

**JURİ ÜYELERİ**

**Prof.Dr.Ali İhsan KOBYA**

*Ali İhsan Kobyay*

**Prof.Dr.Yusuf ŞAHİN**

*Yusuf Şahin*

**Prof.Dr.Erdoğan BÜYÜKKASAP**

*Erdoğan Büyükkasap*

**Doç.Dr.Yakup KURUCU**

*Yakup Kurucu*

**Yrd.Doç.Dr.Abdulhalik KARABULUT**

*Abdulhalik Karabulut*

19.10.2000 tarihinde 25/275 kararla kurulan jürimiz iş bu Doktora tezini tarihinde kabul etmiştir.

T.C. YÖKSEKÖĞRETİM KURULU  
DOKÜMANTASYON MERKEZİ

96368

ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
FİZİK ANABİLİM DALI

## X-IŞINI SPEKTROMETRESİ İLE MUKAYESELİ KALINLIK TAYİNİ



Neslihan EKİNCİ

**ERZURUM ÜNİVERSİTESİ**  
**FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

ERZURUM –2000

ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
FİZİK ANABİLİM DALI

## X-IŞINI SPEKTROMETRESİ İLE MUKAYESELİ KALINLIK TAYİNİ

Neslihan EKİNCİ

96368

Yönetici: Prof. Dr. Yusuf ŞAHİN

Doktora Tezi

## ÖZET

Bu tez çalışmasında, muhtelif kalınlıklı Au, Ag, Cu levha (foil) numunelerin, buharlaştırma yoluyla mylar üzerine kaplanan Sn, Ni, In, Au, Ag (muhtelif kalınlıklı) ince film numunelerin, bakır levha üzerine kaplanan muhtelif kalınlıklı Sn, Ni, In, Au, Ag numunelerin ve aynı boyda muhtelif kalınlıktaki Cu kabloların kalınlıkları EDXRF ile deneysel olarak bulundu. Sonuçlar aynı numunelerin gravimetrik ve mikrometre ile bulunan kalınlıklarıyla mukayese edildi.

Kalınlık tayini için radyoaktif Am-241 nokta kaynaktan yayınlanan 59.5 keV'luk gama fotonları uygun geometrilerde muhtelif kalınlıklı numuneler üzerine düşürülerek numuneyle etkileşmeden geçen fotonlar (transmission) ile etkileşen fotonların oluşturmuş oldukları karakteristik x-ışınları sayılmıştır.

Havadan ve numune tutucularından saçılmalar ile istenmeyen diğer radyasyondan gelen katkıyı tayin etmek için numunesiz ölçümler alınmıştır.

Bu ölçümlerde 5.9 keV'de yarı maksimumdaki tam genişliği 160 eV olan bir Si(Li) dedektörü ile bağlantılı olan ND 66 B çok kanallı analizör ve diğer elektronik sistemler kullanılmıştır.

Uygun geometrinin tayin edilmesi için,

- a- Dedektör ve numune sabit pozisyonda tutulup, kaynak çeşitli açılarda iken,
  - b- Numune ve kaynak sabit pozisyonda tutulup, dedektör çeşitli açılarda iken,
  - c- Numune sabit pozisyonda tutulup, dedektör ve kaynak çeşitli açılarda iken,
- şiddet ölçümleri alınmıştır.

Spektrometrik olarak bulunan kalınlıkların şiddete ve mikrometre ile tartma yoluyla bulunan kalınlıklara karşı grafikleri çizilmiştir. Bu grafiklerden çeşitli metotlar ile bulunan kalınlıklar arasında iyi korelasyonlar olduğu görülmüştür.

## SUMMARY

The various thicknesses of Au, Ag, Cu foils, thicknesses of coating films of Sn, Ni, In, Au, Ag on mylar film and coating thicknesses of Au, Ag, Sn on Cu substrate have been determined experimentally by EDXRF technique.

The various thicknesses of Cu cables have also been determined experimentally. Measured thicknesses have been compared to the results obtained by gravimetric and micrometric methods.

In order to determine suitable geometry, intensity measurements have been made.

- a- The angular position of the source is changed with  $5^\circ$  steps while the detector and sample positions are kept constant.
- b- The angular position of the detector is changed with  $5^\circ$  steps while the source and sample positions are kept constant.
- c- The angular position of the detector and source is changed with  $5^\circ$  steps while the sample position is kept constant.

To eliminate the contributions of the background such as scattering from sample holder and weather, unwanted radiation coming from environment, measurement without sample have been performed for the counting process. A Si(Li) detector that full width at half maximum (FWHM) is 160 eV at 5.9 keV were used for all spectral measurement.

Experimentally determined thicknesses have been plotted versus intensity, versus thicknesses determined gravimetrically and measured with a micrometer.

It is seen from these plots, there is a good correlation between measured intensity and the thicknesses of the samples determined by a gravimetric method and the results measured by a micrometer.

## TEŐEKKÜR

Bu alıőmanın gerekleőtirilmesinde bana teővik ve yardımlarını esirgemeyen ok kıymetli hocam sayın Prof. Dr. Yusuf Őahin'e Őükranlarımı sunarken tüm XRF Araőtırma Laboratuvarı alıőanlarına teőekkür ederim.

Neslihan Ekinci



# İÇİNDEKİLER

|   |            |
|---|------------|
| <b>ÖZET</b> .....                                   | <b>i</b>   |
| <b>SUMMARY</b> .....                                | <b>ii</b>  |
| <b>TEŞEKKÜR</b> .....                               | <b>iii</b> |
| <b>İÇİNDEKİLER</b> .....                            | <b>iv</b>  |
| <b>1. GİRİŞ</b> .....                               | <b>1</b>   |
| <b>2. X-IŞINLARI</b> .....                          | <b>5</b>   |
| 2.1. X-Işınlarının Üretilmesi.....                  | 6          |
| 2.1.1. Sürekli X-Işınları.....                      | 6          |
| 2.1.2. Karakteristik X-Işınları.....                | 8          |
| 2.2. X-Işınlarının Madde ile Etkileşmeleri.....     | 9          |
| 2.2.1. Elektromagnetik Radyasyonun Soğurulması..... | 9          |
| 2.2.1.a Fotoelektrik Olay .....                     | 10         |
| 2.2.1.b Çift Oluşum.....                            | 11         |
| 2.2.2 Elektromagnetik Radyasyonun Saçılması .....   | 12         |
| 2.2.2.A Koherent Saçılma.....                       | 13         |
| 2.2.2.A.a. Rayleigh Saçılması.....                  | 14         |
| 2.2.2.A.b. Delbrück Saçılması.....                  | 15         |
| 2.2.2.A.c. Nükleer Rezonans Saçılma .....           | 15         |
| 2.2.2.A.d. Nükleer Thomson Saçılması.....           | 16         |
| 2.2.2.B İnkohherent Saçılma .....                   | 16         |
| 2.2.2.B.a. Compton Saçılması.....                   | 16         |
| 2.2.2.B.b. Nükleer Saçılma.....                     | 20         |
| 2.2.2.B.c. Raman Saçılması.....                     | 20         |
| 2.3. X-Işını Spektrometreleri.....                  | 20         |
| 2.3.1. Enerji Ayırmalı Spektrometreler.....         | 24         |
| 2.3.2. Dalgaboyu Ayırmalı Spektrometreler.....      | 25         |

|   |           |
|---|-----------|
| <b>. X-IŞINI SPEKTROMETRESİYLE KALINLIK TAYİNİ.....</b>   | <b>27</b> |
| 1. X-Işını Şiddet Oranı Ölçümleri ile Metal Kalınlıklarının Tayini.....   | 27        |
| 2. Saçılma Piklerinden Etkin Numune Kalınlığının Ölçülmesi.....   | 29        |
| 3. Flöresans Şiddetin Numune Kalınlığı ile Değişimi.....  | 31        |
| 4 Tek Katlı ve Çok Katlı İnce Filmlerin Kuantitatif X-Işını Analizleri.....   | 32        |
| 5 Yeni Background Çıkarma Metodunu Kullanarak X-Işını Flöresans Tekniği İle İnce<br>Filmlerin Kalınlıklarının Hızlı ve Doğru Analizi..... | 33        |
| 3.6 Radyasyon İle Ölçüm Sistemleri.....   | 34        |
| 3.6.1 Radyasyon ile Ölçüm Sistemlerinin Tasarımı ve Optimizasyonu.....  | 36        |
| 3.6.2 Radyasyon Kaynağı Seçimi .....  | 36        |
| 3.6.3 Ölçüm Sisteminin Seçimi.....  | 37        |
| 3.7 Sonsuz Kalınlık.....  | 39        |
| 3.8 Film ve Kaplamaların Kalınlık Ölçümü. ....  | 40        |
| 3.9 Dedeksiyon Limiti.....  | 44        |
| 3.10 Korelasyon Teorisi.....  | 45        |
| <b>4. DENEY SİSTEMİ VE NUMUNELERİN HAZIRLANMASI.....</b>  | <b>47</b> |
| 4.1. Yarıiletken Dedektörler ve Sayma Sistemi.....  | 47        |
| 4.2. Numunelerin Hazırlanması.....  | 49        |
| 4.3. Deney Geometrileri .....   | 50        |
| 4.4. Ölçülerin Alınması ve Değerlendirilmesi.....   | 56        |
| <b>6. SONUÇ VE TARTIŞMA.....</b>  | <b>81</b> |
| <b>7. KAYNAKLAR.....</b>  | <b>85</b> |



## 1. GİRİŞ

Bu çalışmada, muhtelif kalınlıklı Au, Ag, Cu levha (foil) ve mylar üzerine buharlaştırılarak hazırlanan Sn, Ni, In, Au, Ag ince film numunelerin kalınlıklarının, bakır levha üzerine Sn, Ni, In, Au, Ag kaplanarak hazırlanan numunelerin kalınlıklarının ve aynı boyda, muhtelif kalınlıklardaki Cu kabloların kalınlıklarının, uygun geometrilerde, tahribatsız bir şekilde, EDXRF metodu ile deneysel olarak bulunması amaçlanmıştır.

Son yıllarda kalınlık çalışmalarının önemi giderek artmakta ve kalınlık ölçümleri bir çok araştırmacı tarafından çalışılmaktadır.

Ölçülen XRF verilerinden çok katlı yüzey tabakalarının kalınlık ve kompozisyonunu tayin etmek için temel parametre metoduna dayanan bir işlem geliştirilmiştir<sup>1</sup>.

X-ışını flöresans tekniğinden yararlanarak metal film kalınlıklarının tayini için mutlak bir metot geliştirilmiştir<sup>2</sup>.

Enerji ayırmalı XRF analizi ile tek katlı kaplamaların kalınlık ve kompozisyon ölçümleri çalışılmış ve kaplama problemlerine uygulamak için bir bilgisayar programı geliştirilmiştir<sup>3</sup>.

Wegrzynek et al<sup>4</sup>. monokromatik uyarımadan yararlanarak orta kalınlıktaki numunelerin enerji ayırmalı XRF analizinde soğurma ve şiddetlendirme etkilerini düzeltmek için temel parametre metodunu kullanmışlardır.

Kaplama kalınlığını ölçmek için x-ışını metotlarının endüstriyel uygulamaları Zimmerman et al<sup>5</sup>. tarafından çalışılmıştır.

Değişen çıkış açılı ultrasoft x-ışını flöresans spektrometresi ile çok katlı ince filmlerin kalınlıklarını tayin etmek için teorik bir metot mevcuttur. Bu teorik metot, şiddet oranlarının hesaplanmasına dayanmaktadır<sup>6</sup>.

Cam alttabakası üzerindeki metal ince filmler için x-ışını flöresans deneyleri yapılmıştır. XRF şiddeti, çıkış açısının fonksiyonu olarak ölçülmüştür. Sıyırıp çıkan XRF (Grazing exit XRF)'nin açığa bağımlılığı, metal filmin  $K\alpha$  radyasyonunun kritik açı değerinde bir artış göstermiştir. XRF şiddetine film kalınlığının etkisi Noma et al<sup>7</sup>. tarafından tartışılmıştır.

Analiz edilecek numunenin birim alanı başına düşen kütleyi tayin etmek için yarı deneysel bir metot tanımlanmıştır. Bu metot koherent ve inkoherent saçılan radyasyonu kullanmaktadır<sup>8</sup>.

X-ışını fotoelektron spektroskopisi (ESCA yada XPS) kullanarak alüminyum alaşımlar üzerindeki oksit kalınlığını tayin etmek için basit bir metot araştırılmıştır<sup>9</sup>.

X-ışını flöresans ile tek katlı ve çok katlı ince filmlerin kompozisyon ve kalınlık tayini tanımlanmıştır. Tek katlı, iki katlı ve üç katlı ince filmlerin analizinde temel parametre metodu kullanılmıştır. Numunenin soğurma ve şiddetlendirme etkileri uygun bir şekilde tayin edilmiştir<sup>10</sup>.

TRXRF ( Total reflection x-ray fluorescence spectrometry) ile ince filmlerin hassasiyet ve kritik kalınlıkları hesaplanmıştır<sup>11</sup>.

Değişen matris kompozisyonlu ve kalınlıklı numunelerin enerji ayırmalı x-ışını flöresans analizlerinde saçılan radyasyon yoluyla kütle soğurma düzeltmesini tayin etmek için bir metot geliştirilmiştir<sup>12</sup>.

Düzensiz şekilli ve heterojen kalınlıklı numunelerin enerji ayırımı x-ışını flöresans analizi için bir metot mevcuttur. Bu metotta koherent ve inkoherent saçılan radyasyon kullanılmıştır<sup>13</sup>.

Hibrid alfa yaklaşımını kullanarak kaplama ve ince filmlerin EDXRF analizi çalışılmıştır<sup>14</sup>.

EDXRF ince film numunelerin analizi için hızlı, zararsız ve doğru olup başarılı bir şekilde uygulanabilir. Bir alttabaka üzerindeki filmin kalınlığı ve kompozisyonu, film elementlerinin karakteristik x-ışını çizgileri, uygun standartları ile mukayese edilerek Luzzi et al<sup>15</sup>. tarafından tayin edilmiştir.

Kalınlık ölçme metotlarının mukayesesi Louie et al<sup>16</sup>. tarafından yapılmıştır. Bunlar numune kalınlıklarını üç teknik kullanarak ölçmüşlerdir:

- 1- Birim alanlı numuneler kaplamadan önce ve sonra tartılıp, teorik yoğunluk kullanılarak hacim ortalama kalınlığa dönüştürülür.
- 2- Numuneler Stylus aleti kullanılarak ölçülür.
- 3- Numuneler x-ışını flöresans tekniği kullanılarak ölçülür.

Waldo et al. <sup>17</sup> tarafından enerji ayırımı x-ışını flöresans tekniği ile ince filmlerin kantitatif analizleri çalışılmıştır. Bu çalışmada metal ve oksitler birkaç teknikle analiz edilmiştir. Bunlar Elektron Probe Mikroanaliz (EPMA), Rutherford Geri Saçılma Spektroskopisi (RBS), X-Işını Fotoelektron Spektroskopisi (XPS), Transmisyon Elektron Spektroskopisi (TEM), Spektroskopik Elipsometri (SE) ve X-Işını Flöresans Spektroskopisidir (XRF).

Metal filmlerin kalınlık ve kompozisyonu hem fiziksel araştırmalarda hem de teknolojik uygulamalarda önemli parametrelerdir. Amaçlanan birkaç ölçüm metodu

arasında XRF spektrometrisi son 20 yılda çok dikkat çekmiştir. Bu amaçla x-ışını flöresans tekniği ile ince filmlerin kalınlıklarının hızlı ve doğru ölçümü çalışılmıştır<sup>18</sup>.

X-ışını flöresans element tayini için matris etkileri ve numunenin kütle kalınlıklarını belirlemek için yeni bir metot geliştirilmiştir<sup>19</sup>.

Ölçülen x-ışını şiddetlerinden ince numunelerin kütle kalınlıkları ve kompozisyonunu hesaplamak için iki işlem tanımlanmıştır. Birinci işlem programlanabilir el hesap makinesinin kullanılması için uygundur. Bu işlem ince filmler için uygun sonuçlar verir. İkinci işlem ise bir bilgisayar programını kullanır. Bu program ince ve kalın filmler için doğru sonuçlar verir<sup>20</sup>.

İnce film şeklindeki numunelerde, şiddet kalınlıkla lineer olarak artarken orta kalınlıktaki film şeklindeki numunelerde şiddet artan kalınlıkla aynı hızla artmamaktadır. Çünkü, kalınlık arttıkça, hem primer fotonlar için hemde sekonder x-ışınları için azaltma etkisi numune kalınlığı ile aynı hızlı olarak artmamaktadır. Bu sebeple, numune yüzeyinden daha derinlere inildikçe primer foton şiddeti zayıflayacak ve derin bölgelerde az sayıda sekonder fotonlar üretilebileceklerdir. Bu bölgelerde üretilen sekonder x-ışınlarının enerjileri primer fotonlarından daha küçük olduğundan bunların yüzeye çıkma ihtimali daha da küçük olacaktır<sup>21</sup>.

Bu tezin giriş bölümünde çalışmanın amacı ve literatür özeti verilmektedir. İkinci bölümde x-ışınlarının oluşumu ve madde ile etkileşmeleri anlatılmaktadır. Üçüncü bölümde x-ışını şiddetinin kalınlığa bağımlılığı, x-ışını spektrometresiyle ince film ve levhalarda kalınlık tayini anlatılmaktadır. Dördüncü bölümde deney sistemi, numunelerin hazırlanması, deney geometrileri, ölçülerin alınması ve değerlendirilmesi verilmektedir. Son bölümde ise bu çalışma neticesinde elde edilen sonuçlar tartışılmaktadır.

## 2. X-IŞINLARI<sup>22</sup>

X-Işınları Wilhelm Conrad Röntgen tarafından 1895'te keşfedildi. Röntgen, siyah bir kağıtla tamamen kaplı bir boşalma tüpü yakınında bulunan bazı baryum-platinocyanide kristallerinin, boşalma vuku bulduğu zaman, ışıdığıı gördü.

Işıkla benzerlik göstermesinden dolayı Röntgen ve çağdaşları, sınırlı imkânlarla bu ışınlarla polarizasyon, yansıma, kırılma ve kırınım deneyleri yapmaya başladılar. Fakat, bu özelliklerinden hiçbirisinin bir delilini bulamadılar. Bu sebeple, bu ışınları x (bilinmeyen) ışınları olarak isimlendirdiler. 1897'de Thomson, katot ışınlarının anotta durdurulmasıyla meydana gelen ışınların elektronlar olduğunu söyledi. X-ışınlarının tabiatı birçok tartışmanın konusu oldu. X-ışınları dalgaboyları  $\sim 100 \text{ \AA}$  ile  $\sim 10^{-5} \text{ \AA}$  arasında olan elektromagnetik radyasyon olarak tanımlanabilir. X-ışınları ile çalışmalarından dolayı Röntgen 1901'de fizik Nobel Ödülünü kazandı.

1906'da Barkla yaptığı saçılma deneylerinde x-ışınlarının polarize olduğunu gösteren deliller buldu ve bu ışınların dalga olması gerektiğini söyledi. Ancak Bragg'ın iyonizasyon için yapmış olduğu çalışmalar bunların parçacık nitelikli olduğunu da gösterdi. Esas itibariyle x-ışınlarının dalga tabiatı Laue, Friedrich ve Knipping tarafından tesbit edildi. Bunlar x-ışınlarının bir bakır-sülfat-pentahidrat kristalinde kırınıma uğradığını gösterdiler. Baba oğul Bragg'lar x-ışınlarının yansıma kanunlarını buldular. 1908'de Barkla ve Sadler saçılma deneyleri ile bir hedef maddesinin karakteristiklerini ihtiva eden x-ışınlarının varlığını tespit ettiler ve bunlara K ve L radyasyonları dediler. Öyleki bu radyasyonlar, 1913'de Bragg'ın kırınım deneyleri ile gösterdiği keskin tanımlanmış dalga boylarına sahiplerdi. Bu deneyler, sürekli (beyaz) bir spektrum üzerine binmiş bir çizgi spektrumunun varlığını açıkça gösteriyordu. Moseley; çizgilerin dalgaboylarının, hedef maddesinin karakteristikleri olduğunu ve atom numarası bakımından aynı zincire sahip olduklarını gösterdi. Böylece ilk defa atom numaralarının anlamı tayin edilmiş oldu. Karakteristik K soğurması ilk defa de Broglie tarafından gözlemlendi. Bragg ve Siegbahn tarafından açıklandı. X-ışını

spektrumlarının teorisi Sommerfeld ve arkadaşları tarafından çalışıldı. 1932 başlarında Coster ve diğer arařtırmacılar x-ışını floresans spektroskopisinin özelliklerini ayrıntılı bir şekilde arařtırdılar.

## 2.1. X-Işınlarının Üretilmesi<sup>23</sup>

X-ışınları, nitelik itibariyle a) sürekli x-ışınları, b) karakteristik (veya çizgi ) x-ışınları olmak üzere iki grupta incelenebilirler.

### 2.1.1. Sürekli X-Işınları

Sürekli x-ışınları, elektronlar, protonlar veya  $\alpha$  parçacıkları gibi yüksek enerjili, yüklü parçacıkların ağır çekirdeklerin Coulomb alanından geçerken enerji kaybetmeleri sonucu meydana gelirler. Bu etkileşimde elektronun ışıdığı enerji, sürekli spektrum veya Bremsstrahlung spektrumu olarak isimlendirilir. Sürekli x-ışını spektrumları adındanda anlaşılacağı üzere geniş bir frekans aralığını kapsayan bir frekans sürekliliğine sahiptir. Bu nedenle sürekli x-ışınlarına beyaz x-ışınları da denir. Sürekli x-ışını emisyonu, klasik elektromagnetik teoriye göre şöyle açıklanabilir: İvmeli hareket eden yükler elektromagnetik ışımada bulunur. Yüksek enerjili elektronlar bir hedefe çarptıkları zaman bu elektronların enerjilerinin  $\sim\%1$ 'i sürekli x-ışınlarının oluşmasına yol açar. Hedefe (bir x-ışını tüpünde anoda) çarpan elektronlardan çok küçük bir kısmının enerjileri bütünü ile bir defada x-ışını enerjisine dönüşmektedir. Bu elektronlar maksimum frekanslı (veya minimum dalgaboylu) ışımaları oluştururlar. Bunun dışında, enerjisi kademeli olarak x-ışınlarına dönüşenler de sürekli spektrumun diğer dalgaboyu ve frekanslarının oluşumuna yol açarlar.

