad (2.6)$$

Çizelge 2.2. 8.0 ve 17.5 keV enerjili X-ışınları için rad ve derece cinsinden kritik açı değerleri

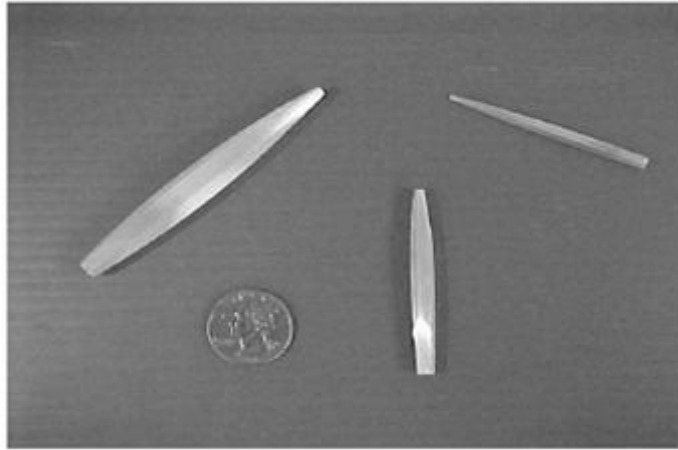
Energy (keV)	θ_c (mrad)	θ_c (°)
1	30	1.7
8.0 (Cu $K\alpha$)	3.8	0.22
17.5 (Mo $K\alpha$)	1.7	0.10

2.3. Polycapillary Optikler

Polycapillary optik, çok sayıda (10 000'den birkaç milyona kadar) küçük cam tüplerin bir demet şeklinde bir araya getirilmeleriyle oluşturulan tek parça optik malzemedir.

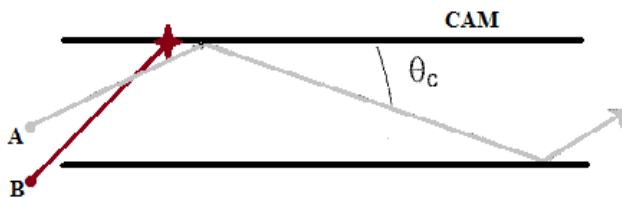


Şekil 2.6. Tek parça (monolithic) polycapillary optiğin kesitinin SEM görüntüleri



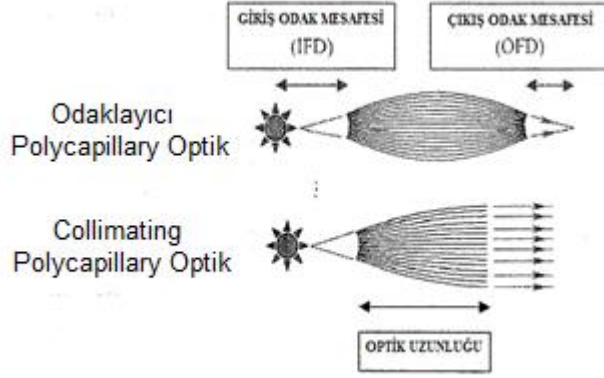
Şekil 2.7. Tek parça (monolithic) polycapillary tüpün fotoğrafı

X-ışınları, bu optiğe kritik açı değerinden büyük olmayan gelme açısıyla geldiklerinde tam yansımaya yaparak tüpler içerisinde yol alırlar.



Şekil 2.8. A fotonu kritik açı (veya kritik açı altında) gelme açısına sahip olduğundan tam yansımaya yaparak yoluna devam eder. B fotonu kritik açıdan büyük gelme açısında geldiğinden tam yansımaya yapamaz

Polycapillary optikler, uygun eğrilik yarıçapı ile hafifçe cam tüplerin eğilmesi ile odaklayıcı (focussing) ve yönlendirici (collimating) şeklinde kullanılabilirler (Şekil 2.9).



Şekil 2.9. Polycapillary optik çeşitleri

Eğrilik yarıçapı (R) tam yansımaya şartlarına bağlıdır:

$$R \leq \frac{d \cdot \theta_c^2}{2} \quad (2.7)$$

Burada d, bir capillary tüpün çapıdır ve genellikle 2-25 μm değerindedir. θ_c , kritik açıdır. θ_c 'den küçük gelem açılı X-ışınlarının sayısını artırmak için R($\sim 500\text{mm}$)'den küçük olmalıdır (Şekil 2.10).



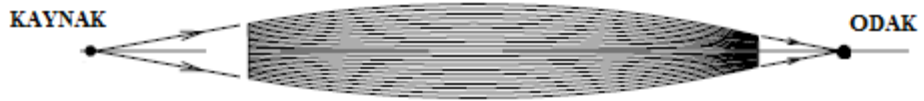
Şekil 2.10. Eğik bir capillary optik

X-ışınlarının optik içerisinde ilerlemesi, X-ışınlarının enerjisine ve capillary tüplerin eğrilik yarıçapına bağlıdır.

Polycapillary optiklerin temel faydası X-ışını şiddetinin X-ışının aldığı mesafe ile ters-kare ilişkisinin etkisini azaltmasındandır.

2.3.1. Odaklayıcı Polycapillary optikler

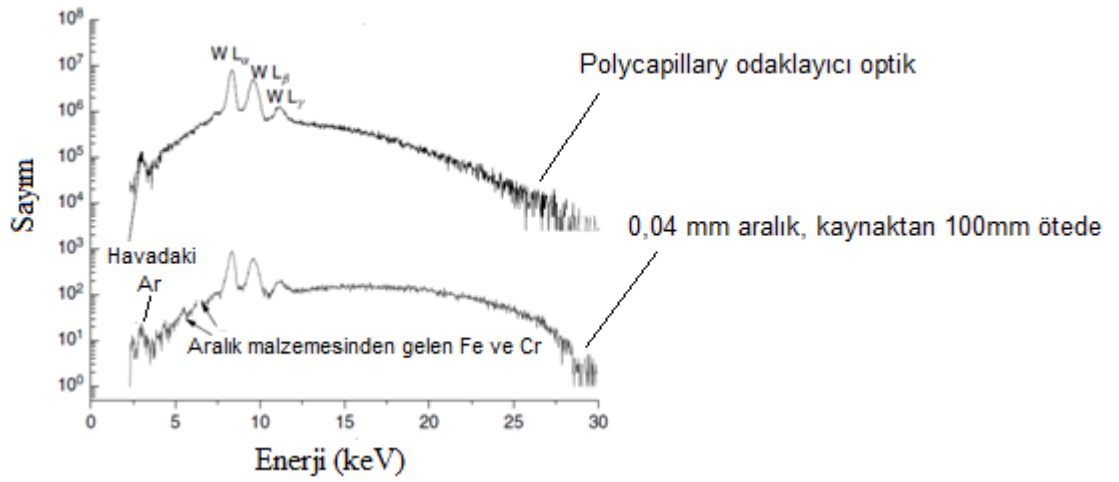
Kaynaktan ıraksayarak gelen x-ışınlarını toplayıp, bir noktaya bu x ışınlarını odaklayan polycapillary optiktir (Şekil 2.11).



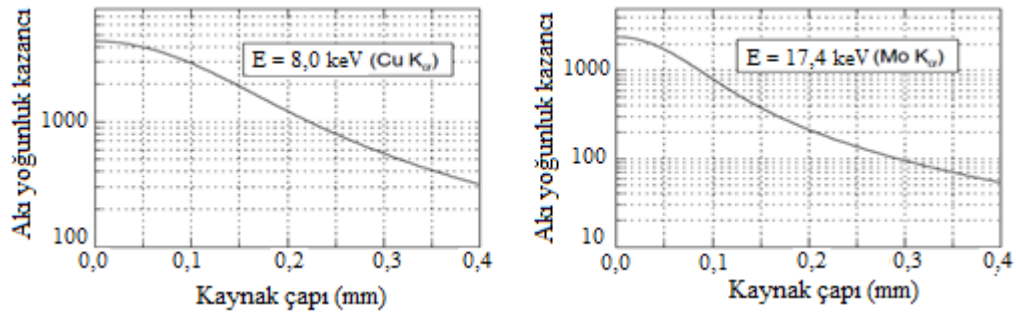
Şekil 2.11. Odaklayıcı bir polycapillary optik gösterimi

Tüm capillary tüpler optiğin girişinde kaynağın bulunduğu noktaya, çıkışında ise optiğin odak noktasına odaklanmışlardır. Bu optik büyük toplama açısıyla ve küçük noktaya odaklamasıyla optiğe yüksek akı yoğunluğu kazandırır. Optiğin akı yoğunluk² kazancı, optiğin odağında elde edilen X-ışını akı yoğunluğunun, kaynağa belli bir mesafede yerleştirilmiş ‘pinhole’ malzemesi ile elde edilen X-ışını akı yoğunluğuna oranı olarak belirlenir. Ayrıca, akı yoğunluğu kaynak boyutuna da bağlıdır. Kaynak boyutu arttıkça kazanç azalmaktadır.

² Akı yoğunluğu, birim zamanda birim alandan geçen foton sayısıdır.



Şekil 2.12. Odaklayıcı polycapillary optik ve pinhole enerji-sayım sonuçlarının karşılaştırılması



Şekil 2.13. 8,0 keV ve 17,4 keV enerjileri için kaynak çapı-akı yoğunluğu kazanç grafikleri

Capillary optikler için geometrik parametreler, kaynak ile optik arası mesafe (F_1), optiğin uzunluğu (L) ve optik ile optiğin odak noktası arasındaki mesafe (F_2) dir. Optik için fiziksel parametreler, uygun kaynak boyu (ΔX_s):

$$\Delta X_s = 2\theta_c F_1 + D_c \quad (2.8)$$

D_c capillary kanalların genişliğidir. Odak nokta boyu (ΔX_f) için;

$$\Delta X_f = 2\theta_c F_2 + D_c \quad (2.9)$$

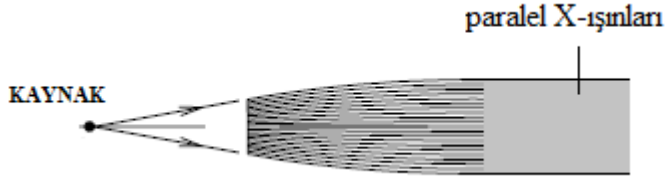
dir.

Kritik açı gelen X-ışının enerjisine bağlı olduğundan, hem uygun kaynak boyutu hem de odak nokta boyutu enerjiye bağlıdır.

Odaklayıcı polycapillary optikler XRF (X-ışını fluorescence), XRS (X-ışını spektroskopisi), MXRF, MXRF tomografi, SEM gibi sistemlerde kullanılabilir.

2.3.2. Collimating (Yönlendirici) Polycapillary optikler

Collimating³ (yönlendirici) bir polycapillary optik, kaynağından gelen X-ışınlarını kısmen paralel bir X-ışını demeti olarak dönüştüren X-ışını optiğidir.



Şekil 2.14. Collimating (yönlendirici) polycapillary optik

Yönlendirici optikler, multifiber ve monolithic olmak üzere iki tiptir. Monolithic optik için yakalama açısı 20° , multifiber optik için $4,27^\circ$, $8,8^\circ$ 'dir. İletim verimlilikleri monolithic optikte ve multifiber optikte de % 30' a kadardır.

Optiğin son kısmında tüm capillary kanallar birbirleri ile paralel olmalarına rağmen, optikten çıkan ışınlar paralellikten biraz saparlar.

³ Collimating, istenilen bir alana gidenlere müsaade eden anlamındadır.

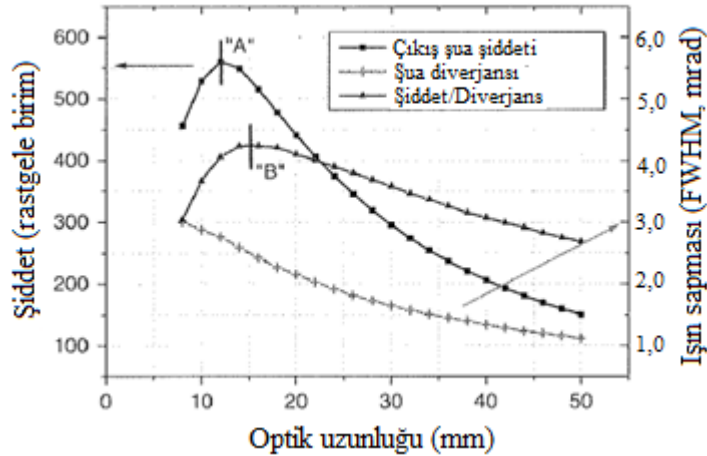
Bu optikler için, şiddet kazancı, çıkan şuanın boyutu ve çıkan ışının sapma açısı (divergent angle)dir. Şiddet kazancı, optik varken elde edilen X-ışını şiddeti ile optik yokken elde edilen x-ışını şiddeti oranıdır. Yönlendirici optik için önemli olan şiddet, birim zaman başına foton sayısıdır.

Şiddet kazancı:

$$G = \frac{\Omega_0 \cdot T}{\theta_d^2} = \frac{\Omega_0 \cdot T}{(2 \cdot \theta_C)^2} \quad (2.10)$$

Bağıntısından elde edilir. Burada Ω_0 optiğin kullandığı (işlediği) katı açısı, T optiğin iletim verimliliği, Q_d optik çıkışındaki diverjans açısıdır.

Küçük gelme açılı X-ışınlarının optik tarafından soğurulması ihtimali daha küçüktür. Bu yüzden küçük gelme açılı X-ışınlarının optikte iletimi fazladır. Optik boyunun uzaması geniş gelme açısı aralığına sahip X-ışınları için dezavantaj oluşturur.