Bir x-ışını tüpünde elektronlarla meydana getirilen sürekli x-ışını spektrumu, uyarıcı elektronların maksimum enerjilerine karşılık gelen,  $\lambda_{\min}$  kısa dalgaboyu limitiyle karakterize edilir:

$$\lambda_{\min} = \frac{hc}{eV_0} \quad (2.1)$$

Burada  $h$  Planck sabiti ( $6.62 \times 10^{-27}$  erg s),  $c$  ışık hızı,  $e$  elektronun yükü ve  $V_0$  ise tüpe uygulanan potansiyeldir. Kısa dalgaboyu sınırı ile uygulanan potansiyel arasındaki bu ilişki Duane-Hunt kanunu olarak bilinir. Sürekli ışınma ihtimali

$$P \propto \frac{q^2 Z^2 T}{M_0^2} \quad (2.2)$$

ile orantılıdır. Burada,  $q$  parçacığın yükü,  $Z$  hedef maddesinin atom numarası,  $T$  parçacığın kinetik enerjisi ve  $M_0$  ise parçacığın durgun kütesidir. Protonlar ve ağır parçacıklar elektron kütesine göre daha büyük kütleyle sahip olduklarından nispeten daha az ışırlar. Meselâ, aynı kinetik enerjiye protonların meydana getirdiği sürekli x-ışını spektrumunun şiddeti elektronların meydana getirdiğinden dört kez daha küçüktür.

Bir x-ışını tüpünde (kalın hedef) elektronlar tarafından meydana getirilen sürekli x-ışını spektrumu şu özelliklerle karakterize edilir.

- 1- Kısa dalgaboyu limiti  $\lambda_{\min}$  ; bu dalgaboyu altında radyasyon gözlemlenemez.
  - 2- Maksimum şiddetin dalgaboyu  $\lambda_{\max}$  yaklaşık olarak  $\lambda_{\min} / 2$  dir.
  - 3- Toplam şiddet, tüp voltajı ve hedef maddesinin atom numarası ( $Z$ ) ile orantılıdır.
- Sürekliğin dağılımı

$$I(\lambda)d\lambda = KiZ \left[ \frac{\lambda}{\lambda_{\min}} - 1 \right] \frac{1}{\lambda^2} d\lambda \quad (2.3)$$

Kramer formülü ile verilir. Bu ifadeden görüldüğü gibi şiddet dağılımı tüp akımı ( $i$ ) ve atom numarası  $Z$  ile orantılıdır.  $K$  tüpteki  $i$  elektron akımını içeren bir sabittir. Sürekliliğin maksimum şiddeti (2.3) ifadesinin diferansiyeli ile elde edilebilir.

### 2.1.2. Karakteristik X-Işınları

Sürekli radyasyonun meydana gelmesini sağlayan elektron etkileşmelerine ilâveten karakteristik radyasyonun meydana gelmesine yol açan elektron etkileşmeleri de vardır. Karakteristik x-ışınları, atomun yörüngeleri veya enerji seviyeleri arasındaki elektron geçişleri sonucu meydana gelir. Eğer, yüksek enerjili bir parçacık (elektron, foton vs.) hedef maddesinin bağlı elektronlarından birine çarparsa ve parçacığın kinetik enerjisi elektronun bağlanma enerjisinden büyükse bu elektronun atomdan sökülmesi mümkün olacaktır. Sökülen elektron  $E-\phi$  kinetik enerjisi ile atomu terk eder. Burada  $E$  gelen parçacığın enerjisi  $\phi$  ise atomik elektronun bağlanma enerjisidir. Eğer gelen parçacık bir x-ışını fotonu ise atomdan sökülen elektrona fotoelektron, x-ışını fotonu ile elektron arasındaki etkileşmeye de fotoelektrik olay denir. Bu olay atomu kararsız bir durumda veya uyarılmış bir durumda bırakır. Uyarılmış durumdaki bir atom elektron veya boşluk geçişleriyle kararlı duruma geçer. Bu geçişlerde, bir elektronun ilk ve son durumu arasındaki enerji farkı bir x-ışını fotonu olarak yayınlanabilir. Yayınlanan tüm x-ışını fotonlarının enerjileri elektronik seviyeler arasındaki enerji farkı ile orantılı olduğundan verilen bir elementten elde edilen çizgiler o elementi karakterize ederler. Karakteristik x-ışını fotonları ile uyarılan elementin  $Z$  atom numarası arasındaki ilişki

$$\frac{1}{\lambda} = K(Z - \sigma) \quad (2.4)$$

Moseley kanunu ile verilir. Burada,  $K$  herbir spektral seri için farklı değerler alan bir sabittir.  $\sigma$  perdeleme sabiti atomdaki diğer elektronlardan dolayı meydana gelen itme için bir düzeltme katsayısı olup değeri birden küçüktür. X-ışını fotonunun dalgaboyu, diğer elektromagnetik radyasyonda olduğu gibi, enerjisi ile ters orantılıdır.



Herhangi bir yolla atomun K tabakasından bir elektron söküldüğünde, oluşan boşluk L, M, N tabakalarındaki elektronlar tarafından doldurulur. Bu boşluk L tabakasından doldurulursa meydana gelen x-ışını  $K\alpha$ , diğer üst tabakalardan doldurulursa  $K\beta$  olarak adlandırılır. Benzer şekilde L tabakasından meydana getirilen bir boşluk M, N,... tabakalarındaki elektronlar tarafından doldurulursa  $L\alpha$ ,  $L\beta$ , ... x-ışınları meydana gelir.

## 2.2. X-Işınlarının Madde ile Etkileşmeleri<sup>24</sup>

Gama ve x-ışınlarının gözlemlenmesi onların enerji spektrumlarının ve madde ile etkileşmelerinin incelenmesi ile mümkündür. Bu ışınların madde ile etkileşmelerini etkileşme alanlarına göre,

1. Atomun elektronu ile etkileşme
  2. Çekirdekle etkileşme
  3. Çekirdek ve elektronların etrafındaki elektrik alanla etkileşme
  4. Çekirdek çevresindeki mezon alanı ile etkileşme,
- olarak gruplayabiliriz.

Genelde, gama ve x-ışınlarının madde ile etkileşmelerini etkileşme tarzlarına göre soğurma ve saçılma olayları olarak iki grup altında toplayabiliriz. Gama ve x-ışınlarının soğurulması ve saçılması çeşitli olaylar sonucu gözlemlenmekle beraber, bunların içinde en ağırlıklı olanlar, fotoelektrik olay, çift oluşum, Compton saçılması ve koherent saçılmadır.

### 2.2.1. Elektromagnetik Radyasyonun Soğurulması

Elektromagnetik radyasyonun soğurulmasının temel özelliği, belli bir kalınlıktaki maddeden geçerken radyasyon şiddetinde görülen azalmadır.

Başlangıçtaki şiddeti  $I_0$  olan elektromagnetik radyasyonun bir soğurucu tabakasından geçtikten sonra şiddeti,

$$I = I_0 e^{-\mu x} \quad (2.5)$$

ile verilmektedir. Burada  $\mu$ , gelen fotonların enerjisine bağlı olan lineer soğurma katsayısı ve  $x$  maddenin lineer kalınlığıdır.

Gama ışınlarının soğurulmasında en baskın olan olaylar; fotoelektrik olay ve çift oluşumdur

### 2.2.1.a Fotoelektrik Olay

$h\nu$  enerjili bir fotonun, atomun bağlı elektronlarından biri tarafından soğurularak elektronun serbest hâle geçmesi olayına fotoelektrik olay, serbest hâle geçen elektrona da fotoelektron denildiği 2.1.2 alt bölümünde ifade edilmişti. Bu işlem sırasında foton tamamen soğurulur ve bağımlı koparan elektronun kinetik enerjisi,

$$K_e = h\nu - \phi \quad (2.6)$$

ile verilir. Burada  $\phi$  yörünge elektronunun bağlanma enerjisidir. Serbest bir elektronun fotoelektrik olaya sebep olması imkânsızdır; çünkü, bu durumda momentum korunamaz. Halbuki, bağlı elektronlar durumunda atom geri teper ve böylece momentum korunur. Fotoelektrik diferansiyel tesir kesiti,

$$\frac{d\sigma_f}{d\Omega} = 2\sqrt{2}Z^5 a^8 a^2 \left( \frac{E}{m_0 c^2} \right)^{-\frac{7}{2}} \frac{\sin^2 \theta}{\left( 1 - \frac{v_e}{c} \cos \theta \right)} \quad (2.7)$$

ifadesiyle verilmektedir. Burada,  $\alpha$  ince yapı sabiti,  $\alpha = \frac{r_e}{\lambda_c} = 5,2917706 \times 10^{-11}$  m değerindeki ilk Bohr yarıçapı,  $Z$  hedef çekirdeğin atom numarası,  $v_e$  elektronun hızıdır. Bu denkleme göre fotoelektrik diferansiyel tesir kesiti  $Z^5$  ile doğru orantılı,  $(E)^{\frac{7}{2}}$  ile ters orantılıdır.  $Z^5$  ile doğru orantılı oluşu, verilen bir foton enerjisi için fotoelektrik soğurma olayının, kurşun gibi ağır elementlerde alüminyum gibi hafif elementlere göre daha önemli olduğunu ortaya koymaktadır. Tesir kesitinin  $(E)^{\frac{7}{2}}$  ile ters orantılı oluşu da bu olayın küçük enerjilerde daha fazla meydana geldiğini ifade eder.

Sonuç olarak, fotoelektrik olay düşük enerjili fotonların ağır elementler tarafından soğurulmasında baskın olmaktadır.

### 2.2.1.b Çift Oluşum<sup>25</sup>

Bu olay için eşik enerjisi  $2m_0c^2$  dir. 1.02 MeV'den daha büyük enerjili bir foton, yüksek atom numaralı bir elementin çekirdeğinin yakınından geçerken yok olur ve bir elektron-pozitron çifti meydana gelir. Momentumun korunumu prensibi ağır bir parçacığın varlığını gerektirir. Hafif parçacıklarla da çift oluşması mümkündür. Ancak bu durumda eşik enerjisi artar.

Bu olayda soğurulan enerji, oluşan çiftin toplam enerjisine eşittir:

$$h\nu = (T_- + m_0c^2) + (T_+ + m_0c^2) + E_{nuc} \quad (2.8)$$

Burada  $h\nu$  gelen fotonun enerjisi,  $T_-$  ve  $T_+$  sırasıyla elektron ve pozitronun kinetik enerjileri,  $E_{nuc}$  çekirdeğin geri tepme enerjisi,  $m_0c^2$  ise elektronun durgun kütle enerjisidir.

Çift oluşumu, hole teorisi ile izah edilebilir. Dirac'a göre, bir serbest elektronun enerjisi  $+m_0c^2$ 'den daha büyük veya  $-m_0c^2$ 'den daha küçüktür. Bu iki limit arasında elektronların mümkün durumları yoktur. Dirac teorisine göre,  $2m_0c^2$ 'den daha büyük enerjiye sahip olan bir foton, bir elektronu negatif enerjili bir durumdan pozitif enerjili bir duruma yükseltebilir. Bu, pozitif enerji durumunda gözlenebilir bir elektronla, negatif enerji durumunda Dirac deliği denilen ve pozitif yüklü bir parçacık gibi hareket eden bir boşluk (hole) meydana getirir. Bu boşluk bir pozitrona karşılık gelmektedir. Böylece bir elektron- pozitron çifti meydana gelmiş olur. Çift oluşum tesir kesiti,

$$\sigma_p = \sigma_0 Z^2 \left[ \frac{28}{9} \ln \left( 183Z^{-\frac{1}{3}} \right) - \frac{2}{27} \right] \quad (2.9)$$

ifadesi ile verilmektedir. Burada,

$$\sigma_0 = \frac{1}{137} \left( \frac{e^2}{m_0c^2} \right)^2 = 5.796 \times 10^{-28} \text{ cm}^2$$

değerinde bir sabittir. Görüldüğü gibi çift oluşum tesir kesiti  $Z^2$  ile orantılı olarak değişmektedir<sup>26</sup>.

### 2.2.2 Elektromagnetik Radyasyonun Saçılması

Elektromagnetik radyasyonun madde ile etkileşmesi olaylarından biri olan saçılmayı, saçılan ışının enerjisine göre koherent ve inkoherent saçılma olarak iki grupta toplayabiliriz.

### 2.2.2.A Koherent Saçılma

Koherent saçılma, çoğu kez elastik veya Rayleigh saçılması olarak adlandırılır ve fotonların atomdan, enerjilerinde bir değişiklik olmadan saçılması olarak tarif edilir. Koherent saçılmada gelen fotonla saçılan fotonun dalga boyları aynıdır. Bu saçılma olayında gelen ve saçılan fotonların fazları arasında bir bağıntı vardır. Böylece atom tarafından saçılan radyasyonun toplam şiddeti, herbir elektron tarafından saçılan radyasyonun genliklerinin toplamı ile bulunur ve bu toplam kareseldir. Ayrıca koherent saçılmada, fazlar arasında bir bağıntı olduğundan saçılan dalgalar arasında girişim meydana gelebilir.

Saçılma olayını klasik elektromagnetik teoriye göre açıklayan Thomson'a göre bir foton, serbest bir elektron üzerine geldiğinde elektron ile etkileşmekte ve elektrik alan bileşeni nedeni ile elektronu ortalama bir konum etrafında titreştirmektedir. Klasik elektromagnetik teoriye göre, ivmeli harekette bulunan yüklü parçacıklar elektromagnetik dalga yayınladığından, daha sonra, bu titreşim yine foton olarak yayınlanmaktadır.

$$r_e = \frac{e^2}{m_0 c^2} = 2.818 \times 10^{-13} \text{ cm, elektronun klasik yarıçapı olmak üzere, serbest}$$

elektron durumunda elektron başına Thomson saçılma diferansiyel tesir kesiti,

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \frac{1}{2} r_e^2 (1 + \cos^2 \theta) \quad (2.10)$$

ile verilir. Burada  $\theta$  saçılma açısıdır. Toplam saçılma tesir kesiti,

$$\sigma_T = 2\pi \int_0^\pi \frac{d\Omega_T}{d\Omega} \sin \theta d\theta \quad (2.11)$$

$$\sigma_T = 2\pi \int_0^\pi \frac{1}{2} r_e^2 (1 + \cos^2 \theta) \sin \theta d\theta \quad (2.12)$$

$$\sigma_T = \frac{8\pi}{3} r_e^2 = 0.6652 \times 10^{-24} \text{ cm}^2 / \text{elektron}$$

olarak elde edilir. Görüldüğü gibi, toplam tesir kesiti radyasyonun özelliğinden bağımsız bir sabittir<sup>27</sup>. Thomson saçılması, Compton olayının düşük frekans limitidir.

Koherent saçılma olarak adlandırılan dört tip saçılma vardır. Bunlar, Rayleigh saçılması, Delbrück saçılması, nükleer rezonans saçılma ve nükleer Thomson saçılmasıdır. Bir atomdan saçılma için genlikler bu dört tip saçılmadan katkıların koherent bir toplamı gibi yazılabilir<sup>28</sup>.

$$A = A^R + A^T + A^N + A^D \quad (2.13)$$

Burada,  $A^R$  Rayleigh saçılması genliğini,  $A^T$  nükleer Thomson saçılması genliğini,  $A^N$  nükleer rezonans saçılma genliğini,  $A^D$  Delbrück saçılması genliğini temsil etmektedir.

#### 2.2.2.A.a. Rayleigh Saçılması ( Bağılı Elektrondan Rezonans Saçılma )

Bir koherent saçılma olayı olan Rayleigh saçılması, fotonların atoma sıkı bağılı elektronlar tarafından saçılmasıdır. Bu olay, gelen bir foton bağılı bir elektron üzerine düştüğünde elektronun atomdan sökülecek kadar enerji alamadığı hâllerde meydana gelir. Bu yüzden düşük foton enerjilerinde ve büyük  $Z$ 'li ağır elementlerde daha çok meydana gelmektedir.

Büyük enerjili fotonların hafif elementlerden saçılmasında Rayleigh saçılması, Compton saçılması yanında ihmal edilebilir. Bu saçılmanın tesir kesiti  $Z^2$  ile orantılıdır ve koherent saçılmanın en çok görülen çeşididir. Rayleigh saçılmasında, atom tam bir soğurucu gibi momentum değiştirir.

Rayleigh saçılması, elektronun etkileşmeden sonra orjinal pozisyonuna döndüğü saçılma olarak da tanımlanmaktadır. Bu izahta, fotonların atomik bir sistemden saçılması ikinci mertebeden bir olay olarak düşünülmektedir. Şöyleki, birinci adımda  $h\nu$  enerjili bir foton soğurulur ve atom bir  $a$  durumundan bir  $n$  durumuna uyarılır. İkinci adımda, atom  $h\nu'$  enerjili bir foton yayımlar ve uyarılmış  $n$  durumundan son  $b$  durumuna döner<sup>29</sup>.

Eğer sistemin son durumu  $b$ , başlangıçtaki durumu  $a$  ile aynı ise yayınlanan ışının frekansı, gelen ışının frekansı ile aynıdır. İşte bu olay Rayleigh saçılması olarak adlandırılır.

#### 2.2.2.A.b. Delbrück Saçılması

Bu saçılmaya elastik nükleer potansiyel saçılma adı da verilmekte olup fotonun, çekirdeğin oluşturduğu Coulomb alanından saçılmasıdır. Delbrück olayında, çekirdek çevresindeki durgun Coulomb alanında bir elektron-pozitron çifti oluşur. Atomun tamamen geri tepmesiyle bu çiftin yok olması esasen enerji ve faz bakımından, gelen fotonun aynısı olan yeni bir foton meydana getirir<sup>30</sup>. Bu olayın etkisi oldukça küçük olduğundan deney sonuçlarında çok açık olarak gözlemlenmemektedir. Delbrück saçılmasının tesir kesiti  $Z^4$  ile orantılıdır.

#### 2.2.2.A.c. Nükleer Rezonans Saçılma

Bu saçılma olayı, fotonun atomun çekirdeği ile etkileşmesi sonucu meydana gelir. Bu işlemde çekirdek, iki nükleer enerji seviyesi arasındaki farka eşit enerjiye sahip olan bir

fotonun soğurulması ile uyarılır. Bunu çekirdeğin deaksitasyonu (uyarılmış durumdan kurtulması ) takibeder. Nükleer rezonans saçılma tesir kesiti  $Z$  ile orantılıdır.

#### 2.2.2.A.d. Nükleer Thomson Saçılması

Bu saçılma, tamamen gelen fotonla çekirdek arasında vuku bulur. Klasik olarak, bir tek yük sistemi olarak düşünülebilen çekirdek, gelen dalga tarafından salındırılır. Çekirdeğin kütlesi çok büyük olduğundan bu etki çok küçüktür. Gelen fotonun dalga boyunun nükleer yarıçaptan çok büyük olması durumunda maksimum etki gözlemlenir. Nükleer Thomson saçılması diferansiyel tesir kesiti,

$$\frac{d\sigma_{NT}}{d\Omega} = \frac{Z^4 e^4}{M^2 c^4} \frac{1}{2} (1 + \cos^2 \theta) \quad (2.14)$$

ile verilmektedir<sup>31</sup>. Burada,  $M$  çekirdeğin kütlesi ve  $Ze$  çekirdeğin yüküdür.

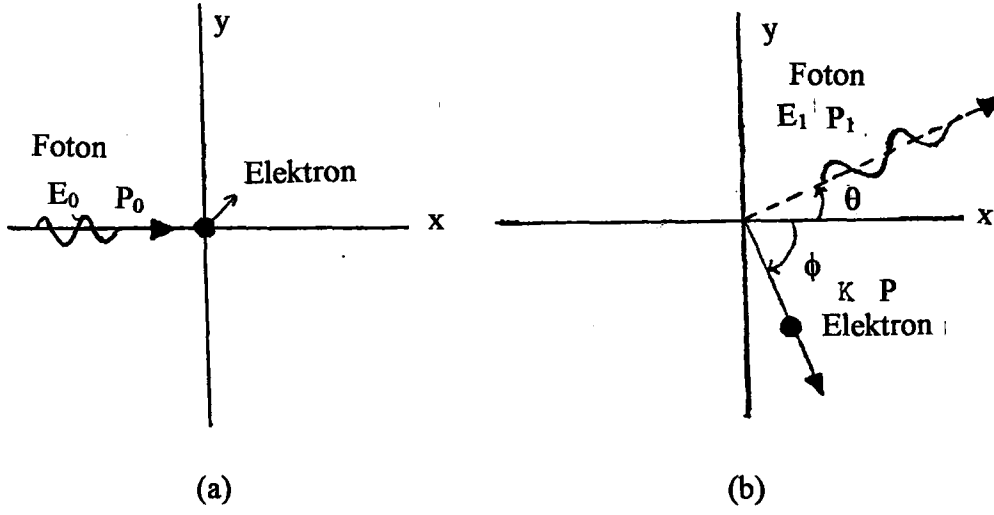
#### 2.2.2.B İnkohherent Saçılma

İnkohherent saçılmada gelen ve saçılan fotonlar arasında bir enerji farkı vardır. Yani, gelen ve saçılan fotonların dalgaboyları birbirinden farklıdır. İnkohherent saçılmada faz ilişkisi yoktur. Bu durumda atom tarafından saçılan radyasyonun toplam şiddeti, atomun her bir elektronu tarafından saçılma şiddetleri toplanarak bulunur. İnkohherent saçılmada fazlar arasında bir bağıntı olmaması sebebi ile saçılan dalgalar arasında girişim yoktur. İnkohherent saçılmayı iki grupta inceleyebiliriz.

##### 2.2.2.B.a. Compton Saçılması

Compton saçılması, fotonun enerjisi yanında atomik bağlanma enerjisinin ihmal edilebilir elektronlardan başlangıçta durgun ve serbest olan veya olduğu kabul edilebilen bir elektrondan foton saçılması olarak bilinir (Şekil 2.1).





Şekil 2.1. Compton Saçılması.

Şekil 2.1 a'da görüldüğü gibi relativistik enerjisi  $E_0$  ve momentumu  $P_0$  olan bir foton, durgun kütle enerjisi  $m_0c^2$  olan durgun bir elektron üzerine gelmektedir. Şekil 2.1 b'de foton enerjisi  $E_1$ , momentumu  $P_1$  olacak şekilde  $\theta$  açısı ile saçılırken, elektron  $K$  kinetik enerjisine ve  $P$  momentumuna sahip olarak  $\phi$  açısıyla gitmektedir. Compton, bu etkileşme olayına momentum ve toplam relativistik enerjinin korunumu kanunlarını uygulamıştır. Momentumun korunumundan,

$$P_0 = P_1 \cos \theta + P \cos \phi \quad (\text{x- bileşeni}) \quad (2.15)$$

$$0 = P_1 \sin \theta - P \sin \phi \quad (\text{y- bileşeni}) \quad (2.16)$$

ifadeleri yazılabilir. Toplam enerjinin korunumundan,

$$E_0 + m_0c^2 = E_1 + K + m_0c^2 \quad (2.17)$$

$$E_0 - E_1 = K \quad (2.18)$$

$$P = \frac{E}{c} = \frac{h\nu}{c} \quad (2.19)$$

$$cP_0 - cP \cos\theta - cP_1 = K \quad (2.20)$$

ifadeleri yazılabilir. Elektronun toplam enerjisi için

$$E^2 = p^2 c^2 + (m_0 c^2)^2 \quad (2.21)$$

ve buradan

$$(K + m_0 c^2)^2 = p^2 c^2 + (m_0 c^2)^2 \quad (2.22)$$

$$K^2 + 2K m_0 c^2 = p^2 c^2 \quad (2.23)$$

yazılabilir. (2.20) ifadesi (2.23)'de kullanılarak,

$$(P_0 - P_1)^2 + 2m_0 c(P_0 - P_1) = P_0^2 + P_1^2 - 2P_0 P_1 \cos\theta \quad (2.24)$$

$$m_0 c(P_0 - P_1) = P_0 P_1 (1 - \cos\theta) \quad (2.25)$$

ifadeleri elde edilir<sup>32</sup>.

Bu eşitlik  $h$  Planck sabiti ile çarpılıp  $p = h/\lambda$  ifadesi kullanılırsa gelen ve saçılan fotonların dalgaboyları arasındaki fark,

$$\Delta\lambda = \lambda_1 - \lambda_0 = \frac{h}{m_0 c} (1 - \cos\theta) \quad (2.26)$$

olarak bulunur. Burada,

$$\lambda_c = \frac{h}{m_0 c} = 2.43 \times 10^{-12} \text{ m}$$

Compton dalgaboyu adını alır. Görüldüğü gibi Compton saçılması sadece  $\theta$ 'ya bağlı olarak değişmektedir.

Gerekli işlemler sonucu saçılan fotonun enerjisi için,

$$E_1 = \frac{E_0}{1 + \frac{E_0}{m_0 c^2} (1 - \cos \theta)} \quad (2.27)$$

ifadesi, geri tepen elektronun kinetik enerjisi için ise,

$$K = \frac{\alpha E_0 (1 - \cos \theta)}{1 + \alpha (1 - \cos \theta)} \quad (2.28)$$

ifadesi kolayca bulunur. Burada  $\alpha = \frac{h}{m_0 c^2}$  dir.

Compton saçılmasının tesir kesiti hesaplarında, serbest ve durgun elektronlardan saçılmayı inceleyen Klein- Nishina'nın teorisi uygulanmaktadır. Elektron başına toplam Klein -Nishina tesir kesiti,

$$\sigma_{KN} = \int_{\theta=0}^{\theta=\pi} d\sigma_{KN}(\theta) \quad (2.29)$$

$$= 2\pi r_e^2 \left\{ \frac{1+k}{k^2} \left[ \frac{2(1+k)}{1+2k} - \frac{\ln(1+2k)}{k} \right] + \frac{\ln(1+2k)}{2k} - \frac{1+3k}{(1+2k)^2} \right\} \quad (2.30)$$

ifadesiyle verilmektedir. Burada,  $K = \frac{E(eV)}{511003.4}$  değerindeki foton enerjisidir.

### 2.2.2.B.b. Nükleer Saçılma

İnkoherent saçılma olarak da gözlemlenen nükleer saçılma, fotonun, atom çekirdeği ile etkileşmesi sonucu meydana gelmektedir. Bu saçılmanın inkoherent saçılmaya katkısı oldukça azdır.

### 2.2.2.B.c. Raman Saçılması

Bazı inelastik saçılmalarda gelen fotonla saçılan foton arasında bir ilişki vardır. Işığın moleküllerden bu tür saçılmasını ilk gözlemleyen Hintli fizikçi C. V. Raman 'ın ismine izafeten bu tür saçılmaya Raman saçılması denilmektedir. Bu tür saçılmada saçılan foton gelen fotondan daha az enerjiye sahip olabileceği gibi eğer uyarılmış molekül başlangıçta uyarılmış titreşim veya dönme enerji seviyesinde ise daha fazla enerjiye de sahip olabilir.

## 2.3. X-Işını Spektrometreleri<sup>33</sup>

X-ışını spektrometrelerinin temel fonksiyonu, karakteristik çizgi şiddetlerini ölçebilmek ve numuneden gelen farklı enerjili fotonlardan oluşan şuaı enerjilerine göre ayırmaktır. Bir spektrometre, çizgilerin ayrılması için yeterli rezolüsyona sahip olması gerektiği gibi, özellikle eser element analizinde istatistik bakımdan önemli ölçümler yapmak için temel sayma üzerinde yeterince büyük bir cevap sağlamalıdır. Ayrıca spektrometre, ilgilenilen dalga boyu veya enerji bölgesinde ölçüm yapabilme imkânı sağlamalıdır. Bu yüzden spektrometre seçiminde dört faktör önemlidir:

- 1- Rezolüsyon,
- 2- Cevap fonksiyonu (karakteristik pik),

- 3- Temel sayma seviyesi,
- 4- Enerji veya dalga boyu aralığı.

Bu faktörler birbirinden bağımsız değildir. Meselâ, rezolüsyonu sabit tutmak mutlak pik şiddetinin düşmesine sebep olur. Günümüzde x-ışını flöresans tekniği ile ilgili uygulamalar için birçok spektrometre geliştirilmiştir. Bunları üç kısımda incelemek faydalıdır:

#### 1- Dalgaboyu ayırmalı spektrometreler

- a) Scanning (sequential),
- b) Multichannel (simultaneous).

#### 2- Enerji ayırmalı spektrometreler

- a) Birincil uyarma (primer excitation),
- b) İkincil hedef (seconder target),
- c) İzotop uyarma (isotope excitation).

#### 3- Özel spektrometreler

- a) Total reflection spektrometreler (TRXRF),
- b) Sinkrotron kaynak spektrometreler (SSXRF),
- c) Proton uyarımlı x-ışını yayınlama spektrometreleri (PIXE).

Dalgaboyu ayırmalı sistemler (WDS) 1950'lerde, enerji ayırmalı sistemler (EDS) ise 1970'lerde ticari maksatla üretilmeye başlandı. WDS, numuneden yayınlanan karakteristik dalgaboylarını ayırmak için tek (single) kristal tarafından kırınım olayını esas alır. EDS ise, karakteristik fotonları enerjilerine göre ayırmak için dedektörün orantılılık özelliğini kullanır. Dalgaboyu ve enerji arasında basit bir ilişki ( $E=h\nu=hc/\lambda$ ) olduğundan bu tekniklerin her ikisi de aynı bilgiyi verir. Bu iki metot arasındaki başlıca farklar hassasiyetleri ile veriyi oluşturma ve sunma biçimleridir. Genellikle, dalgaboyu ayırmalı sistemler enerji ayırmalı sistemlerden 1/2 nisbetinde daha hassastırlar. Buna karşılık, enerji ayırmalı spektrometreler enerji aralığındaki tüm elementleri aynı zamanda ölçebilirken, dalgaboyu ayırmalı sistemler sadece programlanmış oldukları elementleri ölçebilirler. Başka bir deyişle, enerji ayırmalı sistemler beklenmeyen

elementleri seçmede daha kullanışlıdır. X-ışını spektrometrelerinde hassasiyet birçok element için milyonda bir (ppm) mertebesinden düşüktür.

X-ışını spektrometreleri, ölçülebilir element sayısı bakımından da farklılık arzederler. Son zamanlarda geliştirilen spektrometreler en azından flordan ( $Z=9$ ) yukarı tüm elementleri ölçebilirler. Birçok modern dalgaboyu ayırmalı spektrometrelerle karbondan ( $Z=6$ ) düşük atom numaralı elementler de incelenebilir. Birçok sistem, çok numune yerleştirme kolaylığı ile donatılmıştır. Bir mini bilgisayar ile bu sistemler otomatik hâle getirilebilmektedir. Rutin ve rutin olmayan analizler için tipik tek kanallı dalgaboyu ayırmalı spektrometreler geliştirilmiştir. Bunlar, demirli ve demirsiz alaşımlar, yağlar, atıklar ve tortular, cevher ve mineraller, ince filmler vs. gibi ürünlerin analizinde kullanılırlar. Bu sistemler çok kanallı spektrometrelere kıyasla daha yavaştır. Çok kanallı dalgaboyu ayırmalı sistemler oldukça büyük hassasiyet gerektiren rutin analizler için kullanılırlar. Enerji ayırmalı spektrometreler aynı anda çok sayıda elementlere ait bilgiyi aktarabilme gibi büyük bir avantaja sahiptirler. Bu spektrometrelerin rezolüsyonu dalgaboyu ayırmalı spektrometrelere kıyasla biraz düşüktür. Ancak, numunede mevcudiyeti bilinen elementler kadar mevcudiyeti bilinmeyen elementleri de ölçme kabiliyeti ve genel arıza problemleri enerji ayırmalı spektrometreleri ideal kılar. Bunlar özellikle hurda alaşım ayırma alanı, adli bilimler vs. alanlarda etkin bir şekilde kullanılırlar.

Bu üç özel sistemin ortak özelliği, çok yüksek hasasiyete ve aşırı düşük konsantrasyonlu veya çok küçük boyutlu ve miktarlı numuneler ile çalışma imkânlarına sahip olmalarıdır. TRXRF sisteminde primer x-ışını fotonları hemen hemen tamamen ince numune içerisinde soğurulur ve mevcut numune tutucudan saçılmadan dolayı yüksek bir temel sayma meydana gelir. Son yıllarda yüksek şiddette sinkrotron radyasyon şuasının gelişmesi x-ışını flöresans analizinde ilginç sonuçların elde edilmesine sebep oldu. Meselâ klasik enerji ayırmalı spektrometrelerin önemli bir dezavantajının üstesinden gelindi ve mükemmel bir dedeksiyon limiti elde edildi.

PIXE sistemler enerji ayırmalı sistemlerden farklıdır. Bu sistemlerde foton kaynağı yerine proton kaynağı kullanılır. Proton kaynağı tipik bir Van de Graf üretici veya siklotronudur. Proton enerjisi 2 ile 3 MeV enerji aralığındadır. Foton kaynağına göre daha şiddetli bir kaynak olmasına ilâveten foton uyarımlı sistemlere göre çok daha düşük bir temel sayma oluşturur. Buna ilâveten, karakteristik x-ışınlarının meydana gelme tesir kesiti çok daha büyük ve uyarma verimi oldukça iyidir. X-ışını spektrometre sisteminde problemlerden biri, düşük atom numarasına gidildikçe mutlak hassasiyetin (yani yüzde analit elementi başına saniyede ölçülen sayımın) önemli derecede azalmasıdır. Bunun üç sebebi vardır:

- 1- Atom numarası azaldıkça floresans veriminin azalması,
- 2- Bir Bremsstrahlung (frenleme radyasyonu) kaynağından, faydalı uzun dalgaboylu x-ışını fotonlarının mutlak sayısının artan dalgaboyu ile azalması,
- 3- Genellikle analit çizgisinin dalgaboyunun artmasıyla soğurma etkisinin artması.

Bu problemlerden ilk ikisi, x-ışını uyarma işlemine ve klasik x-ışını tüplerinin yapısına bağlıdır. Bununla beraber üçüncü faktör sistemin yapısına ve özellikle dedektör karakteristiklerine sıkı sıkıya bağlıdır. Uzun dalgaboyu için geliştirilmiş spektrometrelerde kullanılan dedektörler gazlı dedektörlerdir. Bu dedektörlerde aşırı ince yapı ve yüksek geçirgen bir pencere geliştirilmiştir. Enerji ayırmalı sistemlerde kullanılan dedektörler bir Si(Li) veya Ge(Li) diyot olup ön yüzünde yaklaşık 0.02  $\mu\text{m}$  kalınlığında altın kontak bulunmaktadır. Bunu 0.1  $\mu\text{m}$  kalınlığında silikon germanyum ölü tabaka takip eder. Bu iki tabaka düşük enerjili x-ışını fotonlarını önemli derecede soğurma etkisine sahiptir. Si(Li) veya Ge(Li) dedektörlerde soğurma kaybının en büyük kaynağı dedektör kristalini koruyucu olan ince berilyum penceredir. Bu etkilerin tümü, enerji ayırmalı sistemlerin hassasiyetinde, sülfür ( $Z=16$ ) ve sodyum ( $Z=11$ ) elementlerinin K çizgilerinin büyüklüğü mertebesinde, bir kayba sebep olabilir. Zamanımıza kadar enerji ayırmalı sistemlerle sayılabilir en düşük atom numaralı element magnezyumdur ( $Z=12$ ). Yeni geliştirilmiş olan ultra-ince pencereli dedektörlerle (meselâ KeveX Corp. 1987 a,b) oksijene ( $Z=8$ ) kadar elementler ölçülebilmektedir.

Dalgaboyu ayırımı sistemlerde ise en düşük atom numarası sınırı florudur ( $Z=9$ ) ve özel kristallerin kullanılması ile bu berilyuma ( $Z=4$ ) kadar genişletilebilir.

Bir spektrometrenin rezolüsyonu, onun çizgileri ayırma kabiliyeti olarak tanımlanır. Düz kristal dalgaboyu ayırımı sistemler de rezolüsyon, analiz edici kristalin açılma dağılımına ve kolimatör diverjansına bağlıdır. Enerji ayırımı sistemlerde rezolüsyon dedektöre ve dedektör amplifikatörüne bağlıdır. Genellikle, dalgaboyu ayırımı sistemlerde rezolüsyon 10-100 eV aralığında iken enerji ayırımı sistemlerde 150-200 eV aralığındadır. Dalgaboyu ayırımı sistemlerin bir avantajı, bunlarda rezolüsyon ve şiddet ölçümlerinin çok daha kontrollü olmasıdır.

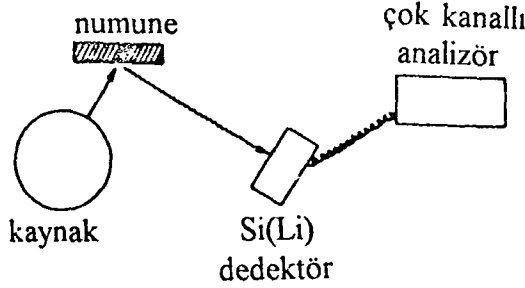
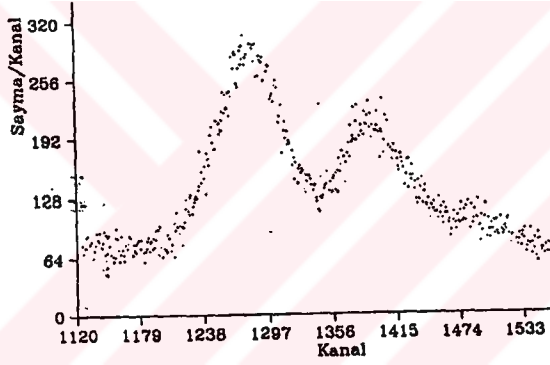
### 2.3.1. Enerji Ayırımı Spektrometreler

Enerji ayırımı spektrometreler, uyarıcı kaynak, sayaç ve sayma sistemlerinden oluşurlar. Bunlarda sayaçlar, tipik olarak, Si(Li) veya Ge(Li)'dir. Nadiren bazı diğer sayaçlar da kullanılmaktadır. Veriyi oluşturmak, pulsları birbirinden ayırmak ve belirlemek için çok kanallı analizör kullanılır. Enerji ayırımı sistemin rezolüsyonu yaklaşık olarak dedektörün rezolüsyonuna eşittir ve bu yüzden bu sistemlerde dedektör seçimi çok daha önemlidir. Bir enerji ayırımı spektrometrenin çıkışı genellikle bir katot ışını tüpü ekranında sergilenir ve operatör (spektroskopist) bir enerji spektrumunda değişik kanalların muhtevasını gösterebilir ve spektrumları üstüste bindirebilir, spektrumu genişletebilir, logaritmik veya lineer skalada (düşey eksen) spektrumu görebilir; sayma çıkarması ve buna benzer birçok operasyonu spektrum üzerinde yapabilir. Genellikle bu spektrometreler bir mini bilgisayarla donatılmışlardır. Spektral soyuma (stripping), pik belirlenmesi, kantitatif analiz ve diğer faydalı işlemler bu bilgisayar ile kolayca yapılabilir.

Yüksek enerjili spektrumların ölçülmesinde, çok yüksek soğurma gücüne sahip olmasından dolayı, Si(Li) dedektörden ziyade Ge(Li) dedektörler kullanılmaktadır. Ayrıca CdTe ve HgI<sub>2</sub> de oda sıcaklığında dedektör özelliği gösterir.



Enerji ayırmalı sistemler, dalgaboyu ayırmalı sistemlere nazaran iki önemli avantaja sahiptir. İlk avantajı numuneden emisyon spektrumunu aynı zamanda oluşturması ve göstermesidir. Ayrıca verinin oluşması ve gösteriminde hızlıdır. İkinci avantajı ise mekanik olarak kullanım kolaylığıdır. Ön amplifikatörden gelen sinyal küçük ve sinyal-gürültü oranı düşüktür. Bu nedenle hem gelen pulsu, analiz yapabileceği 0-10 V aralığına yükseltmek hem de sinyal gürültü oranının çok düşük olduğu aşırı düşük ve aşırı yüksek frekansları filtrelemek için spektroskopik amplifikatör kullanılır. Çok kanallı analizörün girişinde bulunan analog dijital dönüştürücü (ADC) her bir amplifikatör çıkış pulsunun yüksekliğini ölçerek, bu genliği bir tam sayıyla temsil eder. Dedekte edilen her bir yükseklikteki puls kadar sayı, puls yükseklik spektrumu şekline göre analizör hafızasında biriktirilerek bir ekrana aktarılır (CRT).



Şekil 2.2 Enerji ayırmalı x-ışını spektrometresi.

### 2.3.2. Dalgaboyu Ayırmalı Spektrometreler

Dalgaboyu ayırmalı spektrometre bir kristal ve bir dedektörden meydana gelen tek kanallı analizör olarak kullanılabilirdiği gibi birçok kristal ve dedektörden meydana

gelen çok kanallı spektrometre olarak da kullanılabilir. Bu durumda elementler eş-zamanlı olarak ölçülebilir. Böyle tipik bir spektrometre sistemi, bir x-ışını tüpü, bir numune tutucu bir primer kolimatör bir kristal ve ardışık dedektörlerden oluşabilir. Numuneden gelen karakteristik flöresans radyasyonun bir kısmı bir kolimatör veya yarık vasıtasıyla kristal üzerine yöneltilir ve farklı dalgalı boylarındaki radyasyon Bragg kanununa uygun bir şekilde kırınımına uğrayarak dedektöre ulaşır.

Kristal ve dedektör arasındaki  $\theta - 2\theta$  ilişkisini korumak için bir gonyometre kullanılır. Tipik olarak bu tip spektrometrelerde 6 farklı kristal ve iki farklı kolimatör kullanılır. Bir dalgalı boyu ayırmalı spektrometrede maksimum elde edilebilir açı genellikle  $\sim 73^\circ$  olduğundan  $d$  aralıklı bir kristal tarafından kırınımına uğrayabilen maksimum dalgalı boyu yaklaşık olarak  $1,9d$ 'ye eşittir. Kristal spektrometrenin ayırma gücü kristalin dispersiyonuna ve kolimatörün diverjansına bağlıdır. Bir kristalin açısal dispersiyonu

$$\frac{d\theta}{d\lambda} = \frac{n}{(2d \cos \theta)} \quad (2.31)$$

ile verilir. Denklemden görüldüğü gibi  $d$  ne kadar küçükse açısal dispersiyon o kadar büyük olacaktır. Bu amaçla birçok kristal geliştirilmiştir. Ancak çoğu uygulama için genellikle üç veya dört kristal yeterlidir. Genelde spektrometrelerin maksimum dalgalı boyu uzunluğu yaklaşık  $20 \text{ \AA}$ 'dur. Son gelişmeler bu dalgalı boyu aralığının önemli derecede gelişmesini sağlamıştır. Uzun dalgalı boyu bölgesinde ( $\geq 8 \text{ \AA}$ ) kristal seçimi kolay olmadığından bu bölgede çalışmak zordur. En yaygın kristal TAP (thallium-acid-phathlate) ( $2d = 26.3 \text{ \AA}$ ) kristalidir. Böyle bir kristalle Mg, Na, F ve O elementlerinin K çizgilerini ölçmek mümkündür. Dalgalı boyu ayırmalı spektrometrelerin çıktısı analog veya dijital olabilir. Kalitatif çalışmalar için analog çıktı kullanılır. Dedektör amplifikatöründen alınan dijital çıktı "hız ölçer" (ratemeter) olarak isimlendirilen bir d/a dönüştürücüyle beslenir.