Şekil 2.15. Bir collimating optik için optik uzunluğu, şiddet ve ışın sapması grafikleri

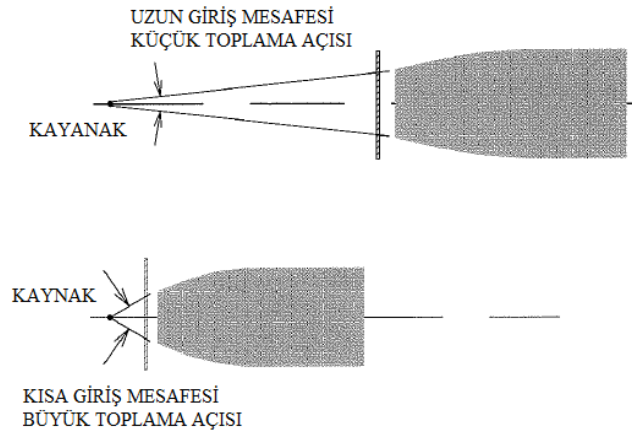
Şekil 2.15 bir collimating optik için uzunluk ile ışın şiddeti ve sapma grafiğini göstermektedir. Maksimum şiddet A noktasında elde edilse bile, bazı XRD analizleri için önemli bir parametre olan şiddet-diverjans oranı B noktasında daha büyüktür. Her bir capillary tüpe giren X-ışınlarının en büyük gelme açısı kritik açıdan küçük olacak şekilde bir optik tasarlanarak küçük şua sapması sağlanabilir.

Her bir kanal için maksimum gelme açısı,

$$\theta_{max} \approx \frac{D_s}{2IFD} \quad (2.11)$$

bağıntısı ile belirlenir. Burada D_s kaynak çapı, IFD (input focal distance) giriş odak mesafesidir (giriş mesafesidir). IFD artırılarak maksimum gelme açısı azaltılabilir. Ayrıca kaynak çapı küçüldükçe, maksimum gelme açısı da küçülür.

Optiğin giriş odak mesafesi küçüldükçe, kaynaktan daha büyük katı açılarda ışın optiğe girer (Şekil 2.16).



Şekil 2.16. Collimating optik için odak mesafesi ve toplama açısı

2.4. X-ışını Görüntüleme (X-ray imaging)

Yaygın olarak tıbbi uygulamalarda kullanılan X-ışını görüntüleme, X-ışını kaynağından çıkan X-ışınlarının hastaya ve hastadan da detektöre veya filme geçecek şekilde uygulanan bir tekniktir. Tekniğin temeli x-ışınlarının soğurulmasına dayanır. X-ışınları farklı dokularda farklı soğurmalar geçireceğinden, dokuların görüntüleri arasında kontrast farkı olacaktır. Örneğin, kemikte X-ışını fazla soğurulurken, yumuşak dokularda daha az soğurulur.

Bu teknikte, X-ışını kaynağı olarak X-ışını tüpü kullanılır. X-ışınları, hızlandırılmış elektronların metal hedef yüzeyine (anoda) çarpmaları sonucu oluşur. X-ışını tüpü, elektron kaynağı olarak rol alan negatif yüklü katot ile hedef olarak metal pozitif yüklü anot olan iki elektroda sahiptir. Genellikle katot ile anot arasında 15 ile 150 kV arasında bir potansiyel fark mevcuttur. Bir elektrik kaynağı ile üretilen elektrik akımı katottan geçerken katodu ısıtır. Yaklaşık 2200°C'ye kadar ısınan katotta termiyonik emisyon olayı ile elektron kopar. Bu serbest elektronlar pozitif voltaj uygulanan anoda doğru hızlandırılırlar. Hızlandırılmış elektronların anoda çarpmasıyla X-ışınları üretilir. Anot, yüksek erime noktasına sahip, iyi termal iletkenliği olan büyük atom numaralı metallere yapılır. Hedefteki metalin atom numarası büyüdükçe X-ışını üretim verimi artar. Çoklukla anot metali tungstenden yapılır (Atom numarası 74, erime noktası 3370°C). Her ne kadar tungsten uygun olsa da, anot tarafından soğurulan enerjinin çoğu ısıya dönüşmekte ve sadece enerjinin %1'lik kısmı X-ışınlarına dönüşmektedir. Saf tungsteni anot malzemesi kullanmak zamanla metalde çatlakların oluşmasına sebep olur. Bu problemi gidermek için %2 ile %10 arasında rhenium ilave edilerek, tungsten-rhenium alaşımı kullanılır.

X-ışını kaynağının tüp akımı (mA) katottan anoda doğru giden birim saniyedeki elektron sayısı ile tanımlanabilir. Genel olarak tüp akımı 50 ile 400 mA'dir. X-ışını şiddeti, birim alan başına düşen ışın gücü olarak tanımlanır. Birimi $\frac{Joule}{m^2}$ dir. Işının gücü iki faktöre (X-ışınlarının toplam sayısına ve bu X-ışınlarının enerjisine) bağlıdır. X-ışınının enerjisi hızlandırma voltajının karesi ile orantılıdır:

$$I \propto (kV_p)^2(\text{mA}) \quad (2.12)$$

Tanısal radyolojide , X-ışınlarının doku ile etkileşimleri 3 temel olay ile açıklanabilir. Bunlar koherent saçılma, compton saçılması ve fotoelektrik olaydır.

2.4.1. Koherent Saçılma

Rayleigh saçılması olarak da bilinen koherent saçılma, X-ışınlarının dokuda iyonlaşma yapmadığı saçılma türüdür. Gelen X-ışınlarının enerjisi doku atomlarının elektronlarına, elektronların basit harmonik hareket yapacağı şekilde aktarılır. Atomlar kazandıkları bu enerjilerini, gelen X-ışınları ile aynı dalga boylu ve rastgele yönlü olacak şekilde X-ışınları yayarak kaybederler. Bu yüzden koherent saçılmada dedektöre veya filme ulaşan X-ışını fotonu sayısı azalır ve kaynak ile detektör (film) arasında farklı doğrultuda X-ışınları oluşur. Koherent saçılmanın gerçekleşme olasılığı

$$P_{coherent} \propto \frac{Z_{eff}^8}{E^2} \quad (2.13)$$

ile verilmektedir. Burada E gelen X-ışınlarının enerjisi, Z_{eff} ise dokunun etkin atom numarasıdır. Örneğin kalsiyumun etkin atom numarası 7,4, kemiğinki ise 20'dir.

2.4.2. Compton Saçılması

Compton saçılması, serbest elektron veya atomların en dış tabakasındaki zayıf bağlı elektronlar ile gelen X-ışını fotonu arasındaki etkileşimdir. Gelen X-ışını enerjisinin bir kısmını elektrona vererek geri kalan enerjisi ile farklı doğrultuda yol alır.

Compton saçılması, dokunun elektron yoğunluğu⁴ ile orantılıdır. Gelen x-ışının enerjisine de zayıf şekilde bağlıdır. Dokularda meydana gelen Compton saçılması neticesinde saçılan X-ışınları ile oluşturulan görüntüler arasında, farklı dokularda farklı ortalama atom numarası, farklı madde yoğunluğu ve farklı elektron yoğunluğu olmasından dolayı, kontrast farkı oluşur.

2.4.3. Fotoelektrik Olay

Madde üzerine düşen bir foton enerjisinin tamamını maddenin atomuna bağlı elektrona vererek elektronun bağını koparıp serbest hale gelmesine sebep olabilir. Bu olaya fotoelektrik olay, serbest hale geçen elektrona da fotoelektron adı verilir.

Karakteristik X-ışınları düşük enerjiye sahip olduklarından, nispeten kısa mesafelerde soğurulurlar. Örneğin tıbbi uygulamalarda kemikte kalsiyum atomunun 4 keV lik karakteristik radyasyonu dokuda sadece 0,1 mm yol alabilir. Dokuda meydana gelen fotoelektrik olay neticesinde X-ışının tamamı soğurulduğundan, X-ışınları dedektöre ulaşamazlar. Fotoelektrik olay neticesinde dokulardan elde edilen görüntüler arasında çok iyi kontrast farkı olur.

2.4.4. Dokularda X-ışınlarının Liner ve Kütle Soğurulması

Lineer soğurma, birim yüzede birim kalınlık başına düşen soğurulma olarak tanımlanır. Kütle soğurulma, birim alanda birim kütle başına düşen soğurmadır.

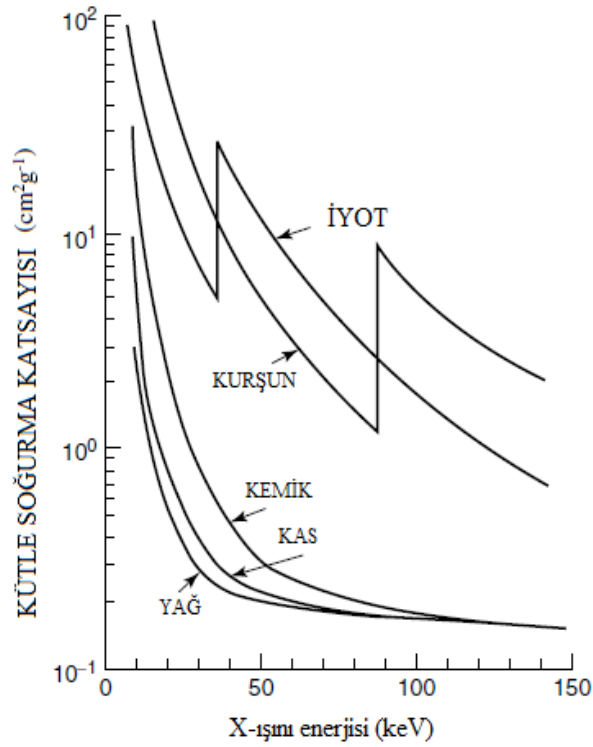
Büyük μ değerlerinde dokular tarafından daha fazla X-ışını soğurulur ve az sayıda X-ışınları dedektöre ulaşır. μ değeri X-ışınları ile numunu (doku) arasındaki her bir etkileşimin ayrı ayrı katkılarının toplamı olarak gösterilebilir:

$$\mu = \mu_{fotoelektrik} + \mu_{compton} + \mu_{coherent} \quad (2.14)$$

⁴ Örneğin, kas için gram başına 3.36×10^{23} elektron, kemik için gram başına 5.55×10^{23} elektron, yağ için 3.16×10^{23} elektron bulunmaktadır.

Fotoelektrik olayından gelen katkı düşük enerjilerde baskın iken, compton saçılması daha yüksek enerjilerde baskındır.

X-ışını soğurulması, liner soğurma katsayısının numune yoğunluğuna bölünmesi ile elde edilen kütle azaltma katsayısı ile de belirtilir.



Şekil 2.17. Gelen X-ışını enerjisine bağlı olarak kurşun, iyot ve bazı dokulardaki soğurma katsayıları.

Şekil 2.17'dan açıkça görüleceği üzere, kütle-soğurma katsayısı artan X-ışını enerjisiyle hızla azalmaktadır. Öyle ki küçük enerjilerde oluşan kontrast farkı yüksek enerjilerde kaybolmaktadır.

2.4.5. Görüntü Oluşturma

Temel olarak, vücuttaki incelen bölgeyi geçen X-ışınları, üzeri gümüş bromür (AgBr) emülsiyonu ile kaplı röntge filmi üzerine düşer. X-ışınları ile AgBr molekülleri arasında

meydana gelen fotokimyasal olay ile AgBr moleküllerinin bağları kopar ve tek kalan gümüş (Ag) plastik film üzerine yapışarak kalır. Geri kalan Br film banyo işlemi sırasında film üzerinden alınır. Plastik film yaprağı üzerinde sadece gümüşün olduğu yerler siyah, AgBr'ün olduğu bölgeler beyaz olur. Yani X-ışınlarının düşmediği bölgeler beyaz, düştüğü bölgeler siyah olur. Böylece görüntü elde edilmiş olur. Ayrıca görüntüyü dijital olarak oluşturmak mümkündür. X-ışını kaynağı ile detektör (veya detektörler) hasta etrafında 360 °'lik bir dönüş yapacak şekilde yerleştirilir. Bu yerleşimdeki amaç farklı açılarda X-ışınlarını yakalamak ve farklı açılarda görüntü oluşturmaktır. X-ışını kaynağından çıkan x-ışınları hastayı geçip belirli etkileşimler geçirdikten sonra detektöre (veya detektörlere) ulaşırlar. Daha sonra bilgisayarda 2 boyutlu görüntüler elde edilir ve bu iki boyutlu görüntüler bir araya getirilerek de 3 boyutlu görüntü elde edilir.

2.5. X-Işını Haritalama (X-ray mapping)

Karakteristik X-ışınlarının kullanıldığı ve incelenen numune için elementsel dağılım haritasının oluşturulduğu bir yöntemdir. Bu haritalamalar tek element için yapılabildiği gibi çoklu element analizlerinde de yapılabilmektedir. Ayrıca, haritalar iki boyutta (2D) ve üç boyutta (3D) yapılabilmektedir.

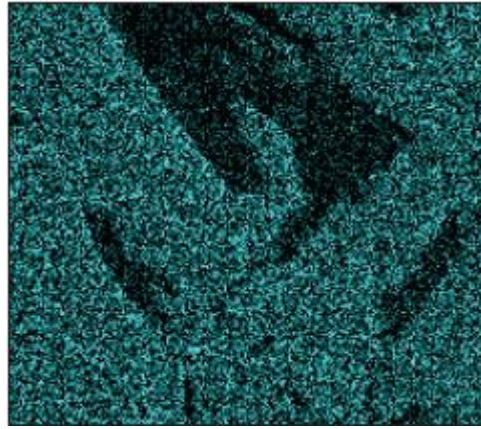
2.5.1. X-Işını Haritalamanın Oluşturulması

X-ışını haritalama için, öncelikle incelenecek olan numune üzerinde önce bölge sonra bu bölge içinde noktalar tespit edilir. Bu tespit edilen noktaların her biri uyarılarak karakteristik X-ışınları elde edilir. X-ışını haritalama için uygun bir bilgisayar yazılımı ile elde edilen bu karakteristik X-ışınları ile ya konsantrasyon dağılımı ya da şiddet dağılımı haritaları oluşturulur. Bilgisayardaki yazılımda her bir numunede belirlenen her bir elemente birer renk atanarak veya belirli bir element için konsantrasyon dağılımı ve şiddet dağılımları için bir renk tonlandırılarak haritalar oluşturulur.