### 3. X-IŞINI SPEKTROMETRESİYLE KALINLIK TAYİNİ

#### 3.1. X-Işını Şiddet Oranı Ölçümleri ile Metal Kalınlıklarının Tayini<sup>34</sup>

Metal tabakalar üzerinde biriktirilen bir filmin kalınlığını hesaplamak için de temel parametrelere dayandırılan bir matematiksel metot kullanılabilir. Böyle bir metotta, filminden geçen alttabaka çizgi şiddetlerinden en az birinin azalması ölçülür. Bir titanyum alttabakası üzerinde bir nikel filmi dikkate alarak bir alttabaka çizgisinin floresans şiddeti aşağıdaki gibi ifade edilebilir.

$$I_{xj}^{Ti} = K_{xj} F_{xj} \varepsilon_{xj} I_0^*(\lambda_i) \mu_{Ti}^{(\lambda_i)} \frac{\exp - [\mu_{Ni}^{(\lambda_i)} \text{cosec} \phi_1 + \mu_{Ni}^{(\lambda_{xj})} \text{cosec} \phi_2] \rho x}{\mu_{Ti}^{(\lambda_i)} \text{cosec} \phi_1 + \mu_{Ti}^{(\lambda_{xj})} \text{cosec} \phi_2} \quad (3.1)$$

Burada,

$K_{xj}$  : Atomik özellikler, dedektör ve numunenin geometrik düzeltmesi için sabit faktör,

$F_{xj} = \frac{I_{xj}}{\sum I_{xj}}$  olarak tanımlanan bir seride belirli elektron geçiş ihtimaliyeti, burada

$xj = \alpha_1, \alpha_2, \beta_1, \beta_2, \text{ vs.}$

$I_0^*(\lambda_i)$  :  $\lambda_i$  dalgaboyuyla gelen şuanın şiddeti,

$\mu_{Ti}^{(\lambda_i)}$  :  $\lambda_i$  dalgaboyu için titanyumun kütle azaltma katsayısı,

$\mu_{Ni}^{(\lambda_i)}$  :  $\lambda_i$  dalgaboyu için nikelin kütle azaltma katsayısı,

$\mu_{Ni}^{(\lambda_{xj})}$  :  $\lambda_{xj}$  dalgaboyu için nikelin kütle azaltma katsayısı,

$\varepsilon_{xj}$  :  $\lambda_{xj}$  dalgaboyu için dedektör verimi,

$\rho$  : Biriktirilen maddenin yoğunluğu,

$\phi_1$  : Numune yüzeyi ile kaynaktan yayımlanan şua arasındaki açı,

$\phi_2$  : Ölçülen radyasyonun çıkma açısı,

$x$  : Filmin kalınlığıdır.

(3.1) denkleminin her iki yanının logaritması alınırsa,

$$\ln I_{xj}^{Ti} = \ln K'_{xj} - \left( \mu_{Ni}^{(\lambda_i)} \operatorname{cosec} \phi_1 + \mu_{Ni}^{(\lambda_{xj})} \operatorname{cosec} \phi_2 \right) \rho x \quad (3.2)$$

$$K'_{xj} = \frac{K_{xj} F_{xj} \varepsilon_{xj} I_0^*(\lambda_i) \mu_{Ti}^{(\lambda_i)}}{\mu_{Ti}^{(\lambda_i)} \operatorname{cosec} \phi_1 + \mu_{Ti}^{(\lambda_{xj})} \operatorname{cosec} \phi_2}$$

olur. Dikkat edilmelidir ki, (3.1) denklemini bir x-ışını polikromatik kaynağa uydurulabilir. Bu durumda  $\lambda_i$  değeri, etkin veya eşdeğer dalgaboyu ( $\lambda_{es}$ ) yerine konulabilir. Alttabaka saf bir elementten oluştuğu için bu mümkündür. (3.1) denkleminde, titanyumun  $K\alpha$  ve  $K\beta$  çizgileriyle ilgili şiddet oranı için

$$\frac{I_{K\alpha}^{Ti}}{I_{K\beta}^{Ti}} = k \exp \left[ \mu_{Ni}^{(\lambda_{K\beta})} \operatorname{cosec} \phi_2 - \mu_{Ni}^{(\lambda_{K\alpha})} \operatorname{cosec} \phi_2 \right] \rho x \quad (3.3)$$

elde edilir. Burada,

$$k = \frac{I_{K\alpha} \varepsilon_{K\alpha}}{I_{K\beta} \varepsilon_{K\beta}} \left[ \frac{\mu_{Ti}^{(\lambda_i)} \operatorname{cosec} \phi_1 + \mu_{Ti}^{(\lambda_{K\beta})} \operatorname{cosec} \phi_2}{\mu_{Ti}^{(\lambda_i)} \operatorname{cosec} \phi_1 + \mu_{Ti}^{(\lambda_{K\alpha})} \operatorname{cosec} \phi_2} \right]$$

dır. (3.3) bağıntısının her iki tarafının logaritması alınarak

$$\ln \left( \frac{I_{K\alpha}^{Ti}}{I_{K\beta}^{Ti}} \right) = \ln k + \left[ \mu_{Ni}^{(\lambda_{K\beta})} - \mu_{Ni}^{(\lambda_{K\alpha})} \right] \operatorname{cosec} \phi_2 \rho x \quad (3.4)$$

bulunur. (3.4) denklemini  $\ln \left( \frac{I_{K\alpha}^{Ti}}{I_{K\beta}^{Ti}} \right)$  ile  $\rho x$  arasındaki lineer ilişkiyi ifade eder. Bu ifadede

eğer eğim ve kesişme noktası önceden bilirse, herhangi bir numune için  $\rho x$  kütle kalınlıkları ve dolayısıyla  $x$  kalınlığı bulunabilir. Eğim ve kesişme noktası ya deneysel

bir şekilde  $x$ 'e karşı  $\ln \left( \frac{I_{K\alpha}^{Ti}}{I_{K\beta}^{Ti}} \right)$  grafiğinden veri noktalarına doğru denklemini fit edilerek,

ya da kütle soğurma katsayısı için yapılan tablo verileri kullanılarak elde edilebilir. Uyarma polikromatik şuya bağlı olduğu zaman uygun olan  $\lambda_{ef}$  değeri bir matematiksel işlemle hesaplanabilir. Bu metotta, titanyum alttabaka üzerindeki ikincil nikel flöresansı ihmal edilebilir. Bu tahmin, aşağıdaki durum hesaba katılarak yapılabilir.  $x_i$  alt tabaka çizgisinden flöresans x-ışınlarının toplam şiddeti birincil ( $I_p^{x_i}$ ) ve ikincil ( $I_s^{x_i}$ ) katkının toplamı olarak ifade edilebilir:

$$I_T^{x_i} = x_p^{x_i} \left( 1 + \frac{I_s^{x_i}}{I_p^{x_i}} \right) \quad (3.5)$$

Bir benzer ifade, aynı  $x$  kabuğunda iyonlaştırmayla üretilen  $x_j$  çizgisi için yazılabilir.

Sonunda  $x_i$  ve  $x_j$  çizgileri için denklemlerin oranı

$$\frac{I_T^{x_i}}{I_T^{x_j}} = \frac{I_p^{x_i} \left( 1 + \frac{I_s^{x_i}}{I_p^{x_i}} \right)}{I_p^{x_j} \left( 1 + \frac{I_s^{x_j}}{I_p^{x_j}} \right)} \quad (3.6)$$

olur. Eğer  $x_i$  ve  $x_j$  çizgilerinin azalması aynı olursa denklem (3.6)'da pay ve paydadaki parantez içindeki terimlerin oranı 1'e yaklaşır. Bu, şiddet oranını hesaplamak için seçilen çizgilerin enerjileri aynı olduğunda yapılır.

### 3.2. Saçılma Piklerinden Etkin Numune Kalınlığının Ölçülmesi<sup>35</sup>

Homojen bir numuneden koherent ve inkoherent saçılan foton şiddetleri

$$N_c = I_0 G t_c S_c (\rho D) \quad (3.7)$$

$$N_I = I_0 G t_I S_I (\rho D) \quad (3.8)$$

bağıntıları ile verilir. Burada,

$N_c, N_I$  : Numune taşıyıcıdan gelen katkılar çıkarıldıktan sonra koherent ve inkoherent saçılan fotonların sayısı,

$G$  : Dedeksiyon verimini içeren geometri faktörü,

$S_c, S_I$  : Koherent ve inkoherent saçılma faktörleri ( $\text{cm}^2 \text{g}^{-1}$ ),

$\rho D$  : Numune kalınlığı ( $\text{g cm}^{-2}$ ),

$t_c, t_I$  : Koherent ve inkoherent saçılan radyasyon için soğurma düzeltmesi faktörleridir.

$$t_c = \frac{1 - e^{-\chi_c(\rho D)}}{\chi_c(\rho D)} \quad (3.9)$$

$$t_I = \frac{1 - e^{-\chi_I(\rho D)}}{\chi_I(\rho D)} \quad (3.10)$$

Numune düzlemi ile gelen uyarıcı radyasyon ve karakteristik şua arasındaki açının  $45^\circ$  olması halinde

$$\chi_c = 2\sqrt{2}\mu_c$$

$$\chi_I = \sqrt{2}(\mu_I + \mu_c)$$

olup burada,

$\mu_c$  : Koherent saçılan foton için toplam kütle soğurma katsayısı ( $\text{cm}^2 \text{g}^{-1}$ ),

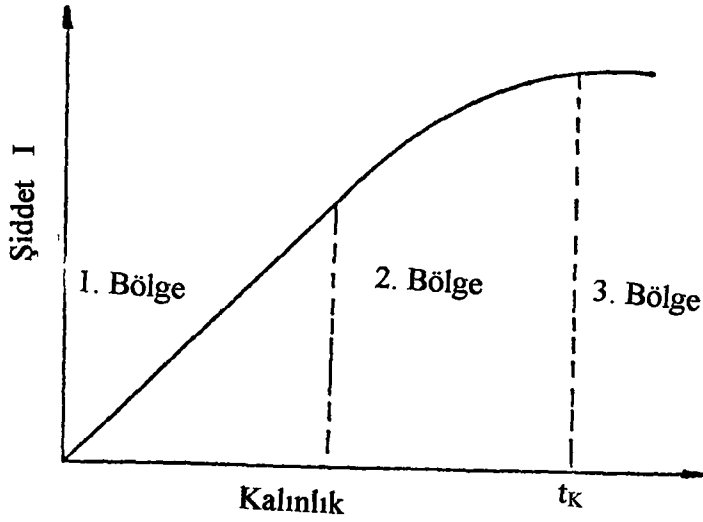
$\mu_I$  : İnkoherent saçılan foton için toplam kütle soğurma katsayısıdır ( $\text{cm}^2 \text{g}^{-1}$ ).

$\mu_c$  ve  $\mu_I$  değerleri J. H. Hubbell ve S. Seltzer<sup>36</sup> tarafından verilen tablodan interpolasyonla bulunabilir.  $S_c$  ve  $S_I$  saçılma faktörleri koherent ve inkoherent saçılma için saçılma açısına, uyarma-dedeksiyon geometrisine, atomik form faktörüne ve inkoherent saçılma fonksiyonuna bağlıdır. Aynı zamanda, x-ışını enerjisine ve numune elementlerinin atom numarasına da bağlıdır.

### 3.3. Flöresans Şiddetin Numune Kalınlığı ile Değişimi

Matris etkilerinden dolayı numuneden yayınlanan karakteristik x-ışınlarının şiddetlerinde azalma veya artma olmaktadır. Bu etkiler, gelen uyarıcı radyasyonun ve yayınlanan karakteristik x-ışınının numune içerisinde alacağı yolun çok kısa olması ve bu kalınlıkta aşırı derecede soğurulamaması yüzünden ince film şeklindeki numunelerde minimuma iner ve hatta pratik olarak ortadan kalkabilir. Böylece bir numunedeki herbir atomun gelen uyarıcı radyasyonu soğurması ve x-ışını yayılması diğer atomlardan önemli ölçüde bağımsızdır. İnce film şeklindeki numunelerde şiddetin kalınlıkla orantılı olduğu bilinmektedir. Bu orantılılık birden fazla element ihtiva eden filmlerin analizi için matris etkilerinden arınmış bir metot ve bilinen bileşime sahip ince film numunelerden kalınlık ölçümü üzerine bir metot için temel teşkil eder. Şekil (3.1)'de görüldüğü gibi ince film şeklindeki numunelerde şiddet kalınlıkla lineer olarak artarken, orta kalınlıkta film şeklindeki numunelerde şiddet artan kalınlıkla aynı hızla artmamaktadır. Çünkü kalınlık arttıkça hem primer fotonlar için hem de sekonder x-ışınları için azaltma etkisi numune kalınlığı ile artmaktadır. Bu sebeple numune yüzeyinden daha derinlere inildikçe primer foton şiddeti zayıflayacak ve derin bölgelerde az sayıda sekonder fotonlar üretebileceklerdir. Bu bölgelerde üretilen sekonder x-ışınlarının enerjileri primer fotonlarıkinden daha küçük olduğundan bunların yüzeye çıkma ihtimali daha da küçük olacaktır.

Böylece artan kalınlıkla sekonder x-ışınlarının şiddeti artmaya (giderek azalan bir hızla) devam edecektir. Şekilde görüldüğü üzere sekonder ışınların yüzeye çıkamadığı numune kalınlığı sonsuz veya kritik kalınlık olarak bilinmektedir. Kritik kalınlıktan sonraki bölgelerde oluşturulacak sekonder x-ışınları yüzeye ulaşamadıkları için numune kalınlığının  $t_k$ 'nin ötesinde artmasının şiddete önemli bir katkısı olmayacaktır. Kritik kalınlık incelenen sekonder x-ışınları enerjisine ve numunenin muhtevasına bağlı olarak farklı numuneler ve analitler için farklı olacaktır.



Şekil 3.1. Kalınlığa karşı şiddet değişimi.

### 3.4. Tek Katlı ve Çok Katlı İnce Filmlerin Kantitatif X-Işını Analizleri<sup>37</sup>

X ışını flöresans metoduyla tek tabakalı ve çok tabakalı ince filmlerin elemental kompozisyon ve kalınlık tayini tanımlanabilir. Temel parametre metodu kullanılarak karmaşık tek katlı, iki katlı ve üç katlı ince filmlerin analizi, bir numunede iç element ve iç tabaka soğurma ve şiddetlendirmenin uygun bir şekilde tayin edilebileceği gösterilebilir.

İnce filmlerin özellikleri, elektronik, magnetik, optik ve diğer yüksek teknolojik öneme sahip maddelerin üretilmesi, geliştirilmesi ve araştırılması için önemlidir.

Elemental kompozisyon, ya yüksek enerjili x-ışını fotonları ya da elektronlarla uyarılan karakteristik x-ışını radyasyonlarından biri kullanılarak tayin edilebilir. Elektron mikro probe metodu (EMP) küçük alanları örnek olarak denerken, x-ışını flöresans metodu



(XRF) büyük alanlar üzerine ortalama bilgi verir. XRF metodu nispeten kolay ve ucuz bir metottur. 1950'lerin başından beri katı maddelerin analizleri için geniş bir şekilde kullanılır. Kantitatif elemental analizlerde matristeki bütün elementlerin soğurma ve şiddetlendirme düzeltmesi yapılır. İki genel metot (deneysel katsayı metodu ve temel parametre metodu) matris düzeltmesi yapmak için geliştirilmiştir. Deneysel katsayı metodu XRF şiddet ve konsantrasyon denklemleri kullanılır. Birinci metotta katsayılar deneysel olarak kalibrasyon standartlarından tayin edilebilir. Temel parametre metodunda ise, XRF'nin basit denklemlerinden doğrudan konsantrasyon tayin edilir. Bu metot, doğruluğu artırarak, analizi büyük ölçüde kolaylaştırarak bileşik ya da saf elementlerin kullanımına müsaade eder. İnce filmlerin XRF analizleri, şiddet kompozisyon ve kalınlık arasındaki bağımlılık nedeniyle nispeten karmaşıktır. Deneysel katsayı metodu, aynı kalınlıklı standartlardan tek tabakalı ince filmin kalınlığını tayin etmek için kullanılabilir. Bilinmeyen numune olarak aynı kompozisyon ya da kalınlığa sahip güvenilir ince film standartları elde etmek bazen imkansız ve zor olduğu için XRF ince film analizlerine deneysel katsayı metodunun uygulaması genellikle sınırlıdır. Temel parametre metodu (TPM), katı ya da ince film standardı olarak minimum sayıda saf element ya da bileşik gerektirdiği için, TPM bu tür analizler için uygundur.

### **3.5. Yeni Background Çıkarma Metodunu Kullanarak X-Işını Flöresans Tekniği İle İnce Filmlerin Kalınlıklarının Hızlı Ve Doğru Analizi**

İnce metal filmlerin kalınlıklarını ölçmek için basit aletler tanımlanır. Yeni background çıkarma metodu, x-ışını flöresans tekniğine dayanır. Bu metot film kalınlık ölçümleri ve düşük ortalama atom numaralı alt tabakaların kalınlıklarının ölçümüne imkân sağlar.

Metal filmlerin kalınlık ve kompozisyonları, hem fiziksel araştırmalarda hem de teknolojik uygulamalarda önemli parametreler olup bunların iyi bir şekilde belirlenmesi

amacıyla bir takım ölçüm metotları geliştirilmiştir. Bunların içinde XRF spektrometri eş zamanlı dedeksiyonu ile geniş bir kalınlık aralığı üzerinde tek ve çok katlı filmlerin analizine müsaade eden ve kullanımı kolay ve tahribatsız analitik bir metottur. XRF ölçümlerinde basitleştirilmiş enstrümental dizaynı ve ucuz donatımlı bir x-ışını spektrometresi Cirone et al.<sup>38</sup> tarafından deneysel araştırmalarda kullanıldı. Bu sistem farklı elementlerin x-ışını piklerinin tam olarak ayırımına müsaade etmek şartıyla, tek veya çok katlı metal filmlerin kalınlıklarını tayin eden hızlı ve doğru bir metottur.

Background (temel sayma) değerlendirmesi, bir elementin tipik x-ışını pikinde temel sayımlar başlıca matris ve havadaki Bremsstrahlung ve Compton etkilerine bağlıdır. Aynı zamanda elektronik ve dedektör gürültüsünden gelen bazı katkılar da vardır. Temel sayımların asıl Compton penceresindeki sayımlarla orantılı olduğu teorik ve deneysel tartışmaların temelidir. Yüksek ve orta atom numaralı atomların çeşitli foton etkileşme modları, düşük atom numaralıları ile mukayese edildiğinde, metal filmdeki inelastik etkileşmelerin ihmal edilebilirliği açıktır.

### 3.6. Radyasyon İle Ölçüm Sistemleri (Radiogauging)<sup>39</sup>

Radyasyon ile ölçme sistemleri (radiogauging), kalınlık, yoğunluk, seviye ve nem ölçümleri gibi problemlerin radyoaktif ışınlar yardımı ile duyarlı bir şekilde çözümlenmesine yarayan cihazlardır. Bu tür özelliklerin ölçümü alışılmış metotlarla her zaman için mümkün olmayabilir. Dolayısıyla, radyasyon ile ölçme sistemlerini kullanmak bazen tek çözüm olmaktadır. Bu sistemlerin daha ucuz, portatif, duyarlı ve güvenilir olmaları da önemlerini artıran başka bir faktördür. Bu sistemlerin uygulama alanları, ölçülen özellikler ve kullanılan teknikler Tablo 1'de özetlenmiştir. Radyasyon ile ölçüm sistemlerinin yapımında üç ana özelliğin çok iyi tanımlanması gerekir. Bunlar; sistemin fonksiyonu, yani hangi tür ölçüm için kullanılacağı, tasarım prensibi, yani geçirgenlik ve geri saçılma prensiplerinden hangisinin kullanılacağı ve radyasyonun kaynak türüdür.

Tablo 1 Radyasyon ile ölçüm sistemlerinin bazı uygulamaları

| <u>Ölçülen Özellik</u>  | <u>Kullanılan Teknikler</u>            | <u>Uygulama Alanları</u>   |
|-------------------------|--|--|
| Kalınlık                | $\alpha$ -geçirgenlik                  | Sigara Kağıdı  |
|                         | $\beta$ -geçirgenlik                   | Kağıt, plastik, hafif metaller   |
|                         | x-ışını geçirgenlik                    | İnce metal levhalar  |
|                         | $\gamma$ -ışını                        | Ağır metal, Çelik döküm  |
|                         | $\beta$ -geri saçılma                  | Kağıt  |
|                         | $\gamma$ -geri saçılma                 | Boru, tank, işlem kaplarının cidarları                                     |
|                         | Kaplama Kalınlığı                      | $\beta$ -geçirgenlik   |
| $\beta$ -geri saçılma   |  | Çelik üzerinde Zn, fotoğraf kağıdı kaplaması, v.b.,                        |
| $\gamma$ - geri saçılma |  | Kömür sondaj aletlerinin kontrolü için madendeki kömür kalınlığı           |
| x-ışını flöresansı      |  | Demir ve bakır üzerinde Sn ve Zn kalınlığı                                 |
| Yoğunluk                | $\alpha$ -geçirgenlik                  | Gazlar   |
|                         | $\beta$ -geçirgenlik                   | Sigaralar; tank ve borularda gaz ve sıvı akışkanlar; buhar su oranı, v.b., |
|                         | $\gamma$ -geçirgenlik                  | Büyük tank ve borularda katı ve sıvı akışkanlar                            |
|                         | $\gamma$ - geri saçılma                | Toprak; Maden sondaj deliğinde veya üstünde cevher ölçümü                  |
| Seviye                  | $\beta$ -geçirgenlik                   | Sıvı (yaygın olarak kullanılmaz)   |
|                         | $\gamma$ -geçirgenlik                  | Sıvı, toz ve kaplardaki katı malzeme                                       |
|                         | $\gamma$ - geri saçılma                | Tanklarda bulunan sıvı   |
| Nem                     | $(n, n_{\text{Isl}})$ ve $(n, \gamma)$ | Toprak, kömür, sinter karışımı deterjanlar v.b.,                           |

### 3.6.1 Radyasyon İle Ölçüm Sistemlerinin Tasarımı ve Optimizasyonu

Çoğu zaman, herhangi bir özelliğin ölçümü için çeşitli sistemlerin seçimi söz konusu olur. Bu durumda ideal seçim, ölçme sisteminin duyarlılığı ve güvenilirliği ile birlikte kullanılacak radyoizotopun ne olacağı, sistemin maliyeti, ölçüm kolaylığı ve radyasyonun güvenilirliği konuları da gözönüne alınarak yapılmalıdır. Bu tür faktörler, genelde pratik yaklaşımlarla çözülür.

Alfa parçacıklarının malzeme içindeki ulaşım uzaklıkları çok küçük olduğundan ancak birkaç santimetre kalınlığındaki gazların özelliklerinin ölçülmesinde kullanılır. Beta parçacıkları ve elektronların uygulama alanı ise birkaç milimetre kalınlığındaki sıvı veya katı malzemelerdir. Gama ışınları ve nötronlar ise birkaç santimetre kalınlığa sahip sıvı veya katı malzemeler için kullanılırlar.

Radyasyon ile ölçüm sistemlerinin tasarımı ve optimizasyonu ile ilgili bir çok basit ve kolay metot geliştirilmiştir. Bu tür pratik yaklaşımların, teknolojinin ilerlemesi ve uygulamaların yaygınlaşması ile daha da etkili duruma geleceği kabul edilmelidir.

### 3.6.2 Radyasyon Kaynağı Seçimi

Radyoizotop seçimine etki eden faktörler arasında bulunabilirliği, fiyatı, yarı ömrü ve yayınladığı radyasyon enerjisi sayılabilir. Radyasyon ile ölçüm sisteminde beta, gama veya x-ışınlarının maddeden geçmesi prensibi aynıdır. Dolayısıyla, burada en doğru sonucu verecek ideal soğurma katsayısının bulunmasında fayda vardır. Önceden de bahsedildiği gibi, maddeden geçen radyasyon şiddeti üstel olarak azalır.

### 3.6.3 Ölçüm Sisteminin Seçimi

Radyasyon ile ölçüm sistemlerinin uygulamasında en önemli iki özellik cihazın kararlılığı ve sağlamlığıdır. Yüksek çözünüme gücü, enerjiye bağımlılığı ve fiyatı da cihaz seçiminde önemli rol oynayan diğer faktörlerdir.

Ticari olarak en çok kullanılan radyasyon dedektörleri, iyonizasyon odaları ve G.M. dedektörleridir. Her iki dedektörün de iki önemli eksiği vardır. Bunlar, spektrometrik çalışmalarda kullanılmazlar ve gama veya x-ışını ölçümlerinde verimli değildirler. Spektrometride gerektiğinde orantılı sayaçlar, NaI(Tl) kristalli veya başka bir sintilasyon dedektörü veya yarı iletken dedektörler kullanılmalıdır. Alfa veya beta parçacıklarının sayımında yarı iletken dedektörlerin bazı avantajları vardır. Bu dedektörler eğer ince bir Li tabakası ile kaplanırsa ısıl (termal) nötron sayımında da kullanılabilirler.

Alfa parçacıklarıyla ticari ölçüm sistemlerini daha iyi tanımlayabilmek için yangın alarm sistemlerinin çalışma prensibi incelenebilir. Bu sistemler genel olarak ortasına zayıf bir alfa radyasyonu kaynağı yerleştirilmiş iyonizasyon odası ihtiva ederler. İyonizasyon odası, yangın uyarısının yapılması istenen yere konur ve elektrik devresi ile alarma bağlanılır. Duman olduğu zaman, iyonizasyon alanına gelen duman molekülleri elektrotlara ulaşmadan önce iyonize olarak nötral atomla birleşir, böylece iyonizasyon akımında meydana gelen azalma elektrik devresinin kapanmasına neden olur.

Beta parçacıkları ile ölçüm sistemlerinin çok geniş uygulaması vardır. Beta parçacıkları ile ölçüm sistemleri ticari olarak en fazla kağıt, plastik ve ince metal kalınlığı ölçümleriyle, sigara yoğunluğunun bulunması ve ince kaplama kalınlıklarının tespiti için kullanılmaktadır. Beta parçacıklarının madde içinden geçerken gösterdikleri özellikler alfa parçacıklarına benzemektedir, ancak beta parçacıkları daha fazla iyonizasyon ile esnek ve esnek olmayan saçılma yaparlar. Bilindiği gibi beta parçacıkları sıfır ile kendilerine özgü enerji arasında sürekli spektrum verirler.

Beta parçacığı ile yoğunluk ölçümleri beta kaynağı ile dedektör arasına sabit kalınlıktaki malzemenin yerleştirilmesi ile gerçekleştirilir.

Yoğunluk ölçümlerinin sürekli olarak beta radyasyonu ile kontrol edildiği en yaygın uygulama olarak sigara üretimi gösterilebilir. Beta radyasyonu ile yoğunluk ölçüm sistemlerinde sabit tutulması gereken özellikler arasında malzeme kalınlığı, malzeme bileşimi, malzemenin konumu, kaynak dedektör uzaklığı ve kaynak şiddetindeki değişim sayılabilir. Malzeme kalınlığı, malzemenin konumu ve kaynak dedektör uzaklığı genelde sabit tutulabilir. Malzeme bileşimi ise önemli bir sorundur.

Beta parçacıklarının madde ile esnek saçılma yapma prensibinden yararlanarak  $200 \text{ mg/cm}^2$  ye varan kaplama kalınlıkları ölçülebilir. Beta geri saçılma prensibinde en önemli sorun, kolimasyonun çok iyi yapılamaması ve dolayısıyla saçılmamış parçacıkların ölçülememesidir. Bu sistemde  $180^\circ$  ile geri saçılan beta parçacıkları ölçülebilir. Böyle bir sistemde geri saçılma miktarı malzeme kalınlığının artması ile artar ve doyma kalınlığında sabit bir değere ulaşır.

Elektromagnetik radyasyon ile kalınlık, yoğunluk ve seviye ölçümleri çok yaygındır. Geçirgenlik prensibi ile kalınlığı ölçülecek malzeme kaynak ile dedektör arasına yerleştirilir. Eğer tek enerjili radyasyon kaynağı kullanılıyorsa üstel geçirgenlik bağıntısı geçerlidir.

$$I = I_0 e^{-\mu x} \quad (3.11)$$

Burada

$I$  = Kaynak ile dedektör arasında bulunan ve yoğunluk kalınlığı  $x$  olan malzemedan geçen radyasyon şiddeti.

$I_0$  = Malzeme olmadan elde edilen radyasyonun şiddeti.

$\mu$  = Kütle soğurma katsayısıdır.

Elektromagnetik radyasyondan yararlanarak çok yaygın olarak kullanılan tekniklerden birisi de seviye ölçümüdür. Bir çok kimya, metalurji, tekstil v.b., endüstri dallarında

elektromagnetik radyasyonla seviye ölçüm metotları yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Özellikle oranların önemli rol oynadığı büyük reaksiyon kazanlarında radyasyonla seviye ölçmenin önemi artmıştır.

Yine geçirgenlik prensibi ile yoğunluk ölçümleri endüstride seviye ölçümü kadar önem kazanmıştır. Örnek olarak sıvı atıklarda katı miktarı yüzdesinin, kapalı borulardan geçen sıvıların kütle akım hızlarının ve iki bileşenli sıvı sistemlerinde bileşen oranlarının ölçümü verilebilir. Gama ışını geçirgenlik prensibi ile yoğunluk ölçümlerinde malzeme kalınlığının sabit olması gerekmektedir.

### 3.7. Sonsuz (Kritik) Kalınlık<sup>40</sup>

Şekil 3.1 kalınlığın fonksiyonu olarak bir ince filmde ölçülen spektral çizgi şiddetini göstermektedir. Bu eğri üç bölgeye ayrılır. Oldukça ince filmler için gelen primer ve çıkan sekonder radyasyonun azalması oldukça küçüktür. Bu bölgede eğri lineerdir ve şiddet basit bir şekilde kalınlıkla orantılıdır. Orta kalın filmler için hem primer hem de sekonder x-ışınlarının azalması derinlikte artar. Primer şuanın daha uzun dalgaboylu bileşenleri tercihen soğurular. Böylece şua daha derine girer. Şua zayıflar ve daha kısa etkili dalgaboyuna sahip olur. Çıkan sekonder x-ışınları kalınlıkla şiddeti artırmaya devam eder. Sonsuz (kritik) kalınlıkta  $t_{\infty}$  ya da  $t_c$ , sekonder x-ışınları yüzeye çıkamayacağı derinlikte uyarılırlar. Kalınlığı dahada artırdığımızda şiddette bir artış olmaz.

İnce numunelerin başlıca avantajları

- 1- Eğer varsa parçacık büyüklüğü etkilerinin çıkarılması veya azalması,
- 2- Düşük ve düz temel sayma ( background) yani geniş dalgaboyu bölgesi üzerinde düşük ve sabit temel saymaya sahip olmalarıdır.

Bazı numuneler ince film şeklinde hazırlanır. Bu buharlaştırılmış filmleri, kaplamaları, paslanmış tabakaları ve arınmış (süblime) birikimleri içerir. Soğurma şiddetlendirme



etkilerini azaltmak için katı numuneler vakum buharlaştırma, silindirden geçirme, dövmek, etching ya da oldukça toz halinde övütme gibi işlemlerle ince filmlere dönüştürülebilir. Metaller düz bakır yada başka elektrolit üzerine elektroliz yapılabilir. Oldukça ince filmlerin şiddetleri çok düşüktür. Kalın numunelerde soğurma şiddetlendirme etkileri görülmeye başlar. Sonsuz kalınlıktan daha az kalınlığa sahip numuneler için kalınlık arttıkça soğurma etkileri yayınlanan analitin saçılan primer x-ışınlarından daha hızlı bir şekilde artar. Böylece sonsuz kalınlığa yaklaştıkça hassasiyet azalır.

### 3.8. Film ve Kaplamaların Kalınlık Ölçümü<sup>41</sup>

X-ışını spektrometresi, kaplama ve filmlerin kompozisyonu ile kütle kalınlığı hakkında iki tip bilgi sağlar. Kalınlık bu niceliklerden dolaylı olarak türetilir. X-ışını spektrometrik ince film çalışmaları başka tür bilgiler de sağlar. Örneğin Spielberg ve Abowitz<sup>42</sup>, özdeş şartlar altında çeşitli metallerinin vakum buharlaştırmasının berilyum, cam ve quartz alttabaka üzerinde farklı miktarlarda biriktirildiğini bildirdiler.

Bir alttabaka üzerinde kaplama ve film kalınlığının x-ışını spektrometrik tayini aşağıdaki gibi 4 kategoriye sınıflandırılabilir.

#### 1- Alttabaka Şiddetinin Azalması Metodu (The Substrate- Line Attenuation Method)

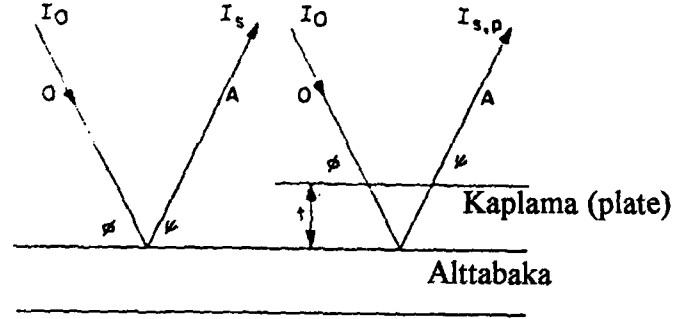
Şekil 3.2a'da gösterilen alttabaka şiddetinin azalması metodu kaplamayı geçen bir alttabaka çizgisinin azalmasının ölçümünü esas alır.

$$\log_e \left( I_s / I_{s,p} \right) = (\mu / \rho) \rho t \quad (3.12)$$

ile verilir.  $\rho$  filmin yoğunluğudur ( $\text{g/cm}^3$ ). Kalınlığa karşı  $I_s / I_{s,p}$  ya da  $I_{s,p}$  'nin çizimi bilinen kalınlıklı standartlardan hazırlanabilir. Çıkma açısı azaldığı ve bu nedenle tabakadaki yol uzunluğu arttığı için soğurma metodu çok ince tabakaların



kalınlıklarına daha da hassastır. Bununla birlikte, yüzeyin yapısı düşük açılarda ciddi hatalar üretebilir.



Şekil 3.2a

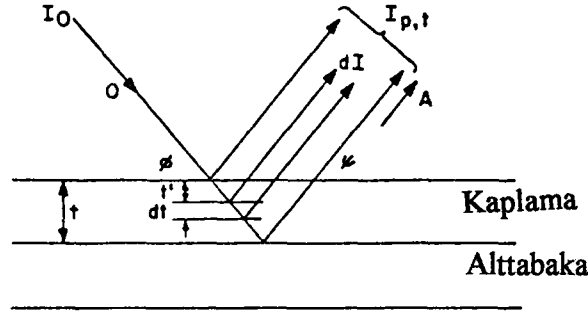
## 2-Üsttabaka (Kaplama ) Çizgisinin Emisyon Metodu

Kaplama (plate) elementi alttabakada bulunmayan sistemler için üsttabakanın emisyon metodu Şekil 3.2b'de verilmiş olup üsttabaka (kaplamanın) çizgisinin şiddetinin ölçümünü esas alır. .

$$\log_e \left[ 1 - \left( I_{p,t} / I_{p,\infty} \right) \right] = -(\mu / \rho) \rho t \quad (3.13)$$

ile verilir. Kalınlığa karşı  $I_{p,t}$  ya da  $1 - (I_{p,t} / I_{p,\infty})$  çizimi standarttan hazırlanabilir.

Cameron ve Rhodes<sup>43</sup>, primer ve analit çizgisinin x-ışınları için kaplamanın kütle soğurma vasıtasıyla tayin edilebilen maksimum kalınlığı tanımladılar.



Şekil 3.2b

Alttabakada, üsttabaka elementi bulunan sistemler için üsttabakanın emisyon metodu Şekil 3.2c'de gösterilmektedir. Şayet  $I_T$  üsttabaka elementinin (kaplamanın) ölçülen toplam şiddeti ise,

$$I_T = I_{p,s} + I_{p,t} \quad (3.14)$$

olup burada

$$I_{p,s} = I_{p,s0} \exp[-(\mu/\rho)\rho t] \quad (3.15)$$

(3.15)

$$I_{p,t} = I_{p,\infty} - I_{p,\infty} \exp[-(\mu/\rho)\rho t] \quad (3.16)$$

olduğundan

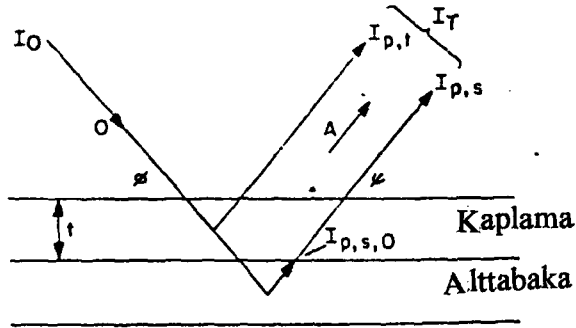
$$I_T = I_{p,s0} \exp[-(\mu/\rho)\rho t] + I_{p,\infty} - I_{p,\infty} \exp[-(\mu/\rho)\rho t] \quad (3.17)$$

$$I_T - I_{p,\infty} = (I_{p,s0} - I_{p,\infty}) \exp[-(\mu/\rho)\rho t] \quad (3.18)$$

$$\log_e \frac{I_T - I_{p,\infty}}{I_{p,s0} - I_{p,\infty}} = -(\mu/\rho)\rho t \quad (3.19)$$

elde edilir. Kalınlığa karşı  $(I_T - I_{p,\infty})/(I_{p,s0} - I_{p,\infty})$ 'un çizimi standartlardan hazırlanabilir.

Tabaka kalınlığının tayini için bir çok oran metotları kullanılmıştır. Kalibrasyon kavisleri ya da matematiksel ilişkiler, standartlardan oluşturulur.



Şekil 3.2c

### 3- Transmisyon – Soğurma Metodu

Şayet alttabaka, x-ışınlarına karşı şeffaf ise bu metot kullanılabilir. Numune, kristal ve dedektör arasına yerleştirilir ve kristal tarafından saptırılan monokromatik şua numuneden geçirilir. Transmisyon şiddeti

$$I = I_0 \exp[-(\mu/\rho)\rho t] \quad (3.20)$$

ile verilir. Burada  $\mu/\rho$  monokromatik dalgaboyu için filmin soğurma katsayısıdır ( $\text{cm}^2/\text{g}$ ).  $I_0$  ise kaplama yokken alttabakanın transmisyon şiddetidir.  $\rho$  filmin yoğunluğudur. Monokromatik dalgaboyu primer şuadan ya da düşük Z'li bir hedeften saçılan primer x-ışınlarından ya da uygun elementli ikincil emisyon spektrumundan oluşturulabilir.

### 3- Değişken Çıkma Açısı Metodu

Bu metot Ebel<sup>44</sup> tarafından geliştirildi. Kalınlık standartları olmaksızın tek elementli ya da çok elementli filmlerin kalınlıklarının tayini için kullanılmaktadır.

Şayet kaplama, s alttabakası üzerine A, B, C elementlerinin bir alaşımından oluşuyorsa, alttabaka elementinin şiddeti ölçülür ve tabaka kalınlığına karşı  $(\sum I_i)_p / I_s$  ya da  $(I_A + I_B + I_C + \dots) / I_s$  oranı kullanılır. Bu fonksiyon kalınlık aralığı üzerine lineerdir. Bu metot, ardışık atom numaralı elementlerden oluşan alaşım kaplamalar için faydalıdır. Alttabaka soğurmasının ve üst tabaka yayınlaması metotlarının nispi etkisi büyük ölçüde sisteme bağlıdır.

Çok ince tabakalar için, şayet alttabaka kısa dalgaboylu çizgiye ve kaplama düşük soğurmaya sahip olursa, emisyon metodu tercih edilir. Şayet alttabaka uzun dalgaboylu çizgiye ve kaplama yüksek soğurmaya sahip olursa soğurma metodu tercih edilebilir.

Genelde, nispeten uzun dalgaboylu üst tabaka ya da alt tabaka çizgileri, ince düşük Z'li tabakalar için tercih edilir. Kısa dalgaboylu çizgiler kalın ve yüksek Z'li tabakalar için tercih edilebilir.

### 3.9 Dedeksiyon Limiti

Bir kaynaktaki radyoaktif kirliliklerin hesaplanması veya eser element analizleri gibi bir çok uygulamada ilgilenilen radyasyon için dedeksiyon limitini tanımlamak önemlidir. Minimum dedekte edilebilir miktar, dedekte edilebilirliğin alt sınırı LLD, minimum dedekte edilebilir emisyon hızı veya dedeksiyon limitindeki konsantrasyon  $C_{DL}$  olarak bilinmekte olan bu limit, numune konsantrasyonuna, radyasyon enerjisine, kaynak dedektör mesafesine, dedektör verimine, temel saymaya ve sayma zamanına bağlıdır. Yaygın olarak kabul edilen dedeksiyon limiti tanımı şudur: Belli bir sayma zamanı için temel saymanın karekökünün 3 katına eşit net çizgi sayımını veren analit miktarıdır. Buradaki miktar sonsuz kalın numuneler için konsantrasyon ( %mg/ml ), daha ince numuneler için yoğunluk ( $mg/cm^2$ ) veya aşırı ince numuneler için kütle ( $\mu g$ )

manasında kullanılmaktadır. Yukarıdaki tanım gereği dedeksiyon limiti  $3\sqrt{N_B}$  şeklinde ifade edilir. Burada  $N_B$  temel saymayı göstermektedir.

### 3.10 Korelasyon Teorisi

İki veya daha fazla değişken arasındaki ilişkinin fonksiyonel olarak ifade edilmesi bazen yeterli olmayabilir. Bu değişkenler arasındaki ilişkinin derecesini de bilmek isteyebiliriz. Korelasyon katsayısı, regresyon modeli ile bulunan tahmini  $\hat{Y}$  değerlerinin gerçek değerlere uygunluğunu ölçmede kullanılır. Korelasyon katsayısı, -1 ile 1 arasında değişir. Korelasyon katsayısının -1 çıkması iki değişken arasında ters yönlü tam bir ilişkinin olduğunu ifade eder. Katsayının 1 çıkması ise doğru yönlü tam bir ilişkinin olduğunu ifade eder. Katsayının -1'e doğru yaklaşması, değişkenler arasında ters yönlü kuvvetli bir ilişkiyi gösterirken; 1'e yaklaşması, değişkenler arasında doğru yönlü kuvvetli bir ilişkiyi ifade eder.

Sınırlı sayıda veri üzerinden hesaplanan korelasyon katsayısı bir istatistiktir ve  $r$  ile gösterilir. Korelasyon katsayısı için genel formül,

$$r = \pm \sqrt{\frac{\sum (\hat{Y} - \bar{Y})^2}{\sum (Y - \bar{Y})^2}}$$

şeklindedir. Korelasyon katsayısının işareti, regresyon doğru veya eğrisine ait eğim katsayısının işaretidir. Kök içerisindeki kesrin paydası genel kareler toplamıdır. Kesrin payı ise sebebi bilinen değişim olarak adlandırılır. Yani genel kareler toplamı içerisinde regresyonla belirlenebilen kısmı ifade eder. Buna göre kök içerisindeki kısım toplam değişimin yüzde kaçının, regresyonla belirlenebileceğini gösterir. Bu nispete, determinasyon katsayısı adı verilir. Bu nisbetin, mesela %90 çıkması halinde toplam değişimin %90'ı regresyonla, yani bağımsız değişken veya değişkenler tarafından belirlenmiştir. % 10'u ise ya tesadüfen meydana gelmiş veya dikkate alınmayan başka

değişkenlerce belirlenmiştir. Determinasyon katsayısı,  $r^2$  ile gösterilir. Korelasyon katsayısının karesi determinasyon katsayısını verir. Buna göre, yukardaki eşitliğin karesi alındığında determinasyon katsayısı için

$$r^2 = \frac{\sum(\hat{y} - \bar{y})^2}{\sum(y - \bar{y})^2}$$

ifadesi elde edilir.