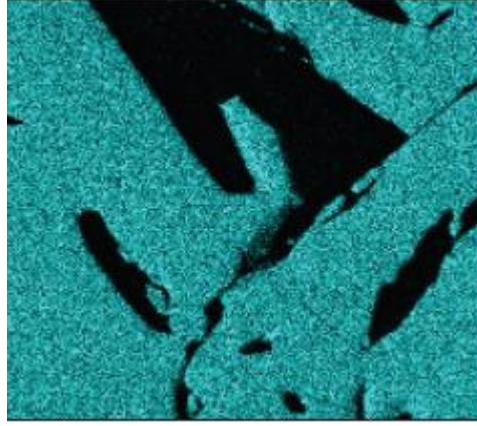
2.5.2. X-Işını Haritalamanın Yapıldığı Sistemler

X-ışını haritalamada karakteristik X-ışınları kullanıldığı için, karakteristik X-ışınlarını elde edeceğimiz, taramalı elektron mikroskobu (SEM), Parçacık uyarımlı X-ışını spektrometresi (PIXE), Sinkrotron uyarımlı X-ışını floresans spektrometre (SSXRF), Enerji ayırımı X-ışını floresans spektrometresi (ED-XRFS), Dalgaboyu ayırımı X-ışını floresans spektrometresi (WD-XRFS) gibi sistemlerde kullanılmaktadır. Ancak yüksek bölgesel çözünürlük ve numune üzerine X-ışını odaklamak için uygun bir X-ışını optiği, numune üzerinde özel bir bölgeyi görmek ve kontrol etmek için CCD kamera, X-ışının numuneyi taramasını sağlamak için, numunenin yerleştirildiği hareketli bir zemin (XYZ stage) bu sistemlere dahil edilerek haritalar oluşturabiliriz.

Sistemlerin performanslarına bağlı olarak oluşturulan haritaların kalitesi değişmektedir.



Şekil 2.18. EDS de yapılan bor için X-ışını haritası



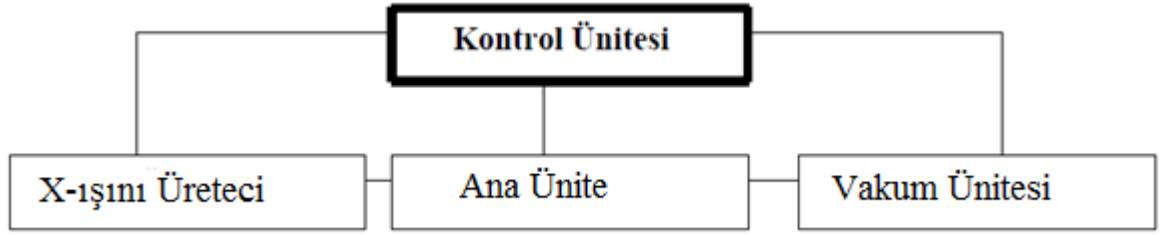
Şekil 2.19. WDS de yapılan bor için X-ışını haritası

*(Technical Note: 51026 Quantitative X-ray Mapping: WDS Performance, EDS Convenience)

Örneğin, Şekil 2.18 ve Şekil 2.19 de EDS ve WDS ile oluşturulan haritaların aralarındaki kalite farkı gözükmemektedir. EDS, WDS' den daha fazla gürültüye sahip olduğu için daha kötü bir görüntü elde edilmiştir.

3. MATERYAL ve YÖNTEM

Bu çalışmada kullanılan ZSX 1000e WDXRF cihazı dört kısımdan oluşmaktadır. Bunlar kontrol ünitesi, X-ışını üretici, ana ünite, vakum ünitesidir.



Şekil 3.1. WDXRF sisteminin ana şeması (Akbaba 2009)

Ana ünite, numune değiştirici, numune odası ve analiz odasından oluşur. Numune değiştirme kısmında, 12 tane numuneyi peş peşe analiz edecek şekilde numune tutucular bulunmaktadır. Kontrol ünitesi ile bu numune tutuculardan herhangi birini çağırma imkanı verir.

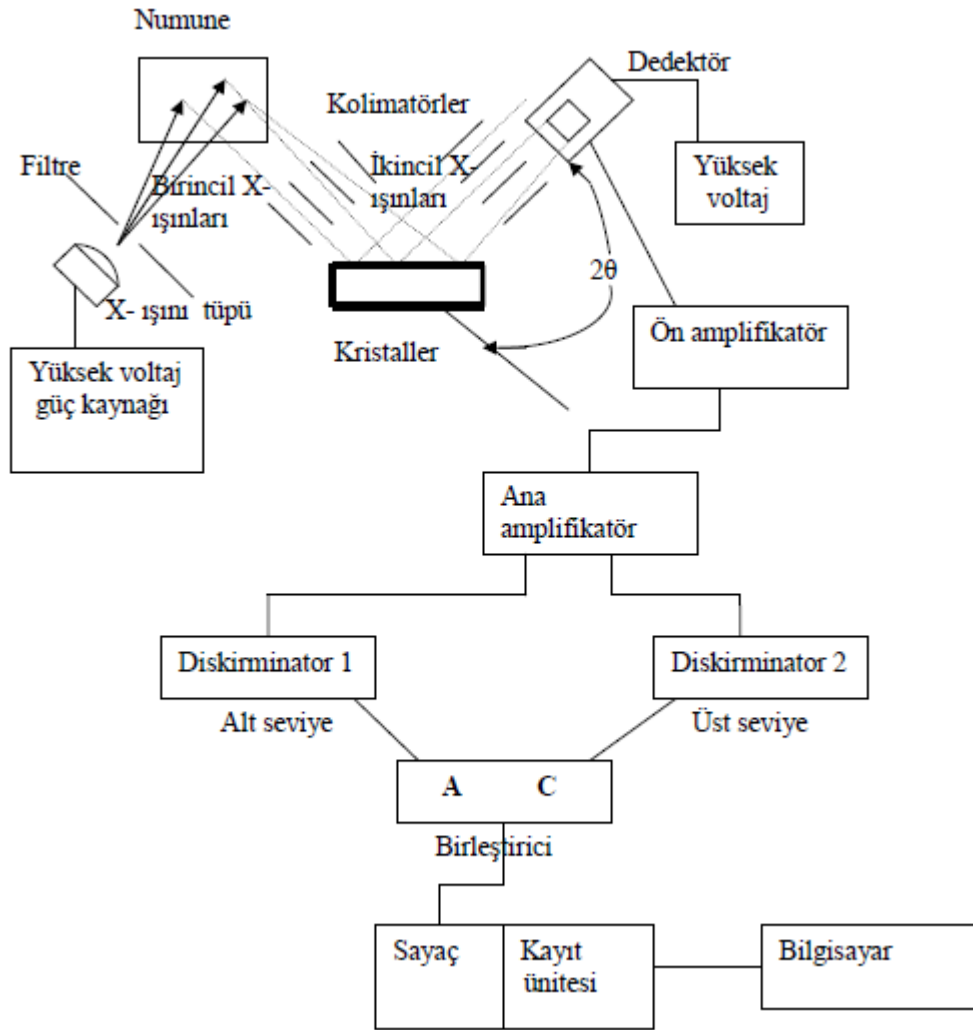
Numune odası, numune hazırlama odası ve analiz odası olmak üzere iki kısımdan oluşur. Hazırlama odasında analiz için vakumlama yapılır. Numune gerekli vakumlama sağlandıktan sonra analiz odasına gönderilir. Analiz odası da vakumludur. Analiz odasında numune, yapılacak analize uygun X-ışını ölçüm konumuna getirilir.

Ana üniteden ayrı spektroskopik oda olarak adlandırılan, floresans X-ışınlarının sayıldığı ve analiz edildiği kısım vardır. Spektroskopik odada optik sistem vardır. Bu optik sistem birincil filtre, diyafram, yarık(slit), azaltıcı (attenuator), kristal ve sayaçdan oluşmaktadır. Primer (brincil) X-ışını filtresi tüpten gelen sürekli ve karakteristik X-ışınlarının süzülmesini sağlar ve temel saymayı azaltır. X-ışını tüpü ile numune arasındadır. Yapılan analize göre Zr, Cu, Ti, Al filtreler tercih edilir. Örneğin Zr filtresi Rh hedef kullanıldığında Rh'un K çizgilerini soğurur. Al filtre kullanıldığında, Rh'un L çizgileri soğurur. Diyafram, sayımda sadece numuneden gelen X-ışınlarının olmasını

sağlar. Numune tutucu ve diğer aksamardan gelen X-ışınlarının dedekte edilmesini engeller. Kolimatör, numuneden gelen ikincil X-ışınlarını paralel ışın demetleri haline getirir. Azaltıcı (attenuator), sayaçta sayılan X-ışınlarını azaltır. Uyarma şartlarını değiştirmezler. Yüksek sayımlı dedeksiyon olduğunda elde edilen çizgiler, gerçek X-ışını çizgileri ile orantılı olmazlar. Bu da sayımda kayıplara sebep olur. Sistemde kullanılan kristaller analizleyici kristallerdir. Kristal ve sayma sistemi, Bragg formülü esasına göre çalışır. Kristalin ağır elementten yapılan tabakası yansıtıcı gibi davranırken, hafif elementten yapılan tabaka ise spacer (aralayıcı) gibi davranır. Böyle kristallere suni çok tabakalı kristal denir. Bu kristaller tek kristalle Bragg kırınımının sağlanamadığı durumlarda analiz bileşeni olarak kullanılır ve uzun dalgaboyu aralığında analiz sağlar.

Sayaç; üzerine gelen fotonun enerjisini elektriksel pulsa dönüştüren sistemdir. Bu çalışmada kullanılan WDXRF sisteminde kullanılan sayaçlar gaz akışlı orantılı sayaç (PC) ve sintilasyon sayacıdır (SC). PC sayaç 0.154 nm'den daha uzun dalga boylu, SC sayacı 0.336 nm'den daha kısa dalga boylu fotonların sayımında kullanılmaktadır.

Kontrol ünitesi; sayma sistemi ve veri işleme sistemlerinden oluşur. Bu ünite spektrometreyi ve X-ışını üreticisini kontrol eder. Analiz için tüm kontrol fonksiyonlarına sahiptir.



Şekil 3.2. WDXRF sisteminin şematik gösterimi (Demir 2004)

3.1. X-Işını Haritalama İçin Kullanılan Numuneler

X-ışını haritalarının çıkarıldığı numuneler 13 mm çapında, 0,025 mm kalınlığında $\text{Cu}_{(63)}\text{Zn}_{(37)}$ ve $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ levha alaşımlardır. Bu alaşımlar ticari olarak temin edilmişlerdir.

3.2. X-Işını Haritalama İçin Ölçüm Yöntemi

3.2.1. Cu₍₆₃₎Zn₍₃₇₎ Alaşımı İçin Ölçüm Yöntemi

Cu₍₆₃₎Zn₍₃₇₎ numunesi üzerinde r- θ koordinat eksenine göre 1441 nokta belirlenmiştir. Noktalar, haritası oluşturulacak alanın 8,0 mm çapa sahip dairesel bir alan olacak şekilde, yarıçapın 0'dan 0,2 mm'lik adımlarla 4 mm'ye kadar ve açının (θ) 0°'den 355°'ye kadar 5°'lik adımlarla tespit edilmiştir. Böylece belirlenen her bir nokta için Cu ve Zn için karakteristik X-ışınları elde edilmiştir. Cu₍₆₃₎Zn₍₃₇₎ numunesinin analizi için ölçüm süresi yaklaşık olarak 7 gündür.

3.2.2. Cu₍₈₆₎Mn₍₁₂₎Ni₍₂₎ Alaşımı İçin Ölçüm Yöntemi

Numune üzerinde r- θ koordinat eksenine göre 1441 nokta belirlenmiştir. Noktalar, haritası oluşturulacak alanın 8,0 mm çapa sahip dairesel bir alan olacak şekilde, yarıçapın 0'dan 0,2 mm'lik adımlarla 4,0 mm'ye kadar ve açının (θ) 0°'den 355°'ye kadar 5°'lik adımlarla tespit edilmiştir. Böylece tespit edilen her bir noktada Cu, Mn ve Ni'nin karakteristik X-ışını spektrumları elde edilmiştir. Cu₍₈₆₎Mn₍₁₂₎Ni₍₂₎ numunesinin analiz için ölçüm süresi yaklaşık olarak 7 gündür.

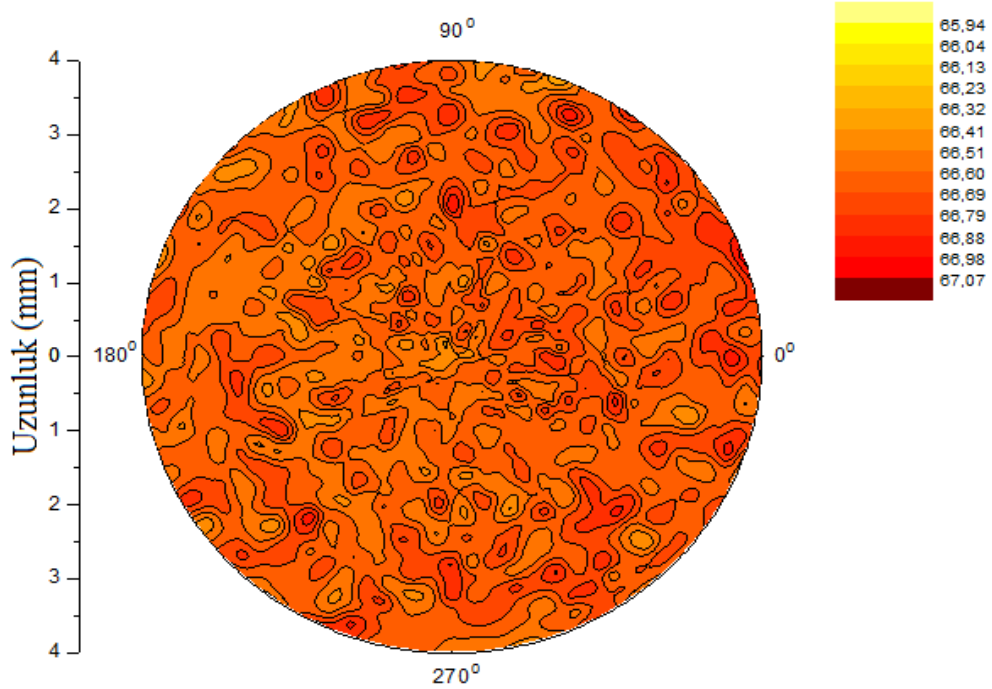
4. ARAŞTIRMA BULGULARI

$\text{Cu}_{(63)}\text{Zn}_{(37)}$ ve $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ alaşımlarının konsantrasyon dağılım haritaları, ORİĞİN 8.0 programında koyu kırmızıdan açık sarıya kadar 14 farklı renk ve tonda, konsantrasyonun koyu kırmızıdan açık sarıya kadar azalacağı şekilde çizilmiştir. Koyu kırmızı olan bölgeler alaşımlarda bulunan elementler için en büyük konsantrasyonu açık sarı ise en küçük konsantrasyonu gösterir.

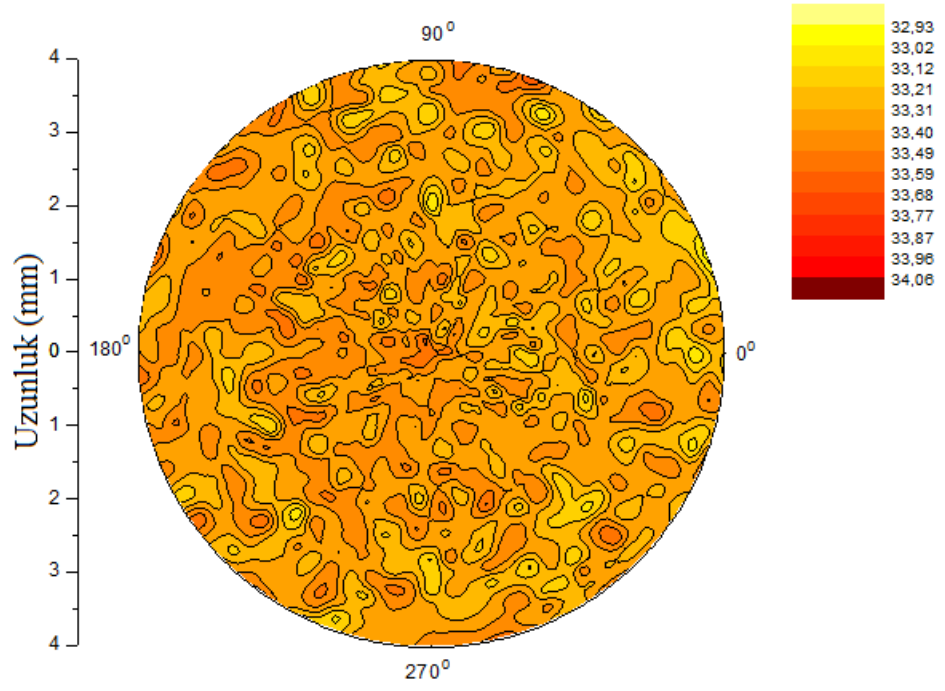
Ayrıca bu alaşımların şiddet dağılımı haritaları 14 farklı renk ve tonda, ORİĞİN 8.0 programında koyu maviden açık sarıya kadar çizilmiştir. Koyu mavi olan bölgeler alaşımlarda bulunan elementler için en büyük $K\alpha$ şiddetlerini, açık sarı ise en küçük $K\alpha$ şiddetleri göstermektedir.

4.1. $\text{Cu}_{(63)}\text{Zn}_{(37)}$ Alaşımı Numunesi İçin Elde Edilen X-Işını Haritaları

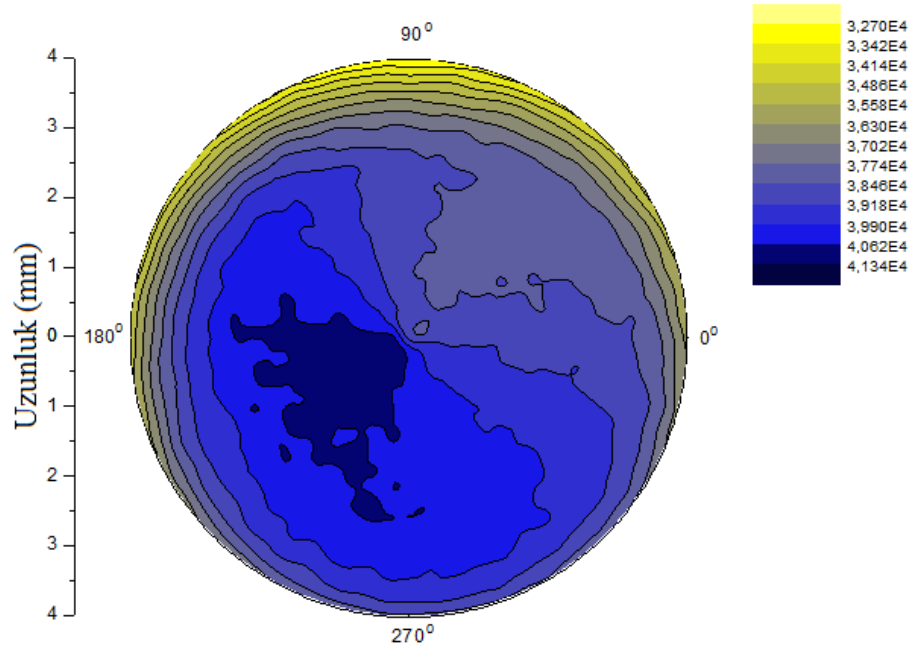
$\text{Cu}_{(63)}\text{Zn}_{(37)}$ alaşımı üzerinde Cu ve Zn için konsantrasyon dağılım haritaları ve şiddet dağılım haritaları Bölüm 3.2.1’de anlatılan yöntemle oluşturulmuştur.



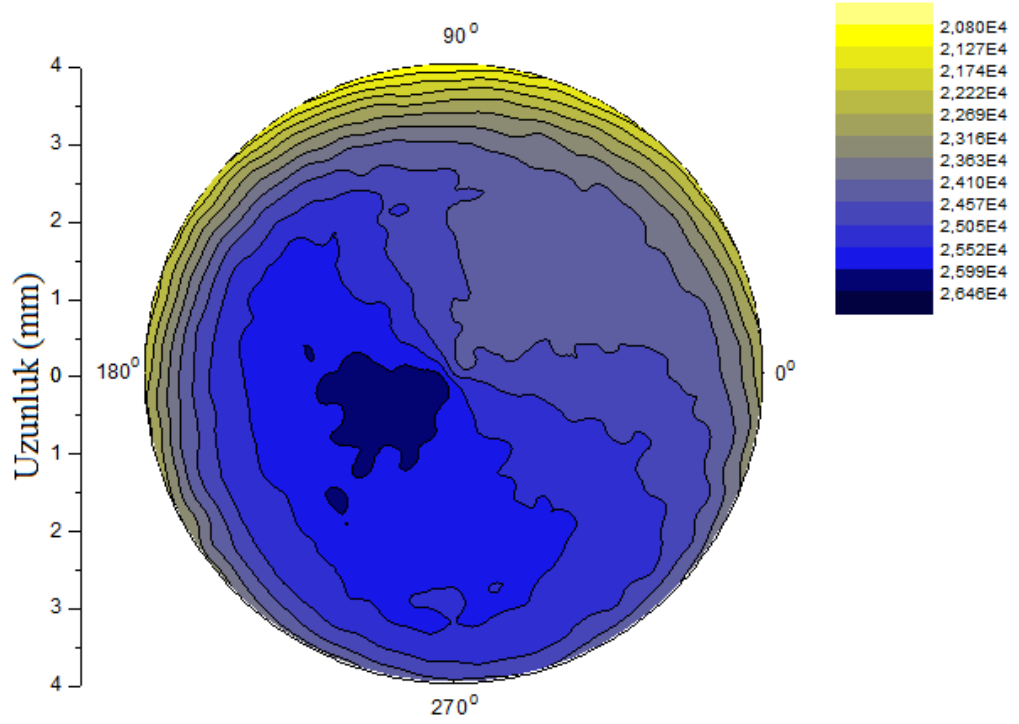
Şekil 4.1. $\text{Cu}_{(63)}\text{Zn}_{(37)}$ alaşımında Cu için konsantrasyon dağılım haritası



Şekil 4.2. Cu₍₆₃₎Zn₍₃₇₎ alaşımında Zn için konsantrasyon dağılım haritası



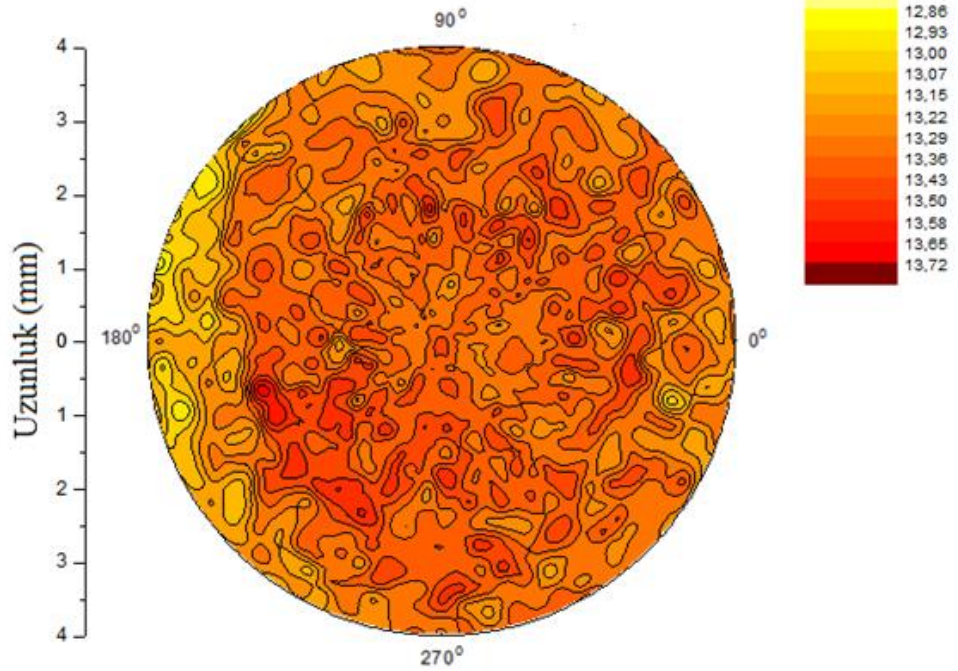
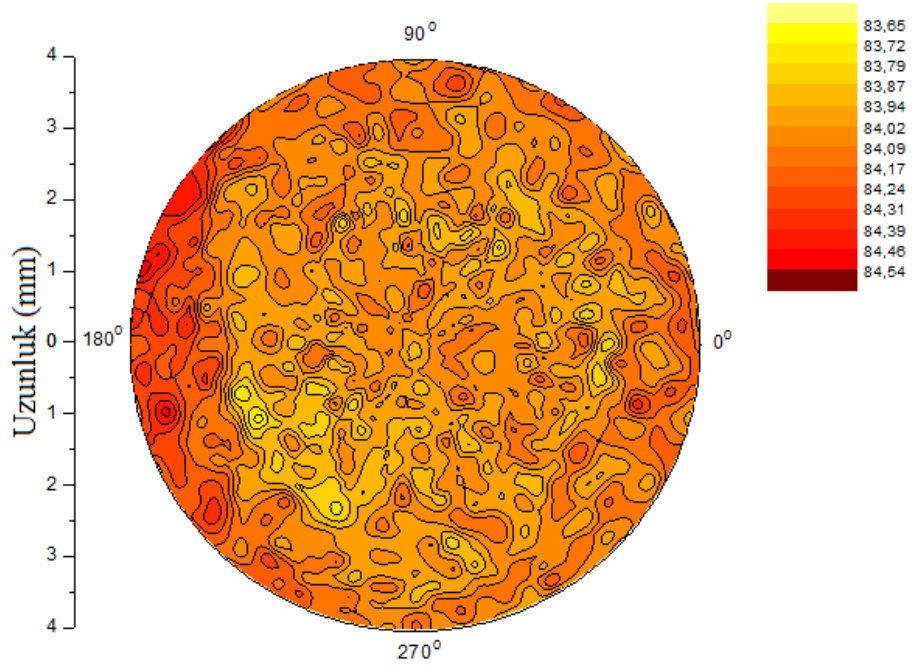
Şekil 4.3. Cu₍₆₃₎Zn₍₃₇₎ alaşımında Cu-Kα şiddet dağılım haritası