Korelasyon problemlerinde, genellikle, X ve Y arasında lineer bir ilişki olduğu farzedilir. Genel korelasyon katsayısı formülünden hareketle lineer korelasyon katsayısı

$$r = \frac{\sum xy}{\sqrt{(\sum x^2)(\sum y^2)}}$$

formülü ile tesbit edilir. Bu formülde

$$\sum xy = \sum XY - \frac{(\sum X)(\sum Y)}{n}, \quad \sum x^2 = \sum X^2 - \frac{(\sum X)^2}{n}, \quad \sum y^2 = \sum Y^2 - \frac{(\sum Y)^2}{n}$$

şeklinde elde edilir. Bütün bu değerler n ile çarpılırsa sonuç değişmez ve lineer korelasyon katsayısı

$$r = \frac{n\sum XY - (\sum X)(\sum Y)}{\sqrt{[n\sum X^2 - (\sum X)^2][n\sum Y^2 - (\sum Y)^2]}}$$

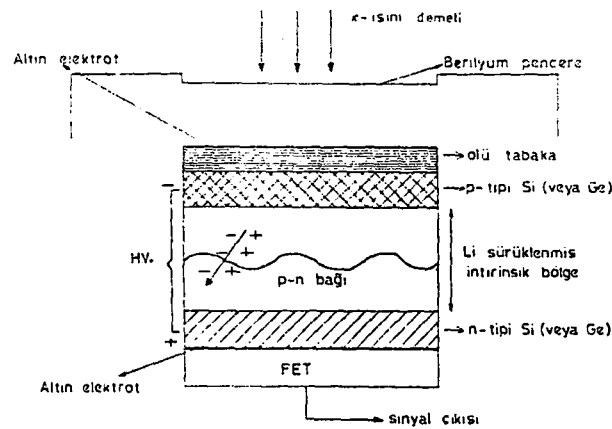
formülü ile kolayca hesaplanabilir.

## 4. DENEY SİSTEMİ VE NUMUNELERİN HAZIRLANMASI

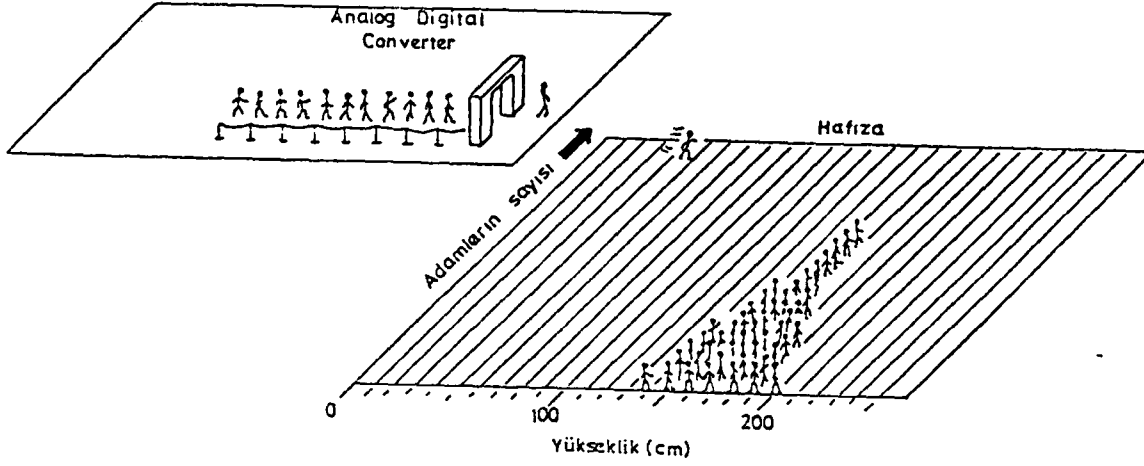
### 4.1. Yarıiletken Dedektörler ve Sayma Sistemi

Lityum katkılı yarıiletken sayaç, bir silikon veya germanyum kristalinden ibarettir. Yarıiletken kristal pozitif (p-tipi) ve negatif (n-tipi) bölgeler ile bunların arasında yer alan bir intrinsik (i-tipi veya aktif) bölgeden ibarettir. Yani, bu sayaçlar p-i-n tipi bir diyotturlar. İntirinsik bölge, dikkatli olarak ve kontrollü şartlar altında p-tipi silikon veya germanyum içerisine lityum sürüklenmesi ile meydana gelir. Sayaç yüzeyinin üzerindeki ince p-tipi tabaka aktif değildir. Aktif olmayan bu tabakaya ölü tabaka adı verilir.

Sayaçın iki önemli özelliği kristalin kalınlığı ve alanıdır. Geometrik verimliliği, yani katı açısı, sayaçın alanı arttıkça artar. Elektrotlar, lityum katkılı silikon yüzeyine buharlaştırılmış yaklaşık 200 Å kalınlığında altın filmlerdir. Sayaç takriben yirmi beş mikron kalınlığında bir berilyum pencere tarafından yüzey kirlenmesinden, çok ince numune tozlarından korunmuş ve boşluk içerisine alınması temin edilmiştir. Sayaç, en iyi ayırma gücünü temin etmek ve gürültüsünü azalmak için normal şartlarda sıcaklığı -196 °C olan sıvı azot içinde tutulmaktadır. Lityum oda sıcaklığında çok yüksek difüzyon hızına sahip olduğundan, iyi bir ayırma gücü için Si(Li) ve Ge(Li) sayaçlar daima düşük sıcaklıklarda çalıştırılmalıdır. Bir katihal sayaç Şekil 4.1'de şematik olarak gösterilmiştir.



Şekil 4.1. Bir yarıiletken dedektörün şematik olarak gösterilmesi.



Şekil 4.2. Çok kanallı puls yükseklik analizöründe puls yüksekliği kıyaslama fonksiyonunun bir örnekle gösterilmesi.

Şekilde görüldüğü gibi intirinsik bölgeye girebilen iyonlaştırıcı parçacık veya foton, bu bölgede elektron ve boşluklar meydana getirir. Sayaca 300-1000 V'luk bir ters besleme potansiyeli uygulandığında meydana gelen elektrik alanı, sayaca giren radyasyonun ortaya çıkarttığı bu elektron boşluk serbest yüklerini süpürür. Elektronlar n-tipi bölgeye, boşluklar ise p-tipi bölgeye sürüklenirler.

Dedektörün aktif bölgesine bunun algılayabileceği enerjide bir foton gelsin. Bu foton silikon ve germanyum atomu tarafından fotoelektrik soğurmaya maruz kalır ve enerjisini fotoelektrona aktarır. Fotoelektron, yolu boyunca ve enerjisi bitinceye kadar elektron-boşluk çifti meydana getirerek sayaç içerisinde hareket eder. Si(Li) sayacında her bir iyon çifti hasıletmek için fotoelektrondan yaklaşık 3,8 eV harcanırken Ge(Li) sayacında yaklaşık 2,9 eV harcanır. Fotoelektronun enerjisi, foton enerjisinden elektronun bağlanma enerjisi kadar eksiktir. Bununla beraber, germanyumun karakteristik x-ışınlarının enerjilerinin sayaç içerisinde tekrar fotoelektrik olay yolu ile harcandığı düşünülürse, elektrik alanı tarafından toplanan Q yükünün sayaca giren karakteristik x-ışınının  $E_x$  enerjisi ile orantılı olduğu anlaşılır. Yani,

$$Q = \left( \frac{E_x}{2.9} \right) 1.6 \times 10^{-19} \text{ Coul.}$$



yazılabilir. Katıhal sayaçlarında, sayaç içi bir yükseltme olmadığından alçak gürültülü ve yüksek kazançlı ön yükselticilere ihtiyaç vardır. Sayacın gürültü seviyesi, sayaç sıvı azot sıcaklığında tutularak azaltılmaktadır. Sayacın yüksek kazançlı olması için FET (field-effect-transistor) kullanılmaktadır. FET akım pulsunu büyütürken potansiyel pulsuna dönüştürmektedir. Ön yükselticiden gelen potansiyel pulsarı lineer yükselticide lineer olarak büyütüldükten sonra ADC'ye (analog digital converter) gönderilir. ADC'de analog işlemleri yapılan bu pulsar çok kanallı analizöre (MCA) gönderilirler ve orada enerjilerine karşılık gelen kanallarda sayılırlar. Bu sayımlar sonucu, sayacın ayırma gücüyle ilgili olarak aynı enerjili karakteristik x-ışını fotonları bir pik oluştururlar. Bu tür pikler bir araya geldiğinde, enerjiye karşı şiddetin çizdiği desenler; yani spektrumlar oluşur. Bu olay temsili olarak Şekil 4.2'de görülmektedir.

## 4.2. Numunelerin Hazırlanması

Bu çalışmada dört tip numune kullanılmıştır. Bunlardan birincisi bakır levha üzerine Sn, Ni, In, Au, Ag'nin buharlaştırılması ile elde edilen çeşitli kalınlıktaki levha numuneler, ikincisi mylar film üzerine Sn, Ni, In, Au, Ag'nin buharlaştırılması ile elde edilen çeşitli kalınlıktaki ince film numuneler, üçüncüsü Au, Ag, Cu levha numuneler, dördüncüsü ise aynı boyda, çeşitli kalınlıktaki Cu kablo numunelerdir.

### 1) Bakır levha üzerindeki kaplama kalınlıklarının tayini:

Bakır levha üzerine kaplamada Sn, Ni, In, Au, Ag, elementleri kullanıldı. Bu elementlerin ve Cu levhanın saflığı % 99 dur. Kaplama maddeleri buharlaştırma yapılmadan önce çok küçük kesilip seyreltilmiş HCl ile ultrasonik temizleyicide temizlendi. ~0.01000 g olarak tartıldı. Bakır külçe silindirden geçirilip ince levhalar haline getirildi. İnce bakır levhalardan 8 mm çapında, dairesel numuneler kesildi. Bu bakır levhalarda seyreltilmiş HCl ile ultrasonik temizleyicide temizlendi. Kaplamadan önce ve sonra numuneler tartıldı ve ağırlık farkı kaplama maddesinin kütle kalınlıklarının hesaplanmasında kullanıldı. Şiddet ölçümleri alındı. 10 farklı kalınlıkta numune için şiddet ölçümleri alınıp kalınlıklar hesaplandı. Bu ölçümlerde Şekil 4.3'deki geometri kullanıldı.

## 2) Mylar Film Üzerindeki Kaplamanın Kalınlığı

Sn, Ni, In, Au, Ag elementleri küçük parçalar halinde kesilip temizlendikten sonra 8 mm çapında dairesel numune hazırlanması için bir maske yapıldı. Böylece buharlaştırma yapıldığında maske yardımı ile mylar film üzerinde 8 mm'lik dairesel bir alan kaplanarak ince film numune hazırlanmış oldu. Mylar film buharlaştırma yapmadan önce ve sonra tartıldı. Bu numunenin XRF ölçümleri alındıktan sonra tekrar buharlaştırma yapıldı, tartıldı. Bu işlemler 10 kez tekrarlandı. Dolayısıyla bu 5 elementten 10 farklı kalınlıkta 50 ince film numune hazırlanıp bu numunelerin şiddet ölçümleri alındı. Bu ölçümler Şekil 4.4'te gösterilen transmisyon geometrisinde yapıldı.

## 3) Levhaların Kalınlıkları:

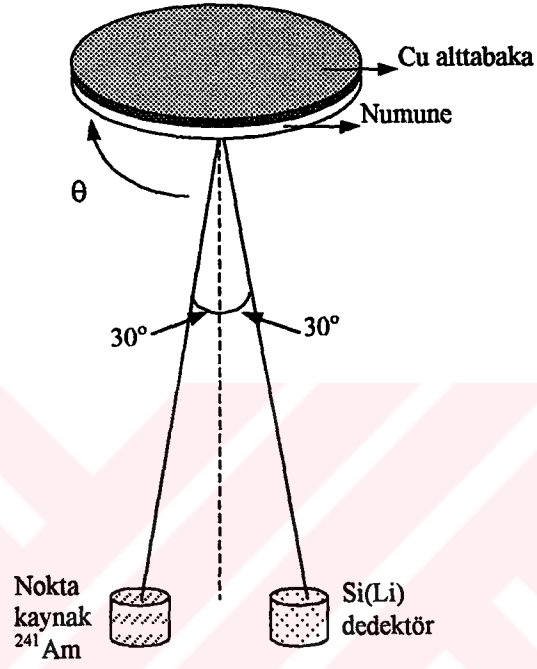
Bunun için %99 saflıktaki Au, Ag ve Cu silindirden geçirilerek 10 farklı kalınlıkta levha elde edildi. Bu levhalar 8 mm çapında dairesel olarak kesilip, temizlenip tartıldı. Sonra XRF ölçümleri alınıp kalınlıkları hesaplandı. Bunlarla ilgili ölçüler Şekil 4.4'teki transmisyon geometrisinde alındı.

## 4) Çeşitli Kalınlıklardaki Kabloların Kalınlıkların Tayini:

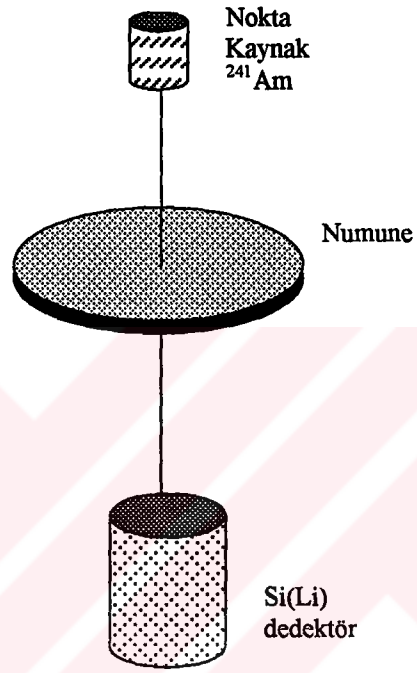
Bunun için piyasada bulunan çeşitli kalınlıktaki levhalar aynı boyda kesildi. Bu numunelerin her iki kenarı aynı kalınlıkta ve aynı boyda inceltildi. Bu işlem kaynak karşısına konulan numunelerin aynı pozisyonda olması için yapıldı. Cu'nun saflığı % 99.99'dur. Bu numunelerle ilgili ölçümler de Şekil 4.4'teki transmisyon geometrisinde yapılmıştır.

## 4.3. Deney Geometrileri

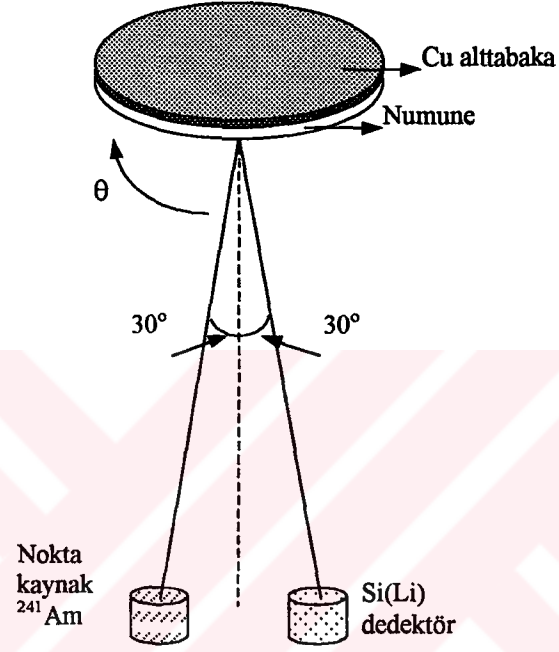
Cu levha üzerine Sn, Ni, In, Au, Ag'nin buharlaştırılması ile elde edilen numuneler için ölçümler Şekil 4.3'de verilen geometride, levha, ince film ve kablo şeklindeki numuneler için ölçümler Şekil 4.4'de verilen geometride ve uygun geometrinin tayini için ölçümler ise Şekil 4.5.a -c 'de verilen geometride alınmıştır. Farklı geliş ve çıkış açılarında uyarma etkileri ve yayınlamalar farklı olduğundan, uygun deney geometrilerinin izahı tezin 4.4 alt bölümünde yapıldığı üzere bir seri deneysel çalışma sonucunda belirlenmişlerdir.



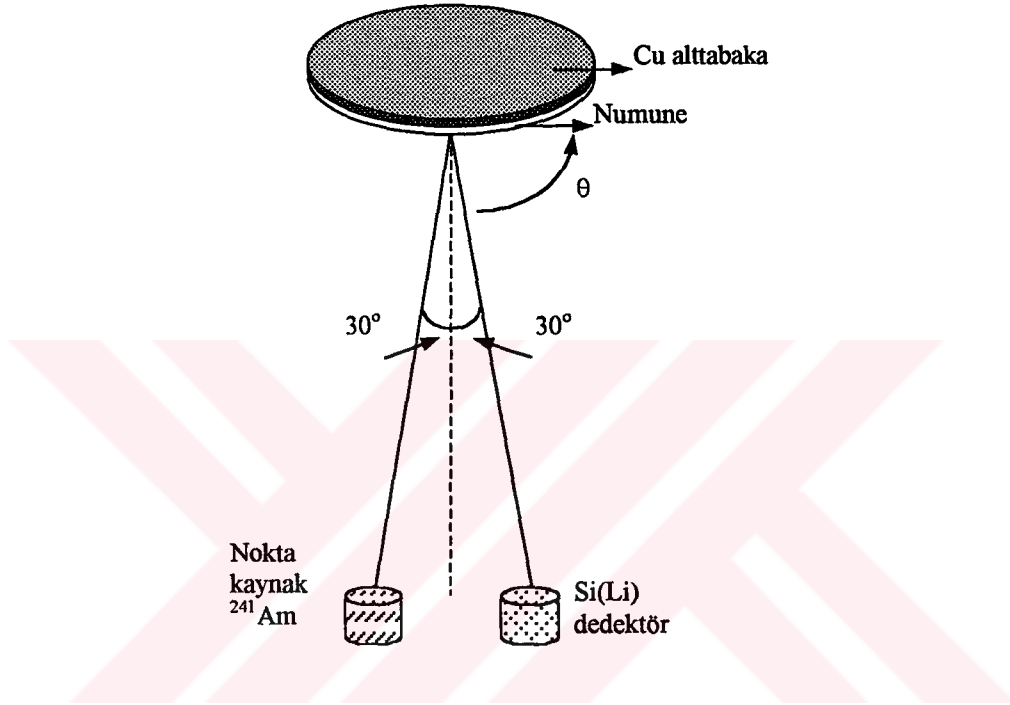
Şekil 4.3 Cu levha üzerinde kaplama yapılan Sn, Ni, In, Au, Ag 'nin kalınlığının Am-241 kaynağı ile ölçülmesi için deney geometrisi.



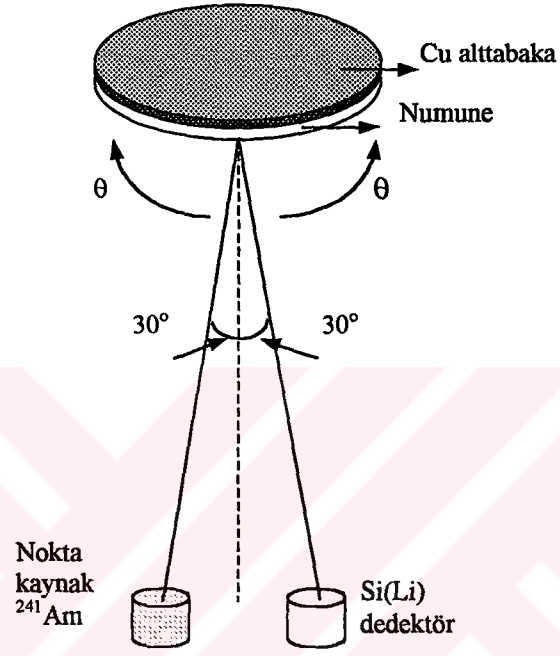
Şekil 4.4 Levha, ince film ve kablo kalınlığının ölçülmesi için deney geometrisi.



Şekil 4.5.a Uygun geometrinin tayin edilmesi için ölçümlerin alındığı deney geometrisi.



Şekil 4.5.b Uygun geometrinin tayin edilmesi için ölçümlerin alındığı deney geometrisi.



Şekil 4.5.c Uygun geometrinin tayin edilmesi için ölçümlerin alındığı deney geometrisi.

#### 4.4. Ölçülerin Alınması ve Değerlendirilmesi

Kalınlık tayininin belirlenmesi deneylerinde 5.9 keV'de yarı maksimumdaki tam genişliği 160 eV olan Si(Li) sayacı kullanılmıştır. Si(Li)'den çıkan pulslar önce bir ön amplifikatörden, daha sonrada lineer amplifikatörden ve analog dijital dönüştürücüden geçirilerek çok kanallı puls yükseklik analizöründe kaydedilmişlerdir. Sayma işlemlerinin tamamında analizörün 1024 kanalı kullanılmıştır. Uyarma işlemlerinde 100mCi şiddetinde ve filitrelenmiş olan Am-241 nokta kaynağı kullanılmıştır.

Uygun açının tespit edilmesi:

- A) Numune ve dedektörün pozisyonu sabit tutulup, kaynağın pozisyonu 5°'lik adımlarla Şekil 4.5a'da gösterildiği gibi ok yönünde hareket ettirildi. Her açı değeri için şiddet ölçümleri alındı.
- B) Şekil 4.5b'deki geometride bu defa kaynak ve numunenin pozisyonu sabit tutulup dedektörün pozisyonu ok yönünde 5°'lik adımlarla değiştirildi. Her açı değeri için şiddet ölçümleri alındı.
- C) Numunenin pozisyonu sabit tutulup, kaynak ve dedektörün pozisyonu Şekil 4.5c'de gösterildiği gibi ok yönünde 5°'lik adımlarla değiştirildi. Her değişen açı için şiddet ölçümleri alındı. Bu üç geometride alınan şiddet ölçümlerine göre, en uygun olan geometrinin Şekil 4.5c'de  $\theta = 20^\circ$  açısında olduğu tespit edildi.

Deneyle Sn, Ni, In, Au, Ag'nin mylar film üzerine yapılan ince film numuneleri, Sn, Ni, In, Au, Ag'nin bakır levha üzerine elde edilen numuneleri ve Cu kablo numunelerle yapılmıştır.

Tablolarda  $t_G$ ,  $t_M$ ,  $t_{XRS}$  ve  $t_I$  şeklinde verilen kalınlıklar, sırasıyla, gravimetrik metot, mikrometre, şiddet oranı metodu ve saçılan radyasyon metodu ile bulunan numune kalınlıklarıdır. Benzer gösterimler grafiklerde de kullanılmıştır.