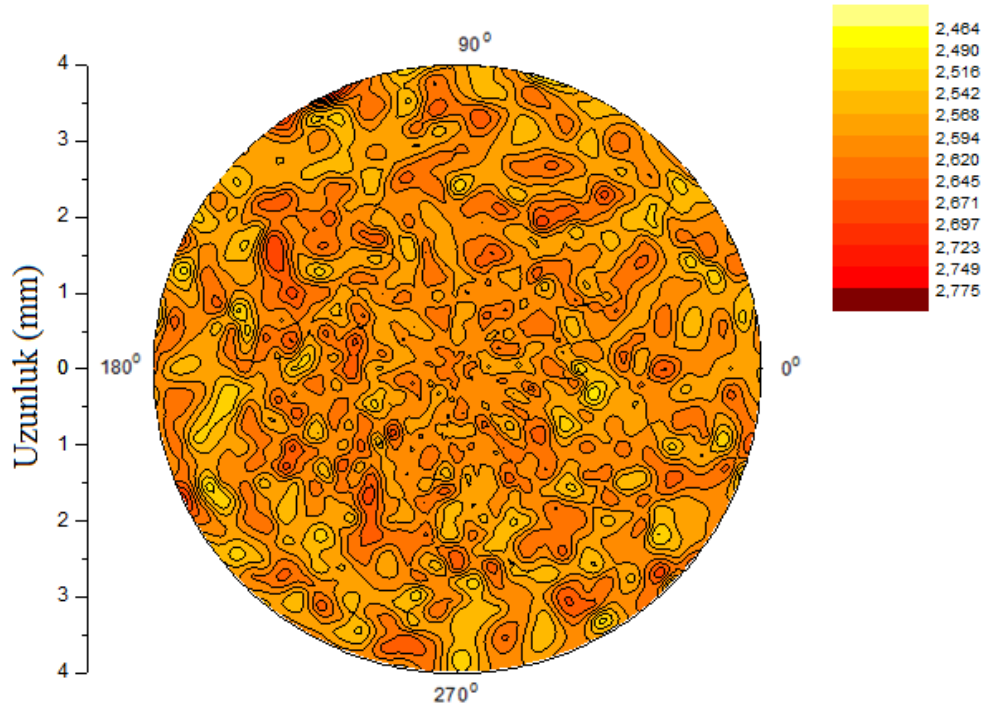


Şekil 4.4. $\text{Cu}_{(63)}\text{Zn}_{(37)}$ alaşımında Zn-K α şiddet dağılım haritası

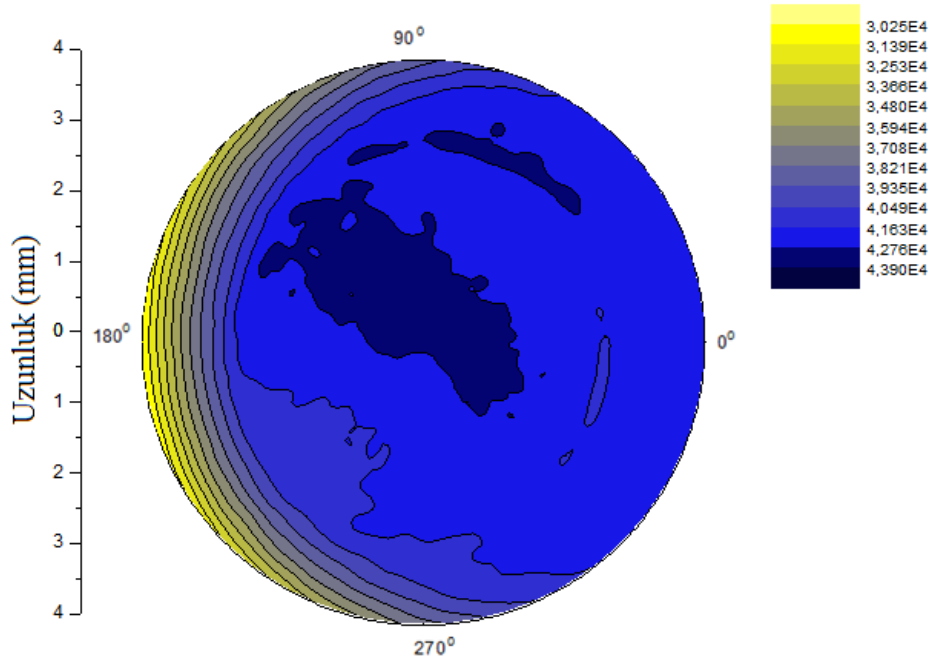
4.2. $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ Alaşımı İçin Elde Edilen X-Işını Haritaları

$\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ alaşımı üzerinde Cu, Mn ve Ni için konsantrasyon dağılım haritaları ve şiddet dağılım haritaları Bölüm 3.2.2'de anlatılan yöntemle oluşturulmuştur ve aşağıda gösterilmektedir.

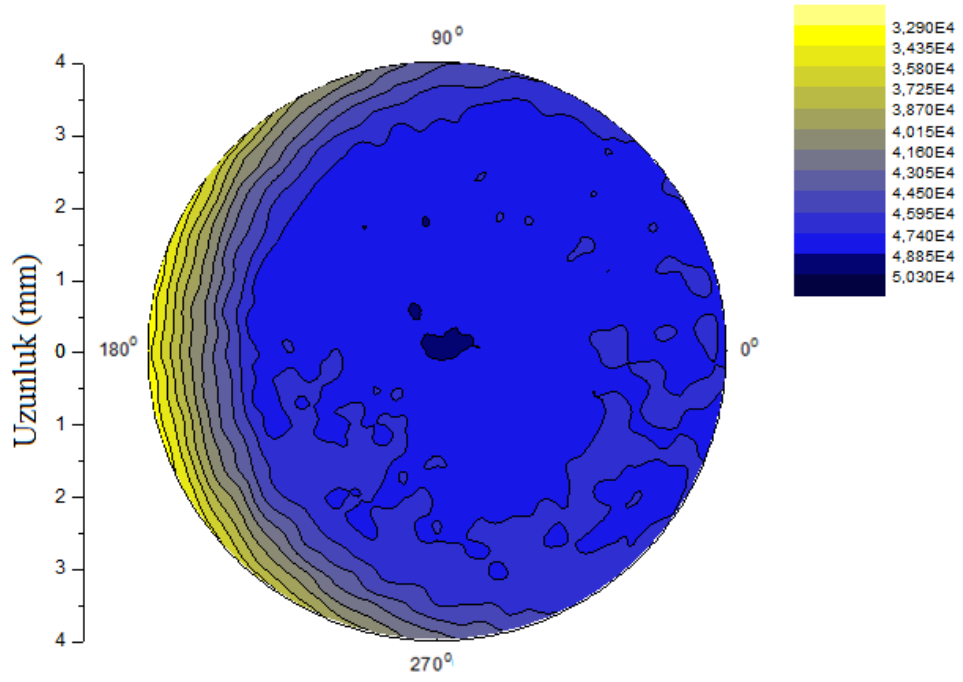




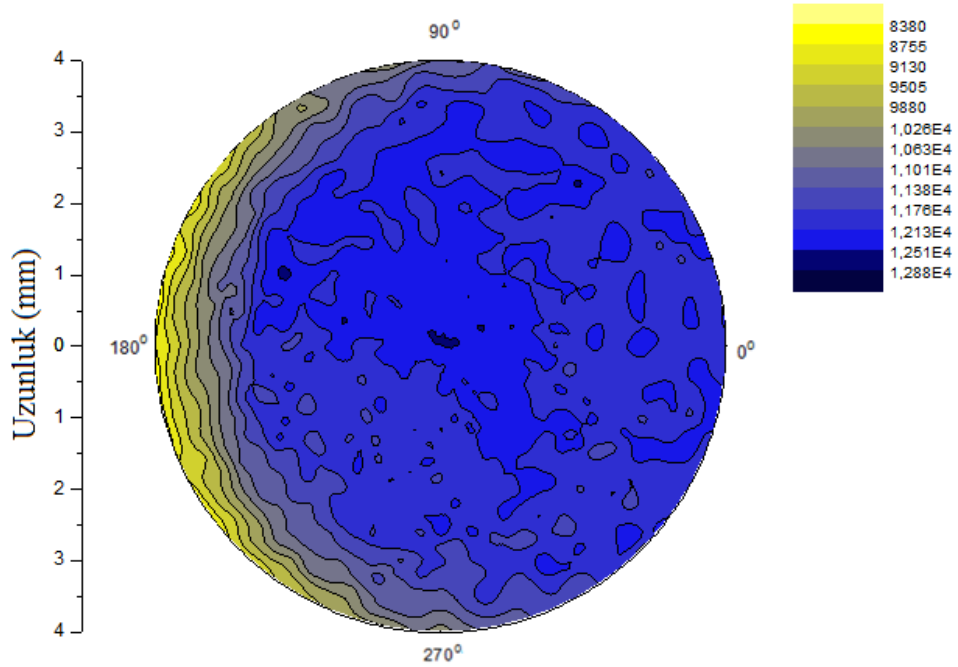
Şekil 4.7. $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ alaşımında Ni için konsantrasyon dağılım haritası



Şekil 4.8. $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ alaşımında Cu-K α için şiddet dağılım haritası



Şekil 4.9. $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ alaşımında Mn-K α için şiddet dağılım haritası



Şekil 4.10. $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ alaşımında Ni-K α için şiddet dağılım haritası

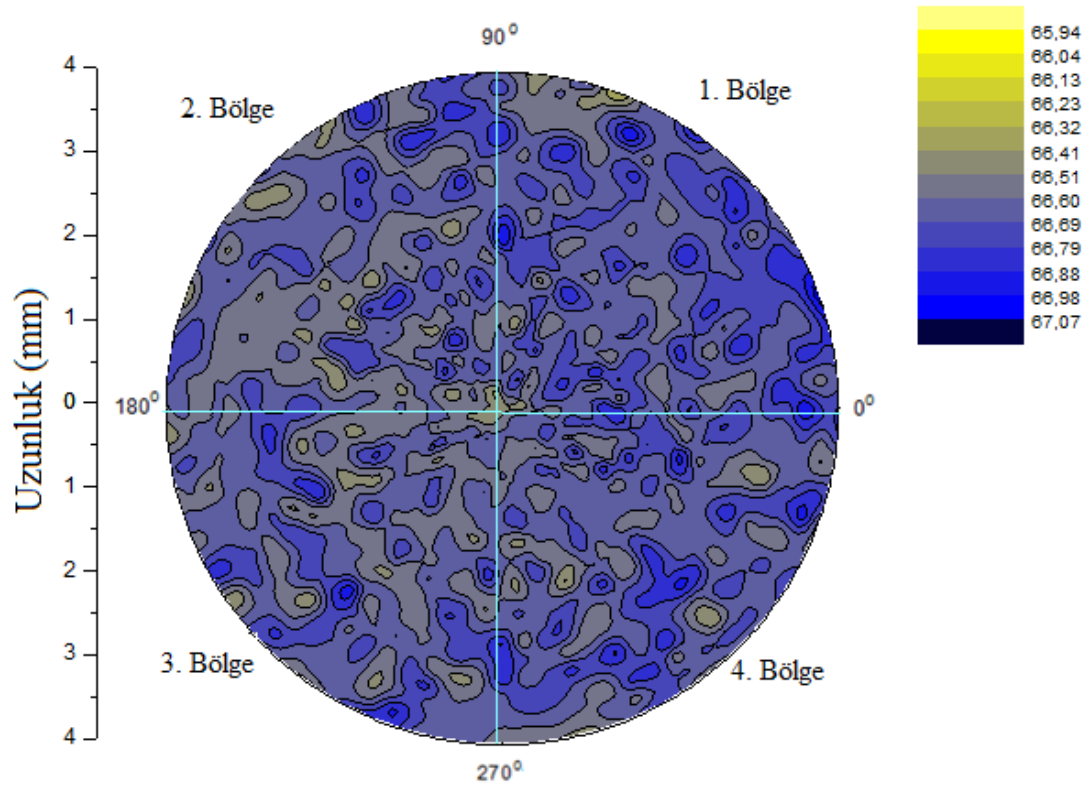
5. TARTIŞMA ve SONUÇ

Homojen alaşımlarda, alaşımı oluşturan elementler alaşım içinde belirli bir bölgede toplanmayıp malzemenin her bölgesinde eşit dağılım gösterirler. Ancak bütün alaşımlarda, alaşım yapmadaki işlemlere bağlı olarak homojenlikten sapma beklenen genel bir sonuçtur.

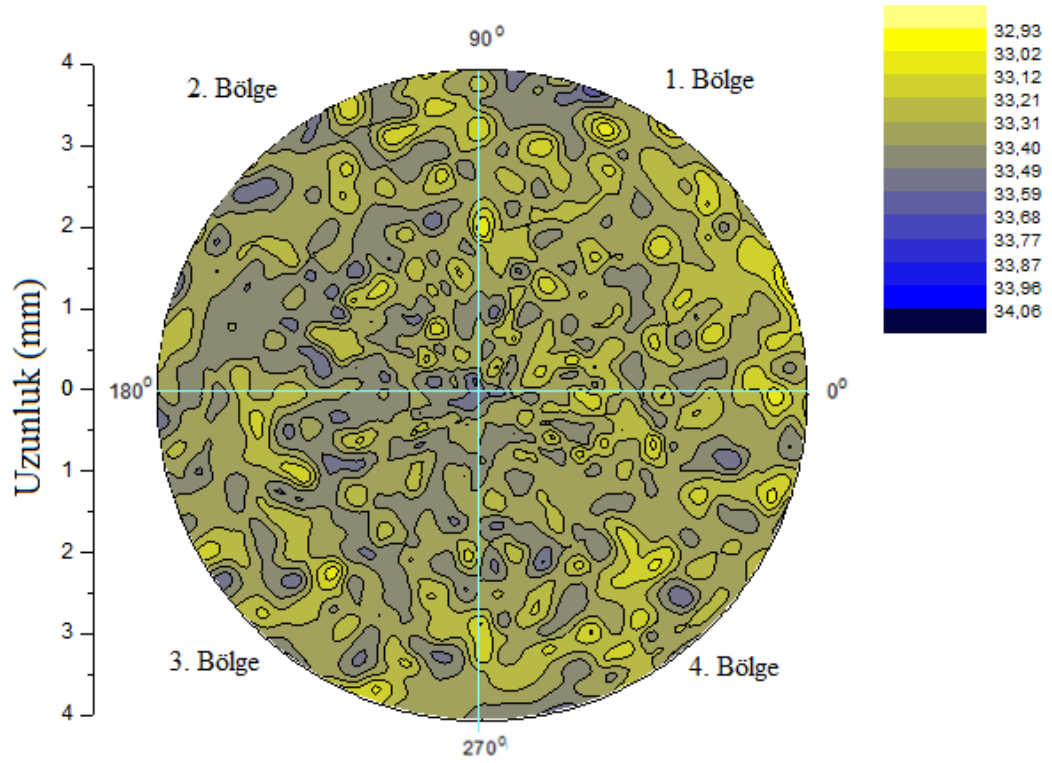
Ticari olarak elde edilen alaşımların homojenliğinin yüksek olması beklenilir. Alaşımların homojenliği, alaşımların elektriksel iletkenliğini, ısı iletkenliğini, optiksel özelliklerini, dayanıklılığını, işlenebilirliğini etkiler. Alaşım numunesi üzerinden alınan tek bir karakteristik X-ışını spektrumu ile alaşım içindeki elementlerin miktarını belirleyebiliriz ancak nasıl dağıldıkları hakkında bilgi edinemeyiz. Elementlerin dağılımını, alaşım üzerinde belirlenen her bir nokta için alınan spektrumların değerlendirilmesi ile oluşturulan X-ışını haritası ile belirleyebiliriz. Bu tez çalışmasında hazır olarak alınmış levha alaşımların X-ışını haritalama metodu ile homojenliği değerlendirildi.

5.1. $\text{Cu}_{(63)}\text{Zn}_{(37)}$ Alaşımında Cu ve Zn İçin Konsantrasyon Dağılım Haritalarının İncelenmesi

$\text{Cu}_{(63)}\text{Zn}_{(37)}$ alaşımında Cu ve Zn için konsantrasyon dağılım haritaları üzerinde ‘1. Bölge’, ‘2. Bölge’, ‘3. Bölge’ ve ‘4. Bölge’ olmak üzere eşit alanlı dört bölge tespit edildi. 1. Bölge 0° ile 90° arasında kalan bölgeyi, 2. Bölge 90° ile 180° arasında kalan bölgeyi, 3. Bölge 180° ile 270° arasında kalan bölgeyi, 4. Bölge 270° ile 360° arasında kalan bölgeyi kapsamaktadır. Aşağıda bu şekilde oluşturulmuş Cu konsantrasyon dağılım haritası Şekil 5.1’de ve Zn için konsantrasyon dağılım haritası Şekil 5.2’de verilmiştir.



Şekil 5.1. Üzerinde birbirine eşit alanlı 4 bölge tespit edilmiş $\text{Cu}_{(63)}\text{Zn}_{(37)}$ alaşımındaki Cu konsantrasyon dağılım haritası



Şekil 5.2. Üzerinde birbirine eşit alanlı 4 bölge tespit edilmiş $\text{Cu}_{(63)}\text{Zn}_{(37)}$ alaşımındaki Zn konsantrasyon dağılım haritası

Bu bölgelerdeki Cu ve Zn konsantrasyonunun standart sapması, ortalama değerleri ve minimum değerleri bulunarak aşağıda Çizelge 5.1’de ve Çizelge 5.2’de verilmiştir.

Çizelge 5.1. $\text{Cu}_{(63)}\text{Zn}_{(37)}$ alaşımının konsantrasyon dağılım haritası üzerinde belirlenen bölgeler için belirlenen Cu konsantrasyonunun standart sapma, ortalama, maksimum ve minimum değerleri

BÖLGE	Cu için σ (Standart Sapma)	Cu_{ort}	Cu_{max}	Cu_{min}
1. Bölge (0°- 90°)	0,1260	66,6678	67,0676	66,1435
2. Bölge (90°- 180°)	0,1259	66,6221	66,9896	65,9471
3. Bölge (180°- 270°)	0,1167	66,6178	66,9740	66,0296
4. Bölge (270°- 360°)	0,1131	66,6526	66,9823	66,3526
TÜM YÜZEY	0,1223	66,6401	67,0676	65,9471

Çizelge 5.2. $\text{Cu}_{(63)}\text{Zn}_{(37)}$ alaşımının konsantrasyon dağılım haritası üzerinde belirlenen bölgeler için belirlenen Zn konsantrasyonunun standart sapma, ortalama, maksimum ve minimum değerleri

BÖLGE	Zn için σ (Standart Sapma)	Zn_{ort}	Zn_{max}	Zn_{min}
1. Bölge (0°- 90°)	0,1259	33,3322	33,8565	32,9324
2. Bölge (90°- 180°)	0,1258	33,3779	34,0529	33,0104
3. Bölge (180°- 270°)	0,1167	33,3822	33,9704	33,0260
4. Bölge (270°- 360°)	0,1131	33,3474	33,6474	33,0177
TÜM YÜZEY	0,1223	33,3599	34,0529	32,9324

$\text{Cu}_{(63)}\text{Zn}_{(37)}$ numunesinde Cu ve Zn konsantrasyonları için istatistiksel analizleri Tam Şansa Bağlı Deneme planına göre yapılmıştır. Varyans analizleri sonucu önemli bulunan bölgeler arasındaki fark Duncan çoklu karşılaştırma testi kullanılarak belirlenmiştir. Cu ve Zn için haritalar üzerinde belirlenen dört bölge için elde edilen istatistiksel verileri Çizelge 5.3’de ve Çizelge 5.4’de verilmiştir.

Çizelge 5.3. $\text{Cu}_{(63)}\text{Zn}_{(37)}$ numunesinde Cu konsantrasyon dağılım haritası üzerindeki dört bölge için istatistiksel veiler

Duncan

Bölge	Subset for alpha = .05	
	1	2
3. Bölge	66,6178	
2. Bölge	66,6221	
4. Bölge		66,6526
1. Bölge		66,6678

Yukarıda Çizelge 5.3’de verildiği gibi, Duncan çoklu karşılaştırma istatistiğinin değerlendirmelerine göre $\text{Cu}_{(63)}\text{Zn}_{(37)}$ numunesinde 3. Bölgeye ve 2. Bölgeye ait Cu ortalama konsantrasyon değerleri aynı sütunda olduğundan, 2. Bölge ile 3. Bölge istatistiksel açıdan fark olarak değerlendirilmeyecek Cu konsantrasyonlarına sahiptir. Aynı şekilde 1. Bölge ile 4. Bölge içinde Cu ortalama konsantrasyon değerleri aynı sütunda olduğundan 1. Bölge ile 4. Bölge istatistiksel açıdan fark olarak değerlendirilmeyecek Cu konsantrasyonlarına sahiptir. Ancak, 2. Bölge ve 3. Bölge Cu konsantrasyonları 1.

Bölge'den ve 4. Bölge'den istatistiksel açıdan önemli olacak derecede farklıdırlar. Bu yüzden bu alışımda Cu konsantrasyonu homojen olarak dağılmamıştır.

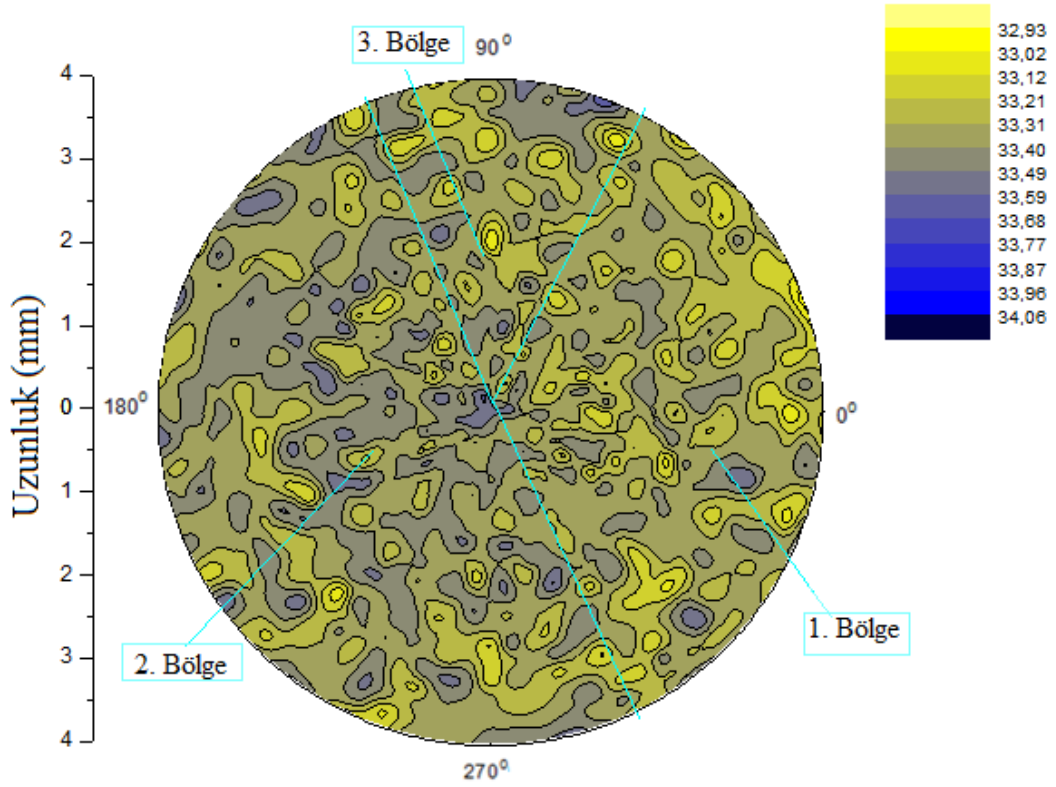
Çizelge 5.4. $Cu_{(63)}Zn_{(37)}$ numunesinde Zn konsantrasyon dağılım haritası üzerindeki dört bölge için istatistiksel veriler

Duncan		
Bölge	Subset for alpha = .05	
	1	2
1. Bölge	33,3322	
4. Bölge	33,3474	
2. Bölge		33,3779
3. Bölge		33,3822

Yukarıda Çizelge 5.4'de verildiği gibi, Duncan çoklu karşılaştırma istatistiğinin değerlendirmelerine göre $Cu_{(63)}Zn_{(37)}$ numunesinde Zn için, 1. Bölge ile 4. bölge ve 2. Bölge ile 3. Bölge kendi aralarında istatistiksel açıdan fark olarak değerlendirilmeyecek Zn konsantrasyonlarına sahiptirler. Fakat, 1. Bölge ve 4. Bölge Zn konsantrasyonları 2. Bölge'den ve 3. Bölge'den istatistiksel açıdan önemli olacak derecede farklıdırlar. Bu yüzden Zn konsantrasyonu da bu alışımda homojen olarak dağılmamıştır.

Ayrıca $Cu_{(63)}Zn_{(37)}$ numunesindeki elementlerin konsantrasyon dağılım haritaları için aşağıdaki değerlendirmeler de yapılmıştır.

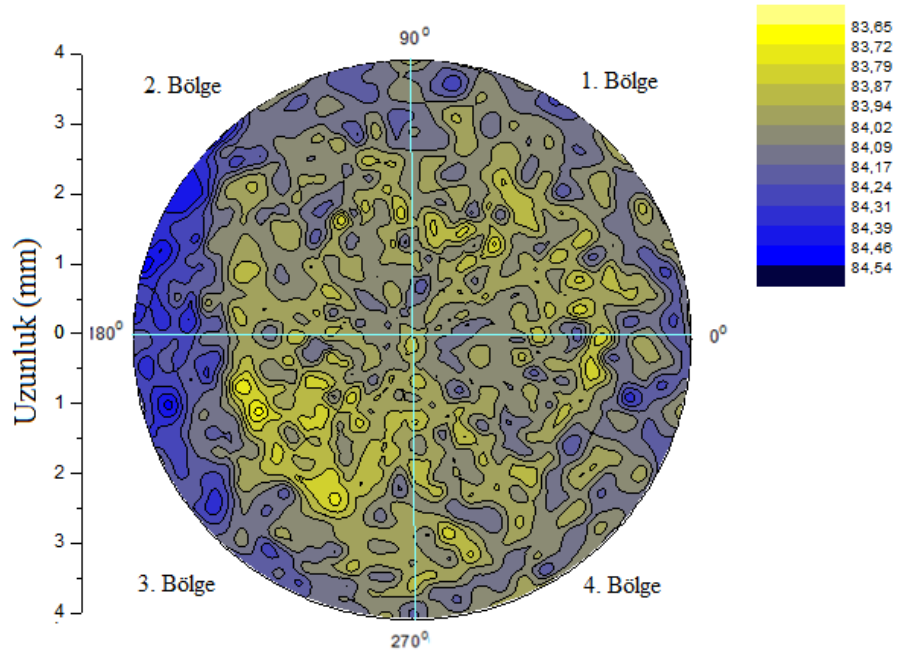
Cu'nun konsantrasyon dağılım haritası üzerinde aşağıda Şekil 5.3'de görüldüğü üzere '1. Bölge', '2. Bölge', ve '3. Bölge' olmak üzere 3 bölge tespit edilmiştir. İnce türkuaz renkli çizgiler bu bölgeleri belirliyor. 1. Bölge için daha koyu tonlar hakim iken 2. Bölgede daha açık tonlar vardır. 3. Bölge bu iki bölge arasında tonlara sahiptir. Yani, 1. Bölgede diğer bölgelere göre daha fazla konsantrasyonda Cu bulunmaktadır.