Tablo 1 Bakır levha üzerine buharlaştırılan Sn'in x-ışını şiddet oranı metodu, gravimetrik ve saçılan radyasyon metotlarıyla bulunan kalınlık değerleri.

| $t_{\text{XRF}} (\text{g/cm}^2 \times 10^{-4})$ | $t_{\text{G}} (\text{g/cm}^2 \times 10^{-4})$ | $t_{\text{I}} (\text{g/cm}^2 \times 10^{-4})$ |
|---|---|---|
| 1.064   | 1.000   | 1.109   |
| 2.860   | 2.188   | 2.073   |
| 4.131   | 3.382   | 3.696   |
| 5.000   | 4.974   | 4.823   |
| 5.830   | 6.167   | 5.911   |
| 6.862   | 7.162   | 6.952   |
| 8.057   | 8.157   | 8.187   |
| 8.964   | 8.953   | 8.876   |

Tablo 2 Bakır levha üzerine buharlaştırılan Ni'in x-ışını şiddet oranı metodu, gravimetrik ve saçılan radyasyon metotlarıyla bulunan kalınlık değerleri.

| $t_{\text{XRF}} (\text{g/cm}^2 \times 10^{-4})$ | $t_{\text{G}} (\text{g/cm}^2 \times 10^{-4})$ | $t_{\text{I}} (\text{g/cm}^2 \times 10^{-4})$ |
|---|---|---|
| 2.544   | 2.562   | 2.458   |
| 2.732   | 2.737   | 2.741   |
| 2.962   | 2.966   | 2.875   |
| 3.223   | 3.216   | 3.209   |
| 3.636   | 3.640   | 3.658   |
| 4.009   | 4.007   | 4.000   |
| 4.448   | 4.443   | 4.452   |
| 4.856   | 4.862   | 4.852   |

Tablo 3 Bakır levha üzerine buharlaştırılan In'in XRS, gravimetrik ve saçılan radyasyon metotlarıyla bulunan kalınlık değerleri.

| $t_{\text{XRF}} (\text{g/cm}^2 \times 10^{-4})$ | $t_{\text{G}} (\text{g/cm}^2 \times 10^{-4})$ | $t_{\text{I}} (\text{g/cm}^2 \times 10^{-4})$ |
|---|---|---|
| 2.793   | 2.803   | 2.808   |
| 2.944   | 2.938   | 2.956   |
| 3.120   | 3.125   | 3.118   |
| 3.462   | 3.453   | 3.441   |
| 3.684   | 3.748   | 3.756   |
| 3.837   | 3.952   | 3.945   |
| 4.021   | 4.011   | 4.028   |
| 4.155   | 4.158   | 4.163   |

Tablo 4 Bakır levha üzerine buharlaştırılan Au 'nın XRS, gravimetrik ve saçılan radyasyon metotlarıyla bulunan kalınlık değerleri.

| $t_{\text{XRF}} (\text{g/cm}^2 \times 10^{-4})$ | $t_{\text{G}} (\text{g/cm}^2 \times 10^{-4})$ | $t_{\text{I}} (\text{g/cm}^2 \times 10^{-4})$ |
|---|---|---|
| 3.361   | 3.382   | 3.418   |
| 5.342   | 5.372   | 5.401   |
| 6,955   | 6.9631  | 6.976   |
| 9.343   | 9.351   | 9.361   |
| 13.900  | 13.920  | 13.946  |
| 19.664  | 19.989  | 19.753  |
| 20.758  | 20.890  | 20.892  |
| 21.507  | 21.480  | 21.524  |

Tablo 5 Bakır levha üzerine buharlaştırılan Ag 'nin XRS, gravimetrik ve saçılan radyasyon metotlarıyla bulunan kalınlık değerleri.

| $t_{\text{XRF}} (\text{g/cm}^2 \times 10^{-4})$ | $t_{\text{G}} (\text{g/cm}^2 \times 10^{-4})$ | $t_{\text{I}} (\text{g/cm}^2 \times 10^{-4})$ |
|---|---|---|
| 3.008   | 2.984   | 3.018   |
| 3.959   | 3.979   | 3.932   |
| 5.140   | 4.974   | 5.077   |
| 6.061   | 6.168   | 6.028   |
| 7.001   | 6.963   | 6.998   |
| 7.948   | 7.959   | 7.913   |
| 8.432   | 8.356   | 8.361   |
| 9.114   | 8.953   | 8.988   |

Tablo 6 Mylar film üzerine buharlaştırılan Sn numune için bulunan  $\ln(I)$  değerleri ve XRS ve gravimetrik olarak bulunan kalınlık değerleri.

| $\ln(I)$ | $t_{\text{XRF}} (\text{g/cm}^2 \times 10^{-4})$ | $t_{\text{G}} (\text{g/cm}^2 \times 10^{-4})$ |
|----------|---|---|
| 14.6785  | 5.040   | 5.173   |
| 14.6784  | 5.934   | 5.769   |
| 14.6783  | 6.505   | 6.167   |
| 14.6780  | 8.079   | 7.162   |
| 14.6777  | 9.626   | 8.356   |
| 14.7775  | 10.790  | 9.152   |
| 14.6772  | 12.750  | 10.346  |
| 14.6767  | 15.290  | 11.340  |

Tablo 7 Mylar film üzerine buharlaştırılan Ni numune için bulunan  $\ln(I)$  değerleri ve XRS ve gravimetrik olarak bulunan kalınlık değerleri.

| $\ln(I)$ | $t_{XRF} (g/cm^2 \times 10^{-4})$ | $t_G (g/cm^2 \times 10^{-4})$ |
|----------|-----------------------------------|-------------------------------|
| 9.7934   | 6.143                             | 6.152                         |
| 9.7927   | 10.480                            | 10.346                        |
| 9.7922   | 14.101                            | 13.529                        |
| 9.7912   | 20.260                            | 18.702                        |
| 9.7905   | 24.611                            | 23.875                        |
| 9.7899   | 28.593                            | 27.853                        |
| 9.7897   | 30.412                            | 30.242                        |
| 9.7892   | 33.312                            | 33.426                        |

Tablo 8 Mylar film üzerine buharlaştırılan In numune için bulunan  $\ln(I)$  değerleri ve XRS ve gravimetrik olarak bulunan kalınlık değerleri.

| $\ln(I)$ | $t_{XRF} (g/cm^2 \times 10^{-4})$ | $t_G (g/cm^2 \times 10^{-4})$ |
|----------|-----------------------------------|-------------------------------|
| 9.7737   | 2.121                             | 2.189                         |
| 9.7722   | 4.333                             | 4.377                         |
| 9.7710   | 6.194                             | 6.168                         |
| 9.7696   | 8.500                             | 8.516                         |
| 9.7677   | 11.431                            | 11.142                        |
| 9.7661   | 13.933                            | 13.333                        |
| 9.7639   | 17.320                            | 17.111                        |
| 9.7629   | 18.831                            | 18.205                        |

Tablo 9 Mylar film üzerine buharlaştırılan Au numune için bulunan  $\ln(I)$  değerleri ve XRS ve gravimetrik olarak bulunan kalınlık değerleri.

| $\ln(I)$ | $t_{\text{XRF}} (\text{g/cm}^2 \times 10^{-4})$ | $t_{\text{G}} (\text{g/cm}^2 \times 10^{-4})$ |
|----------|---|---|
| 9.7876   | 2.672   | 2.626   |
| 9.7868   | 4.375   | 4.377   |
| 9.7859   | 6.321   | 6.267   |
| 9.7854   | 7.418   | 7.322   |
| 9.7848   | 8.758   | 8.754   |
| 9.7835   | 11.560  | 11.142  |
| 9.7820   | 14.742  | 14.325  |
| 9.7813   | 17.063  | 15.121  |

Tablo 10 Mylar film üzerine buharlaştırılan Ag numune için bulunan  $\ln(I)$  değerleri ve XRS ve gravimetrik olarak bulunan kalınlık değerleri.

| $\ln(I)$ | $t_{\text{XRF}} (\text{g/cm}^2 \times 10^{-4})$ | $t_{\text{G}} (\text{g/cm}^2 \times 10^{-4})$ |
|----------|---|---|
| 9.7787   | 4.899   | 4.178   |
| 9.7766   | 8.556   | 8.555   |
| 9.7752   | 10.880  | 10.346  |
| 9.7726   | 15.320  | 15.450  |
| 9.7712   | 17.740  | 18.430  |
| 9.7694   | 20.660  | 20.393  |
| 9.7678   | 23.380  | 22.880  |
| 9.7643   | 29.320  | 28.840  |

Tablo 11 Au levha numune için bulunan  $\ln(I)$  değerleri ve XRS ve mikrometre ile bulunan kalınlık değerleri.

| $\ln(I)$ | $t_{\text{XRF}} (\text{cm} \times 10^{-3})$ | $t_{\text{M}} (\text{cm} \times 10^{-3})$ |
|----------|---|---|
| 10.1227  | 4.212                                       | 4.5                                       |
| 10.0445  | 5.089                                       | 5.0                                       |
| 9.9993   | 5.596                                       | 5.5                                       |
| 9.9619   | 6.015                                       | 6.0                                       |
| 9.9202   | 6.483                                       | 6.5                                       |
| 9.8655   | 7.096                                       | 7.0                                       |
| 9.8264   | 7.535                                       | 7.5                                       |
| 9.7780   | 8.078                                       | 8.0                                       |
| 9.7413   | 8.490                                       | 8.5                                       |
| 9.6935   | 9.027                                       | 9.0                                       |

Tablo 12 Ag levha numune için bulunan  $\ln(I)$  değerleri ve XRS ve mikrometre ile bulunan kalınlık değerleri.

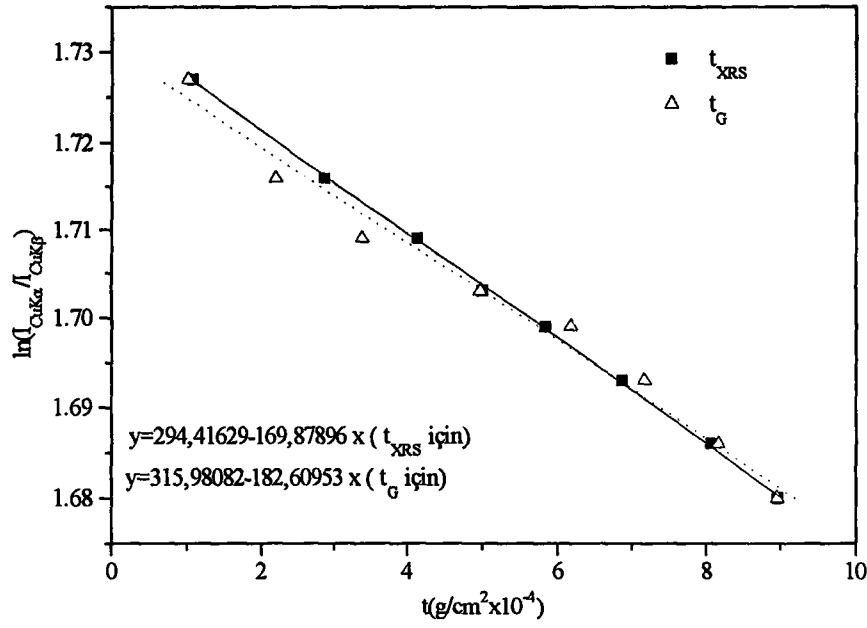
| $\ln(I)$ | $t_{\text{XRF}} (\text{cm} \times 10^{-3})$ | $t_{\text{M}} (\text{cm} \times 10^{-3})$ |
|----------|---|---|
| 10.2492  | 4.335                                       | 4.5                                       |
| 10.2227  | 4.764                                       | 5.0                                       |
| 10.1887  | 5.310                                       | 5.5                                       |
| 10.1512  | 5.910                                       | 6.0                                       |
| 10.1248  | 6.347                                       | 6.5                                       |
| 10.0955  | 6.822                                       | 7.0                                       |
| 10.0554  | 7.470                                       | 7.5                                       |
| 10.0312  | 7.860                                       | 8.0                                       |
| 10.0002  | 8.363                                       | 8.5                                       |
| 9.9668   | 8.903                                       | 9.0                                       |

Tablo 13 Cu levha numune için bulunan  $\ln(I)$  değerleri ve XRS ve mikrometre ile bulunan kalınlık değerleri.

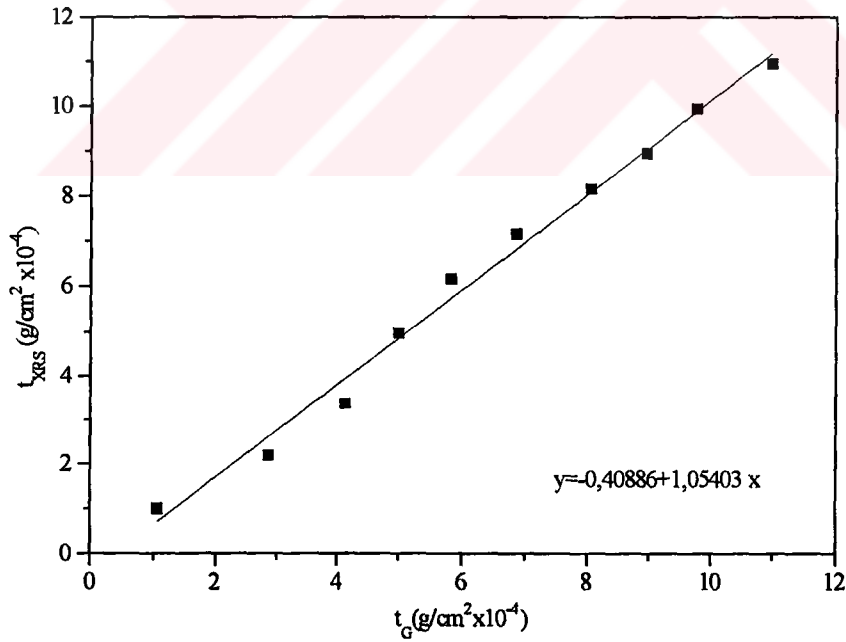
| $\ln(I)$ | $t_{\text{XRF}} (\text{cm} \times 10^{-3})$ | $t_{\text{M}} (\text{cm} \times 10^{-3})$ |
|----------|---|---|
| 10.4034  | 4.471                                       | 4.5                                       |
| 10.3949  | 5.056                                       | 5.0                                       |
| 10.3891  | 5.452                                       | 5.5                                       |
| 10.3809  | 6.017                                       | 6.0                                       |
| 10.3731  | 6.552                                       | 6.5                                       |
| 10.3660  | 7.036                                       | 7.0                                       |
| 10.3588  | 7.532                                       | 7.5                                       |
| 10.3509  | 8.074                                       | 8.0                                       |
| 10.3437  | 8.564                                       | 8.5                                       |
| 10.3380  | 8.959                                       | 9.0                                       |

Tablo 14 Cu kablo numune için bulunan  $\ln(I)$  değerleri ve XRS ve mikrometre ile bulunan kalınlık değerleri.

| $\ln(I)$ | $t_{\text{XRF}} (\text{cm} \times 10^{-3})$ | $t_{\text{M}} (\text{cm} \times 10^{-3})$ |
|----------|---|---|
| 8.4600   | 1.180                                       | 1.210                                     |
| 8.4531   | 2.081                                       | 1.920                                     |
| 8.4480   | 2.540                                       | 2.620                                     |
| 8.4444   | 2.982                                       | 3.163                                     |
| 8.4385   | 3.442                                       | 3.641                                     |
| 8.4290   | 4.091                                       | 3.983                                     |
| 8.4231   | 4.561                                       | 4.651                                     |
| 8.4200   | 5.031                                       | 5.211                                     |

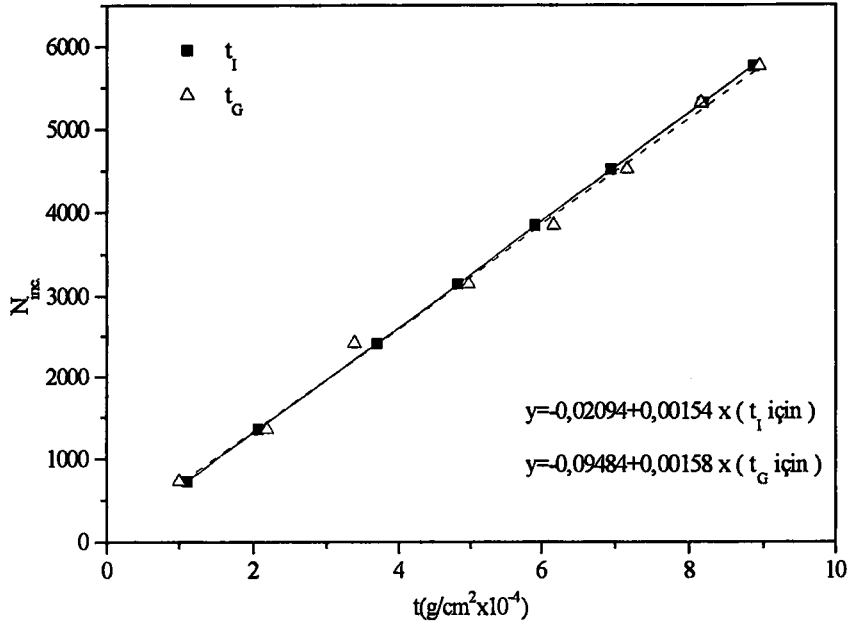


Şekil 4.6 Cu levha üzerine Sn'nin buharlaştırılması ile elde edilen numuneler için XRS ve gravimetrik metot ile bulunan kalınlık değerlerinin şiddet ile değişimi.

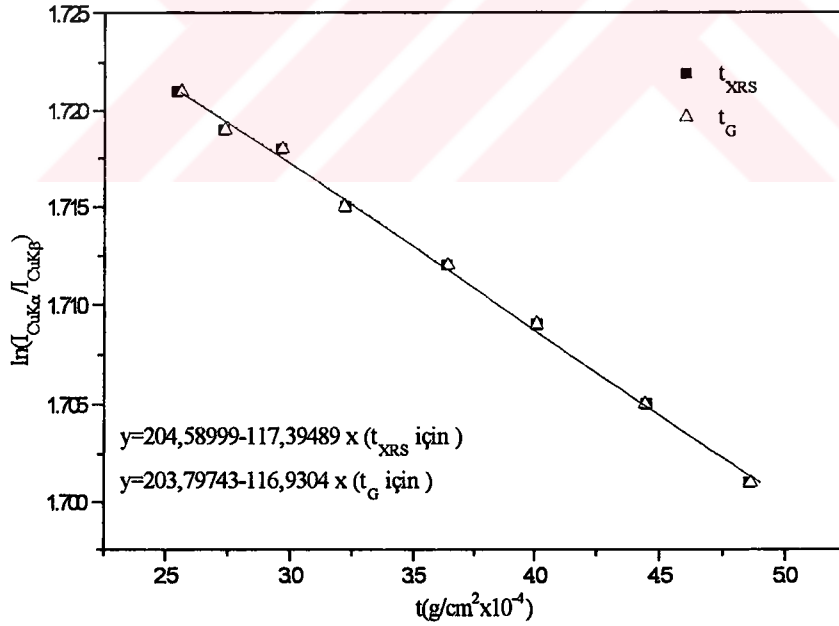


Şekil 4.7 Cu levha üzerine Sn'nin buharlaştırılması ile elde edilen numuneler için XRS ile bulunan kalınlık değerleri ile gravimetrik olarak bulunan kalınlık değerleri arasındaki ilişki.

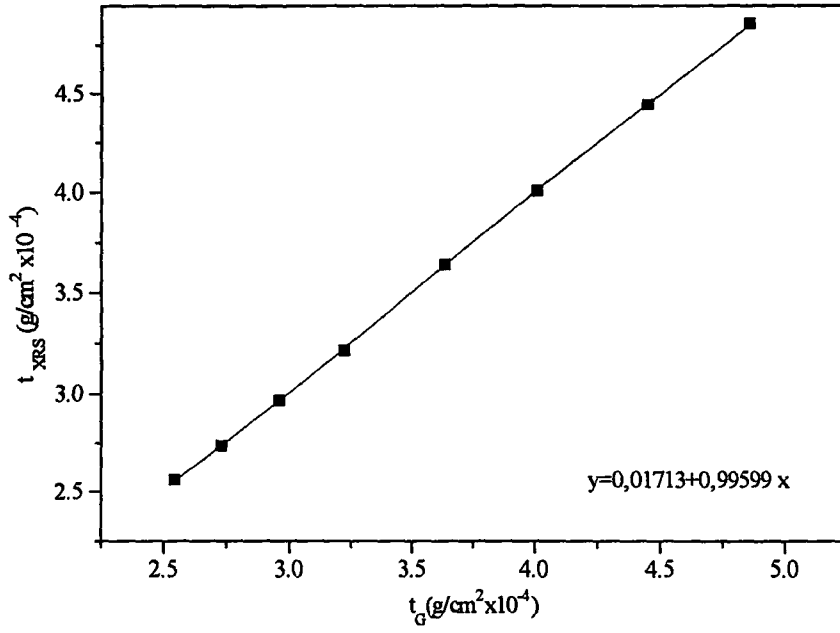




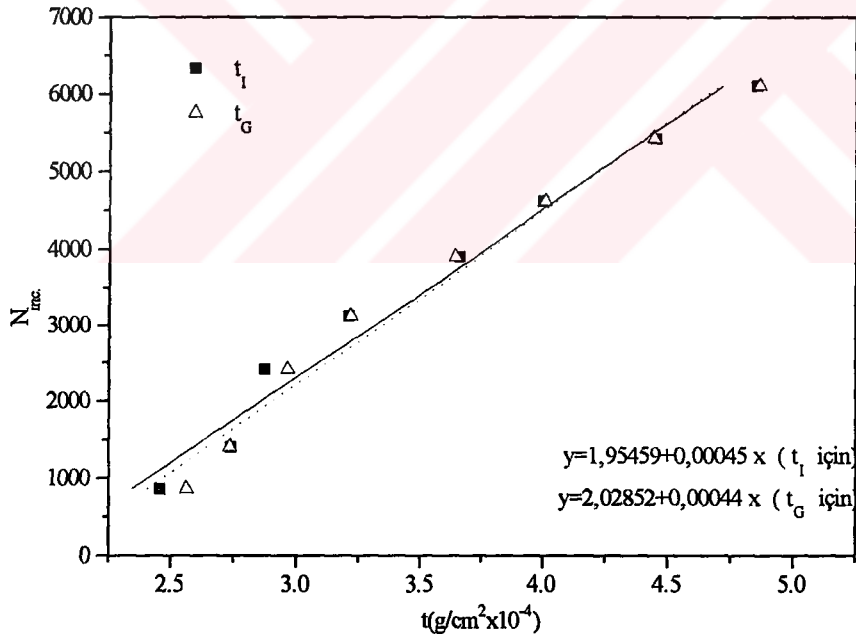
Şekil 4.8 Cu levha üzerine Sn'nin buharlaştırılması ile elde edilen numuneler için saçılan radyasyon metoduyla ve gravimetrik metot ile bulunan kalınlık değerlerinin şiddet ile değişimi.