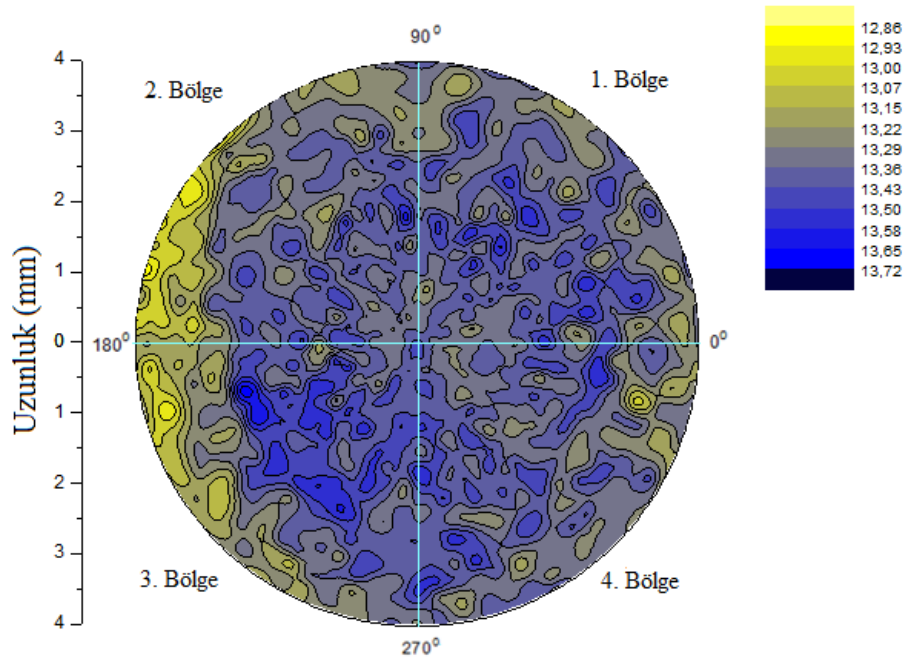
Şekil 5.4. $\text{Cu}_{(63)}\text{Zn}_{(37)}$ alaşımındaki Zn konsantrasyon dağılım haritası

5.2. $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ Alaşımında Cu, Mn ve Ni İçin Konsantrasyon Dağılım Haritalarının İncelenmesi

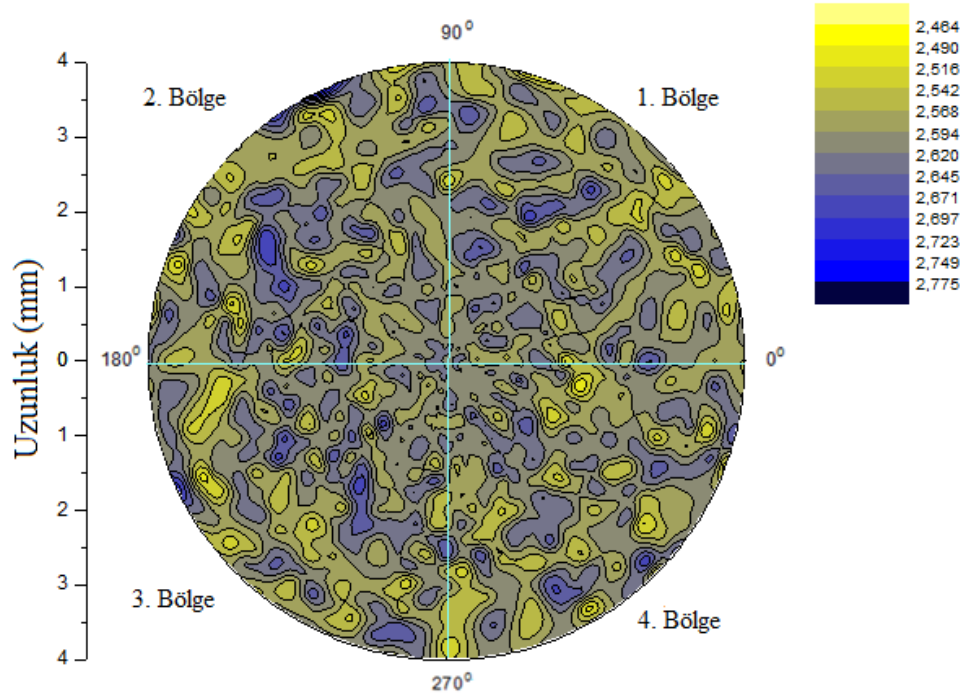
$\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ alaşımında Cu, Mn ve Ni için konsantrasyon dağılım haritaları üzerinde '1. Bölge', '2. Bölge', '3. Bölge' ve '4. Bölge' olmak üzere eşit alanlı dört bölge tespit edildi. 1. Bölge 0° ile 90° arasında kalan bölgeyi, 2. Bölge 90° ile 180° arasında kalan bölgeyi, 3. Bölge 180° ile 270° arasında kalan bölgeyi, 4. Bölge 270° ile 360° arasında kalan bölgeyi kapsamaktadır. Aşağıda bu şekilde oluşturulmuş Cu konsantrasyon dağılım haritası Şekil 5.5'de, Mn için konsantrasyon dağılım haritası Şekil 5.6'de ve Ni için konsantrasyon dağılım haritası Şekil 5.7'de verilmiştir.



Şekil 5.5. Üzerinde birbirine eşit alanlı 4 bölge tespit edilmiş olan $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ alaşımındaki Cu konsantrasyon dağılım haritası



Şekil 5.6. Üzerinde birbirine eşit alanlı 4 bölge tespit edilmiş olan $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ alaşımındaki Mn konsantrasyon dağılım haritası



Şekil 5.7. Üzerinde birbirine eşit alanlı 4 bölge tespit edilmiş $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ alaşımındaki Ni konsantrasyon dağılım haritası

Bu bölgelerdeki Cu, Mn ve Ni konsantrasyonlarının standart sapması, ortalama değerleri ve minimum değerleri bulunarak aşağıda Çizelge 5.5’de, Çizelge 5.6 ve Çizelge 5.7’de verilmiştir.

Çizelge 5.5. $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ alaşımın konsantrasyon dağılım haritası üzerinde belirlenen bölgeler için Cu konsantrasyonunun standart sapma, ortalama, maksimum ve minimum değerleri

BÖLGE	Cu için σ (Standart Sapma)	Cu_{ort}	Cu_{max}	Cu_{min}
1. Bölge (0°- 90°)	0,1089	84,0346	84,2981	83,7072
2. Bölge (90°- 180°)	0,1298	84,0753	84,5346	83,7056
3. Bölge (180°- 270°)	0,1388	84,0315	84,5236	83,6465
4. Bölge (270°- 360°)	0,0977	84,0374	84,3978	83,7837
TÜM YÜZEY	0,1211	84,0447	84,5346	83,6465

Çizelge 5.6. $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ alaşımının konsantrasyon dağılım haritası üzerinde belirlenen bölgeler için Mn konsantrasyonunun standart sapma, ortalama, maksimum ve minimum değerleri

BÖLGE	Mn için σ (Standart Sapma)	Mn _{ort}	Mn _{max}	Mn _{min}
1. Bölge (0°- 90°)	0,1001	13,3642	13,6423	13,0507
2. Bölge (90°- 180°)	0,1222	13,3222	13,7029	12,8616
3. Bölge (180°- 270°)	0,1309	13,3660	13,7170	12,9444
4. Bölge (270°- 360°)	0,0927	13,3628	13,5873	13,0178
TÜM YÜZEY	0,1139	13,3534	13,7170	12,8616

Çizelge 5.7. $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ alaşımının konsantrasyon dağılım haritası üzerinde belirlenen bölgeler için Ni konsantrasyonunun standart sapma, ortalama, maksimum ve minimum değerleri

BÖLGE	Ni için σ (Standart Sapma)	Ni _{ort}	Ni _{max}	Ni _{min}
1. Bölge (0°- 90°)	0,0387	2,6011	2,7174	2,4648
2. Bölge (90°- 180°)	0,0411	2,6026	2,7746	2,4871
3. Bölge (180°- 270°)	0,0425	2,6025	2,7290	2,4838
4. Bölge (270°- 360°)	0,0418	2,5998	2,7139	2,4645
TÜM YÜZEY	0,0410	2,6016	2,7746	2,4648

$\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ numunesinde Cu, Mn ve Ni için konsantrasyonlar için istatistiksel analizleri Tam Şansa Bağlı Deneme planına göre yapılmıştır. Varyans analizleri sonucu önemli bulunan bölgeler arasındaki fark Duncan çoklu karşılaştırma testi kullanılarak belirlenmiştir. Cu, Mn ve Ni için haritalar üzerinde belirlenen dört bölge için elde edilen istatistiksel verileri Çizelge 5.8’de, Çizelge 5.9’de ve Çizelge 5.10’da verilmiştir.

Çizelge 5.8. $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ numunesinde Cu konsantrasyon dağılım haritası üzerindeki dört bölge için istatistiksel veriler

Duncan		
Bölge	Subset for alpha = .05	
	1	2
3. Bölge	84,0315	84,0753
1. Bölge	84,0346	
4. Bölge	84,0374	
2. Bölge		

Çizelge 5.8’de verildiği gibi, $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ numunesinin 2. Bölgesi Cu ortalama konsantrasyonu değeri 1., 3. ve 4. Bölgelerden farklı sütundadır. Yani 2. Bölge diğer üç bölgelere göre istatistiksel açıdan farklı olarak değerlendirilir. Ancak 1., 3. ve 4. Bölgeler istatistiksel açıdan farklı olarak değerlendirilemeyecek Cu konsantrasyonlarına sahiptir. Yani bu numunede Cu konsantrasyonu homojen olarak dağılmamıştır.

Çizelge 5.9. $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ numunesinde Mn konsantrasyon dağılım haritası üzerindeki dört bölge için istatistiksel veriler

Duncan

Bölge	Subset for alpha = .05	
	1	2
2. Bölge	13,3222	
4. Bölge		13,3628
1. Bölge		13,3642
3. Bölge		13,3660

Yukarıda Çizelge 5.9’da verildiği gibi, $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ numunesi üzerinde belirlenen 2. Bölgedeki Mn’in ortalama konsantrasyon değeri, diğer bölgelerdeki Mn ortalama konsantrasyon değerlerinin buldukları sütundan farklı sütunda bulunmaktadır. Yani Mn konsantrasyonu 2. Bölge ile diğer üç bölge arasında istatistiksel açıdan farklıdır. Bu yüzden Mn numunede homojen olarak dağılmamıştır. 1., 3. ve 4. Bölgeleri ise istatistiksel açıdan farklı olarak değerlendirilmeyecek Mn konsantrasyonlarına sahiptir.

Çizelge 5.10. $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ numunesinde Ni konsantrasyon dağılım haritası üzerindeki dört bölge için istatistiksel veriler

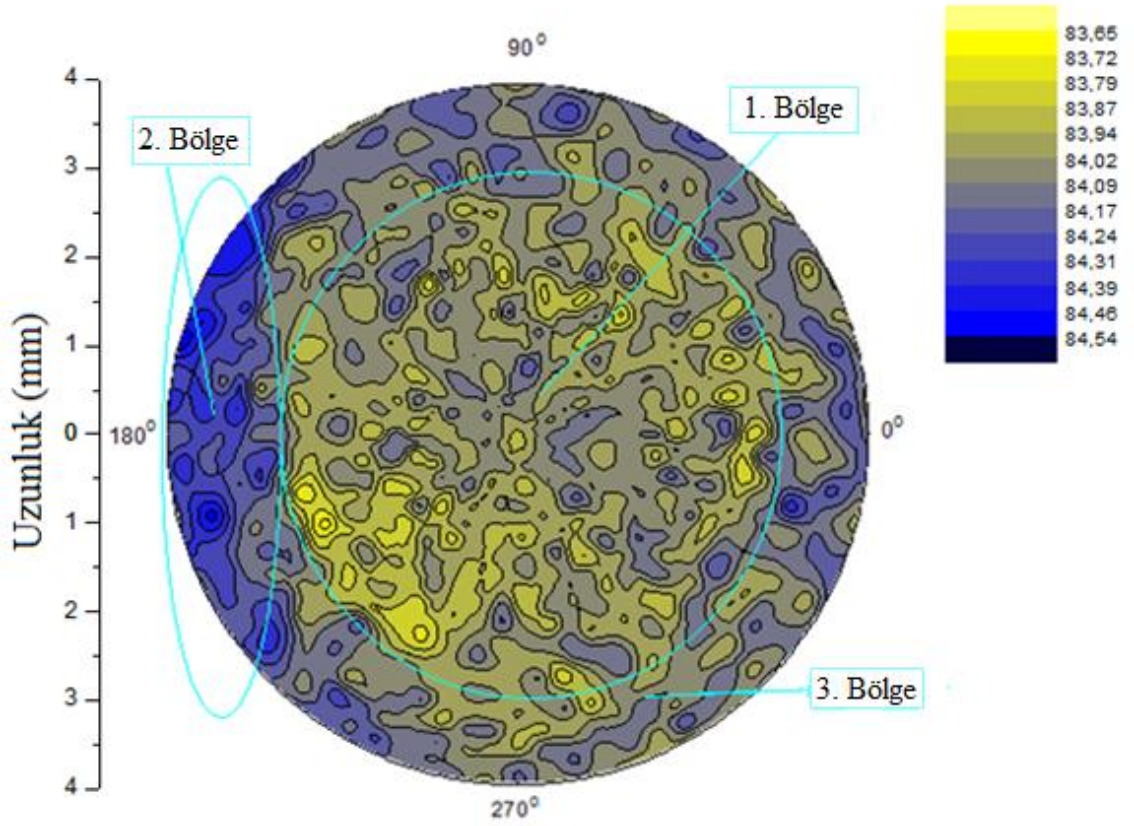
Duncan

Bölge	Subset for alpha = .05
	1
4. Bölge	2,5998
1. Bölge	2,6011
3. Bölge	2,6025
2. Bölge	2,6026

Yukarıda Çizelge 5.10'da verildiği gibi, $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ numunesi üzerinde belirlenen dört bölgedeki Ni ortalama konsantrasyonu değerleri çizelgede aynı sütunda oldukları için numunedeki Ni elementinin konsantrasyon dağılımı istatistiksel açıdan kayda değer farklılıklar göstermektedir. Yani, Ni'in bu numunede homojen olarak dağıldığını söyleyebiliriz.

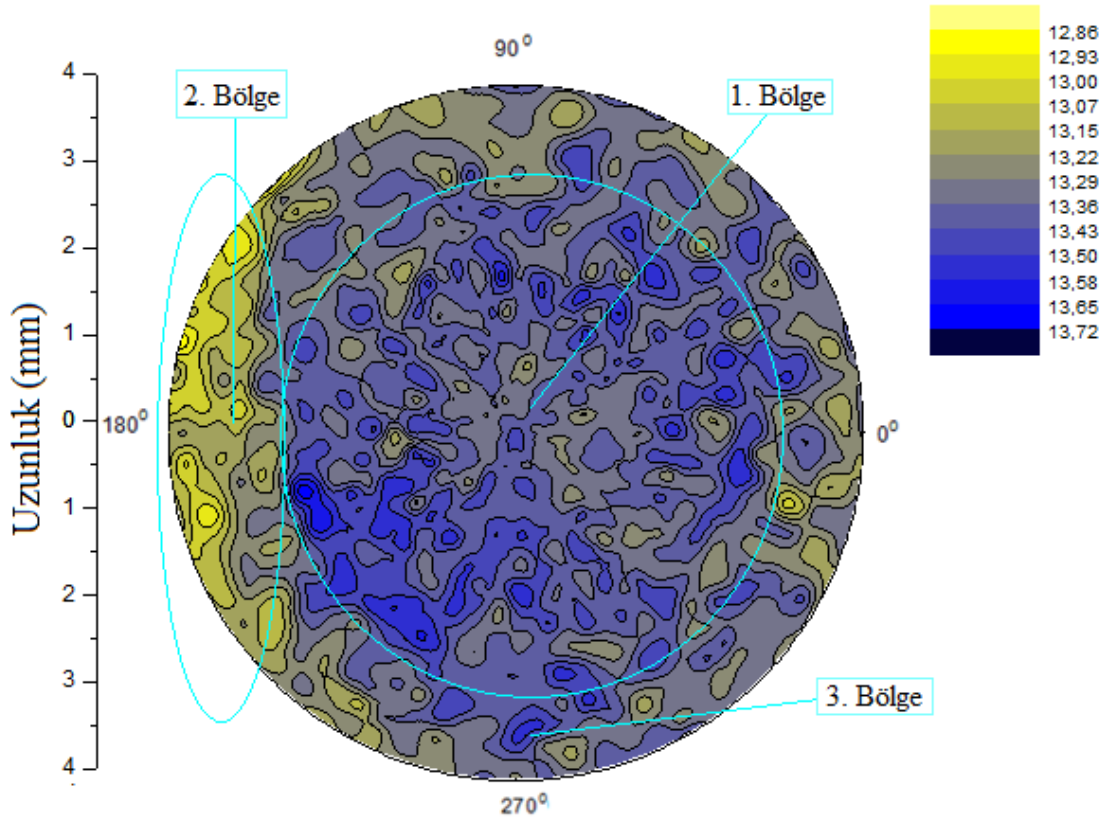
Ayrıca $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ numunesindeki elementlerin konsantrasyon dağılım haritaları için aşağıdaki değerlendirmeler de yapılmıştır.

Aşağıda Şekil 5.8'da görüldüğü üzere, Cu'un konsantrasyon dağılımı haritası üzerinde '1. Bölge', '2. Bölge', ve '3. Bölge' olmak üzere 3 bölge tespit edilmiştir. İnce türkuaz renkli çizgiler bu bölgeleri belirliyor. 1. Bölge için daha açık tonlar, 2. Bölgede daha koyu tonlar vardır. 3. Bölge bu iki bölge arasında tonlara sahiptir. Yani, 2. Bölgede diğer bölgelere göre daha fazla konsantrasyonda Cu bulunmakta; 1. Bölge diğer iki bölgeye nispeten daha küçük Cu konsantrasyonuna sahiptir.



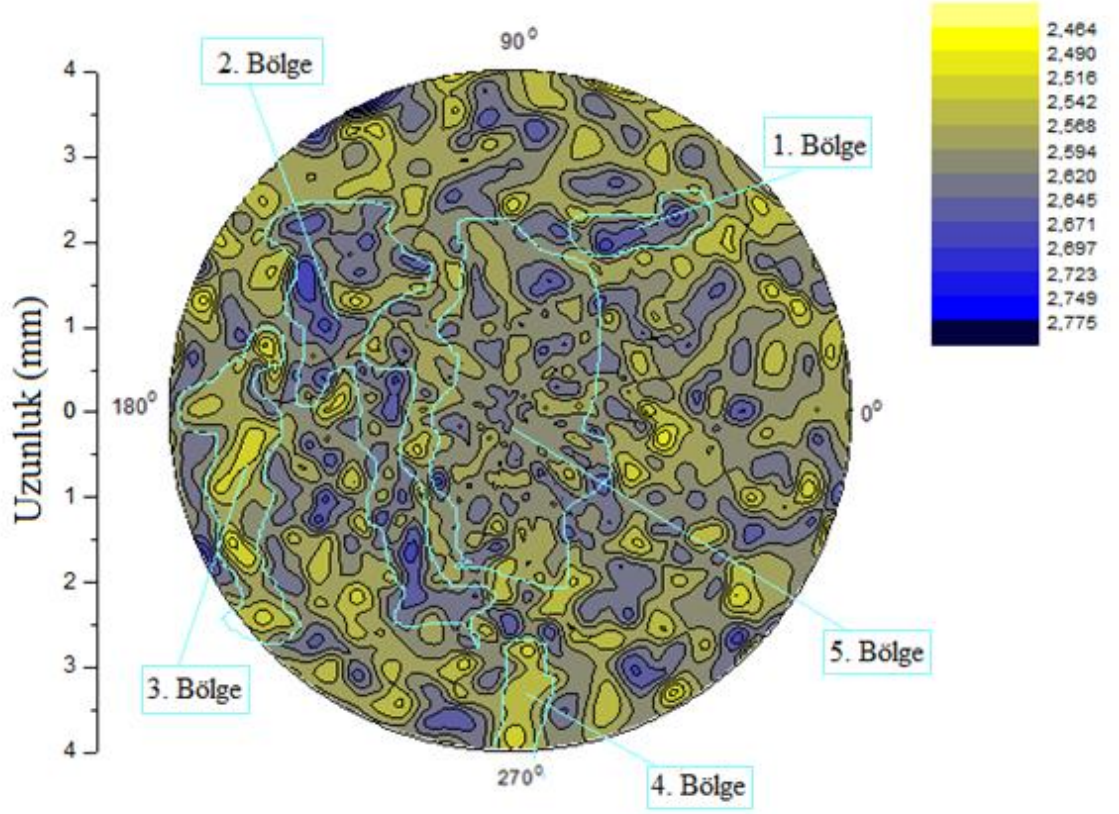
Şekil 5.8. Cu₍₈₆₎Mn₍₁₂₎Ni₍₂₎ alaşımındaki Cu konsantrasyon dağılım haritası

Şekil 5.9’de görüldüğü üzere Mn’in konsantrasyon dağılımı haritası üzerinde ‘1. Bölge’, ‘2. Bölge’, ve ‘3. Bölge’ olmak üzere bariz konsantrasyon farkları esasında üç bölge tespit edilmiştir. İnce türkuaz renkli çizgiler bu bölgeleri belirliyor. 1. Bölge için daha koyu tonlar hakim iken 2. Bölgede daha açık tonlar vardır. 3. Bölge bu iki bölge arasında tonlara sahip. Yani 1. Bölgede diğer bölgelere göre daha fazla konsantrasyonda 2. Bölgede ise diğer bölgelere göre en az konsantrasyonda Mn bulunmaktadır.



Şekil 5.9. $\text{Cu}_{(86)}\text{Mn}_{(12)}\text{Ni}_{(2)}$ alaşımındaki Mn konsantrasyon dağılım haritası

Aşağıda Şekil 5.10'de görüldüğü üzere, Ni'in konsantrasyon haritası üzerinde beş bölge tespit edilmiştir. Bölgeler türkuaz renkli çizgiler ile birbirinden ayrılmışlardır. 1. Bölgede ve 2. Bölgede daha koyu tonlar vardır. 3. Bölgede ve 4. bölgede daha açık tonlar vardır. 5. Bölge bu bölgelerin arasında tonlara sahiptir. Ve 1. Bölgede ve 2. Bölgede daha fazla Ni konsantrasyonu, 3. Bölgede ve 4. Bölgede daha az Ni konsantrasyonu bulunmaktadır. 5. Bölgede bu bölgelerdeki Ni konsantrasyonları arasında Ni konsantrasyonu vardır.



Şekil 5.10. $\text{Cu}_{86}\text{Mn}_{12}\text{Ni}_2$ alaşımındaki Ni konsantrasyon dağılım haritası

KAYNAKLAR

- Akbaba, U., 2009. WDXRF Metodu ile Organik ve Geleneksel Tarım Ürünlerinin Elementer İçeriklerinin Karşılaştırılması ve Parçacık Büyüklüğünün ölçüm Sonuçlarına Etkisi. Doktora, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum.
- Beckhoff, B., Kanngierber, B., Langhoff, N., Wedell, R., Wolf, H., 2006. Handbook of Practical X-ray Fluorescence Analysis. Springer, 863, Germany.
- Bjeoumikhov, A., Langhoff, N., 2005. Capillary optics for micro X-ray fluorescence analysis. Review of Scientific Instruments, 76, 1-7.
- Cheng, L., Li, M., Kim, Y., Fan, C., Wang, S., Pan, Q., Liu, Z., Li, R., 2011. The study of chemical composition and elemental mappings of colored over-glaze porcelain fired in Qing Dynasty by micro-X-ray fluorescence. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 269, 239–243.
- Cornaby S. W., 2008. The Handbook of X-ray Single-Bounce Monocapillary Optics, Including Optical Design and Synchrotron Applications. Doctor of Philosophy, Presented to the Faculty of the Graduate School of Cornell University, Ithaca, New York, US.
- Demir, F., 2004. WDXRF Spektroskopide Tablet Numune Hazırlamada Hata Etkileri. Y. Lisans Tezi, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum.
- Dumont, M., Zoeger, N., Strel, C., Wobrauschek, P., Falkenberg, G., Sander, P. M., Pyzalla, A. R., 2009. Synchrotron XRF Analyses of Element Distribution in Fossilized Sauropod Dinosaur Bones. JCPDS-International Centre for Diffraction, 1097-0002, 120-128.
- Fukumoto, N., Kobayashi, Y., Kurahashi, M., Kojima, I., 1998. X-ray fluorescent spectroscopy with a focused X-ray beam collimated by a glass capillary guide tube and element mapping of biological samples. Spectrochimica Acta Part B, 54, 91–98.
- Gao, N., Janssens, K., 2004. Polycapillary X-ray Optics. X-ray Spectrometry: Recent Technological Advances, 89-109.
- Gibson, D., Gibson, W., 2002. Polycapillary optics: an enabling technology for new applications. JCPDS-International Centre for Diffraction Data, 45, 286-297.
- Gredmaier, L., Banks, C.J., Pearce, R.B., 2011. Calcium and sulphur distribution in fired clay brick in the presence of a black reduction core using micro X-ray fluorescence mapping. Construction and Building Materials, 25, 4477-4486.
- Hendee, W. R., Ritenour, E., 2002. Medical Imaging Physics Fourth Edition. Wiley-Liss, 502, United States of America.
- <http://www.x-ray-optics.de> (10.07.2012)
- Jensen, M., Aryal, B. P., Gorman, D., Paunesku, T., Lai, B., Vogt, S., Woloschak, G. E., 2012. Submicron hard X-ray fluorescence imaging of synthetic elements. Analytica Chimica Acta, 722, 21– 28.
- Miller, T., Havrilla, G., 2005. Elemental Imaging for Pharmaceutical Tablet Formulation Analysis by Micro X-ray Fluorescence. JCPDS-International Centre for Diffraction Data, 48, 274-283.

- Oyar, O., 1998. Radyolojide Temel Fizik Kavramları. Nobel Tıp Kitabevleri, 287, Türkiye.
- Schiels, P. J., Gibson, D. M., Gibson, W. M., Gao, N., Huang, H., Ponomarev I. Y., 2002. Overview of polycapillary X-ray optics. International Centre for Diffraction Data, 17, 70-80.
- Spiller, E., 2000. X-ray Optics. JCPDS-International Centre for Diffraction, 42, 297-307.
- Sugihara, K., Satoh, M., Hayakawa, Y., Saito, A., Sasaki, T., 2000. Applications of Micro XRF for the Analysis of Traditional Japanese "Ainu" Glass Beads and Other Artifacts. JCPDS-International Centre for Diffraction Data, 42, 161-170.

ÖZGEÇMİŞ

1986 yılında doğan Ömer Faruk AYDEMİR ilk, orta, lise (3 yıl) öğrenimi Zonguldak'ta lise son öğrenimini Erzurum'da tamamladı. 2005 yılında girdiği Atatürk Üniversitesi Fen Fakültesi Fizik Bölümünden 2009 yılında mezun oldu. Aynı yıl Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü'nde Atom ve Molekül Fiziği Bilim Dalı'nda Yüksek Lisans'a başladı.