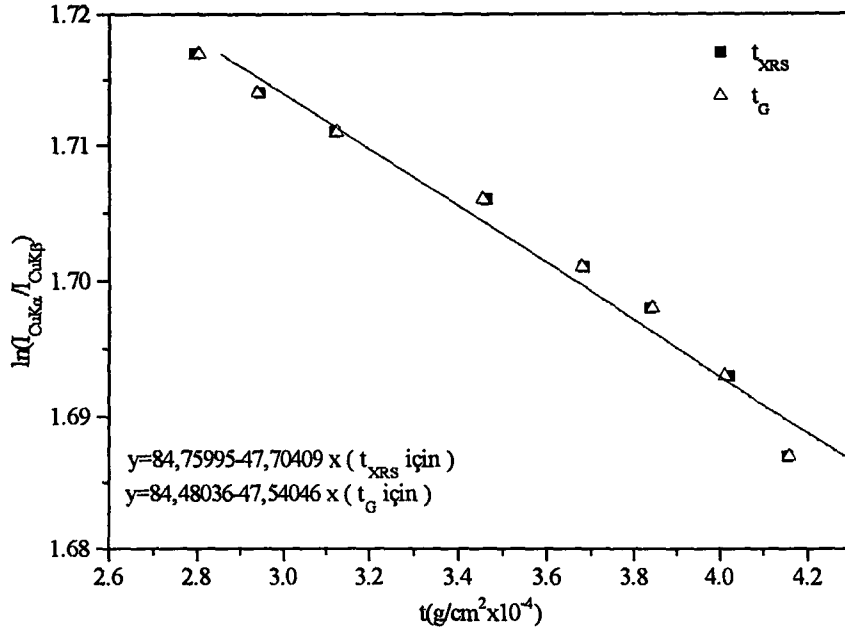
Şekil 4.9 Cu levha üzerine Ni'nin buharlaştırılması ile elde edilen numuneler için XRS ve gravimetrik metot ile bulunan kalınlık değerlerinin şiddet ile değişimi



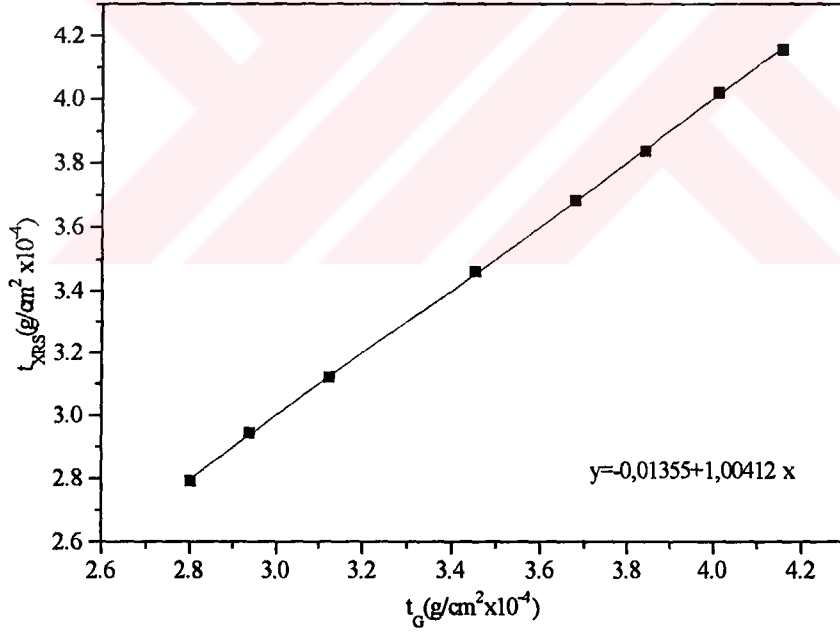
Şekil 4.10 Cu levha üzerine Ni'nin buharlaştırılması ile elde edilen numuneler için XRS ile bulunan kalınlık değerleri ile gravimetrik olarak bulunan kalınlık değerleri arasındaki ilişki.



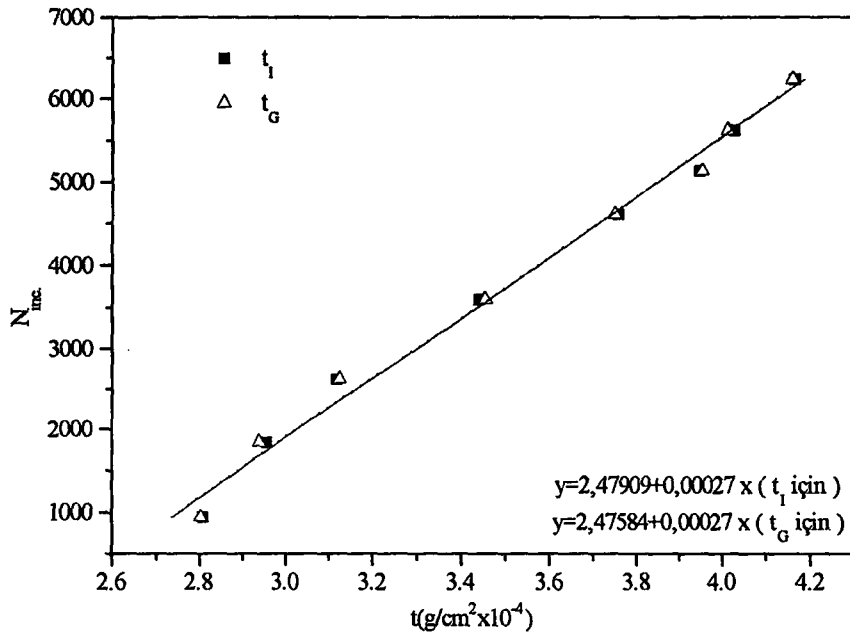
Şekil 4.11 Cu levha üzerine Ni'nin buharlaştırılması ile elde edilen numuneler için saçılan radyasyon metoduyla ve gravimetrik metot ile bulunan kalınlık değerlerinin şiddet ile değişimi.



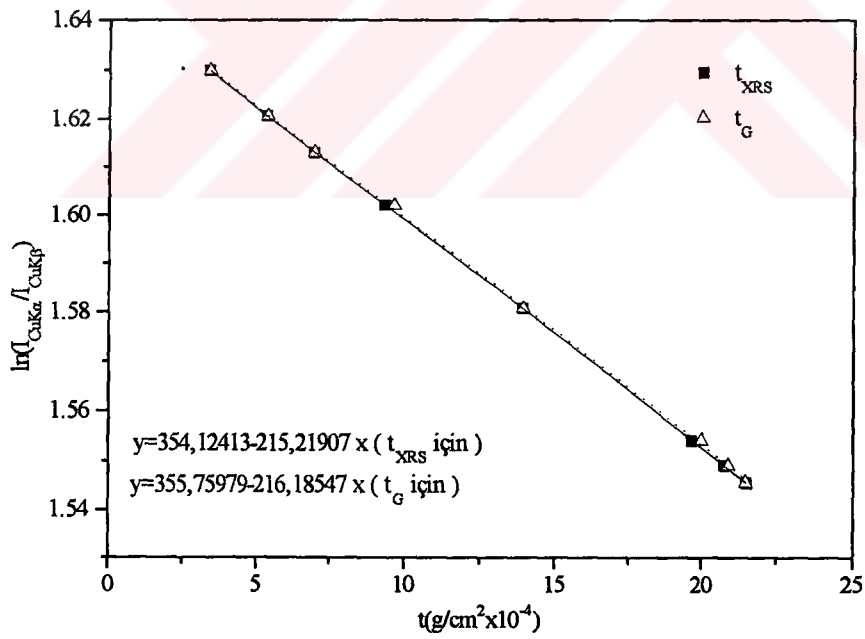
Şekil 4.12 Cu levha üzerine In'nin buharlaştırılması ile elde edilen numuneler için XRS ve gravimetrik metot ile bulunan kalınlık değerlerinin şiddet ile değişimi.



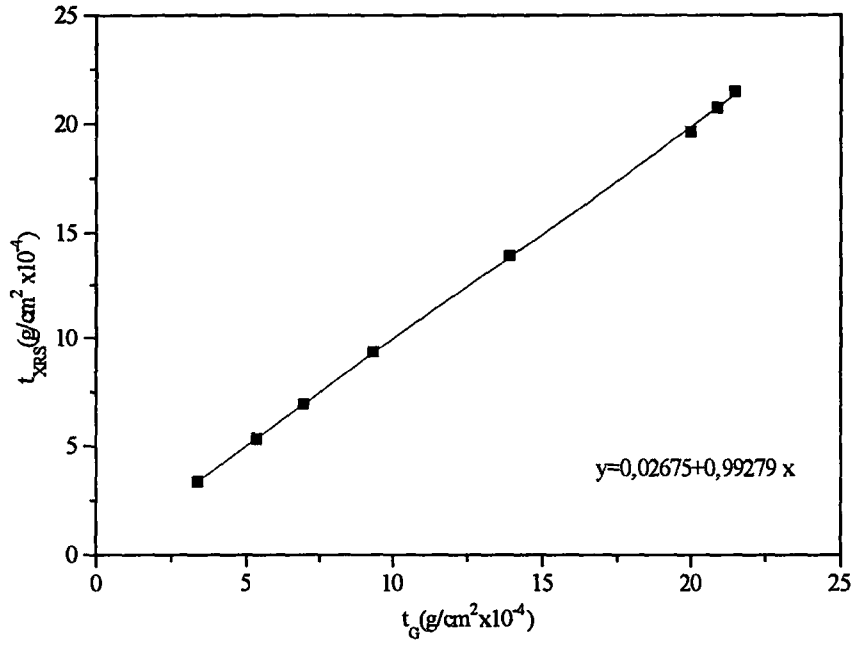
Şekil 4.13 Cu levha üzerine In'nin buharlaştırılması ile elde edilen numuneler için XRS ile bulunan kalınlık değerleri ile gravimetrik olarak bulunan kalınlık değerleri arasındaki ilişki.



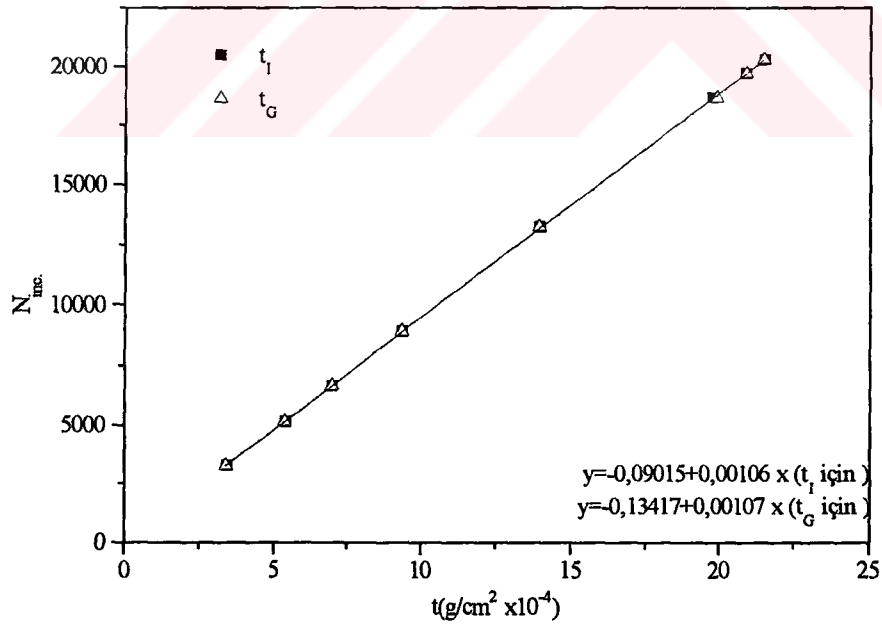
Şekil 4.14 Cu levha üzerine In'nin buharlaştırılması ile elde edilen numuneler için saçılan radyasyon metoduyla ve gravimetrik metot ile bulunan kalınlık değerlerinin şiddet ile değişimi.



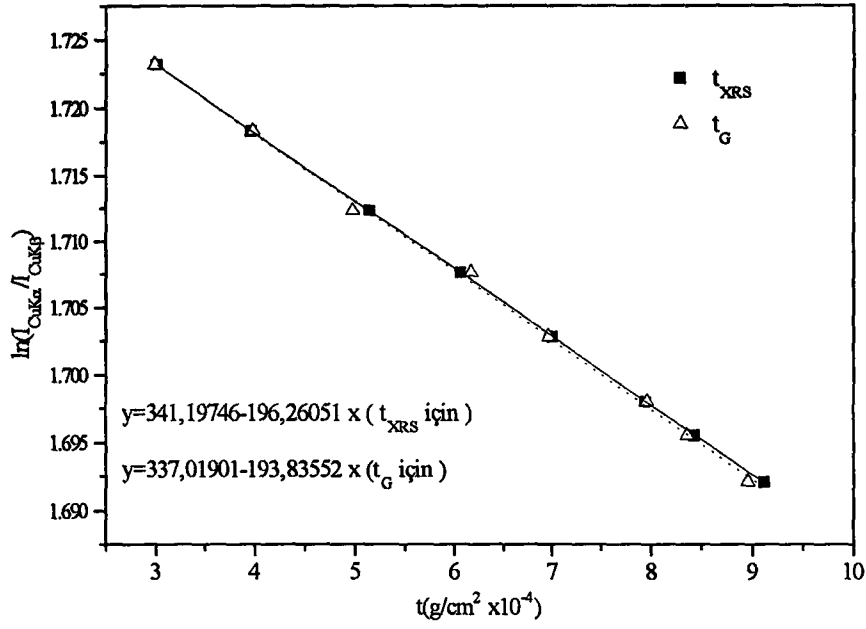
Şekil 4.15 Cu levha üzerine Au'nun buharlaştırılması ile elde edilen numuneler için XRS ve gravimetrik metot ile bulunan kalınlık değerlerinin şiddet ile değişimi.



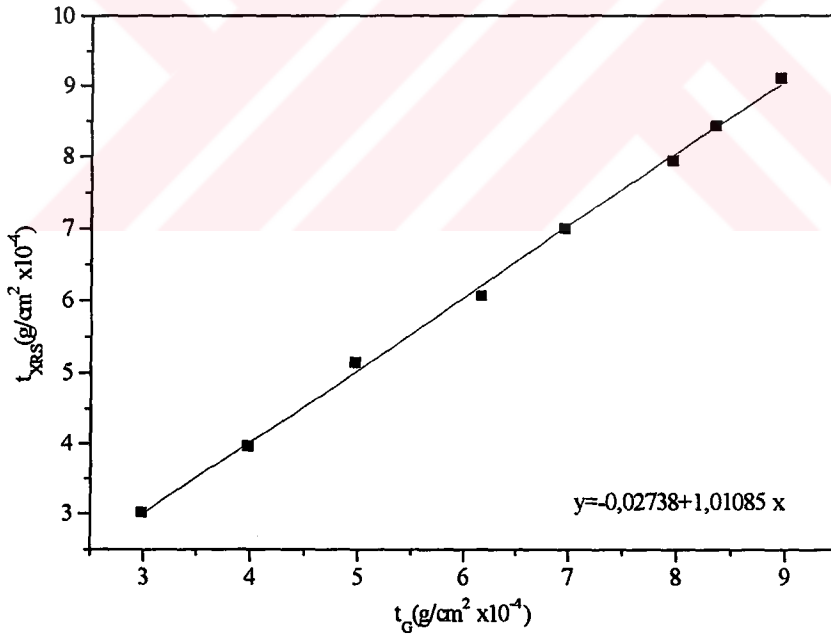
Şekil 4.16 Cu levha üzerine Au'nun buharlaştırılması ile elde edilen numuneler için XRS ile bulunan kalınlık değerleri ile gravimetrik olarak bulunan kalınlık değerleri arasındaki ilişki.



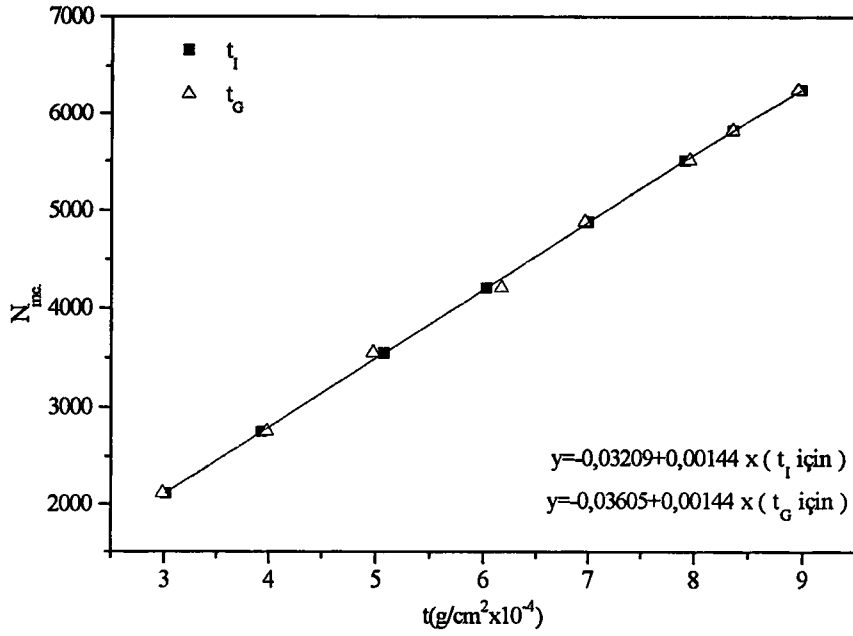
Şekil 4.17 Cu levha üzerine Au'nun buharlaştırılması ile elde edilen numuneler için saçılan radyasyon metoduyla ve gravimetrik metot ile bulunan kalınlık değerlerinin şiddet ile değişimi.



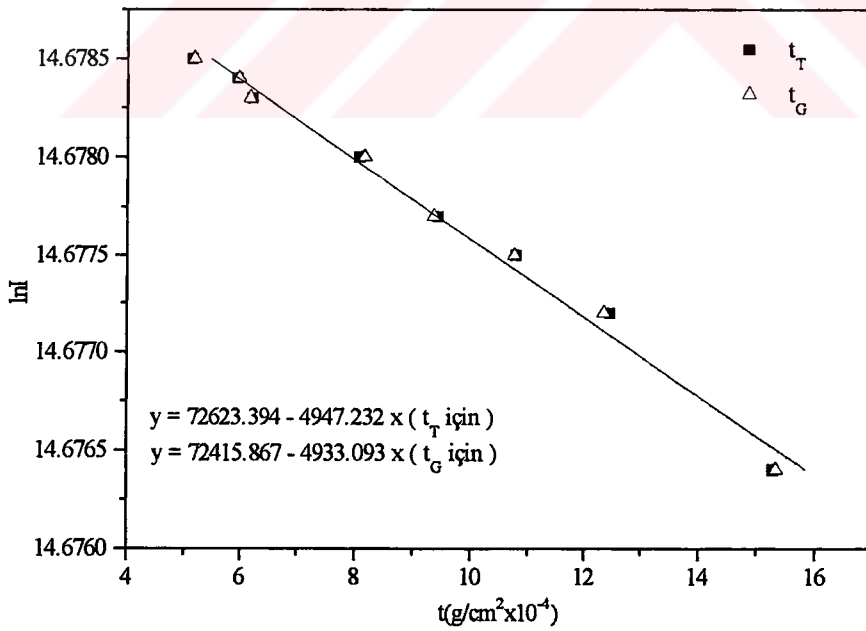
Şekil 4.18 Cu levha üzerine Ag'nin buharlaştırılması ile elde edilen numuneler için XRS ve gravimetrik metot ile bulunan kalınlık değerlerinin şiddet ile değişimi.



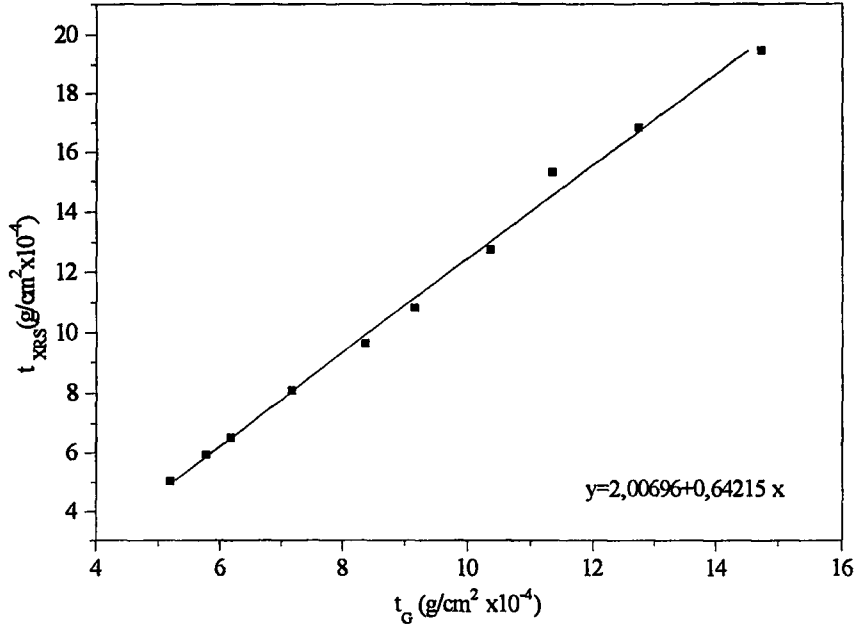
Şekil 4.19 Cu levha üzerine Ag'nin buharlaştırılması ile elde edilen numuneler için XRS ile bulunan kalınlık değerleri ile gravimetrik olarak bulunan kalınlık değerleri arasındaki ilişki.



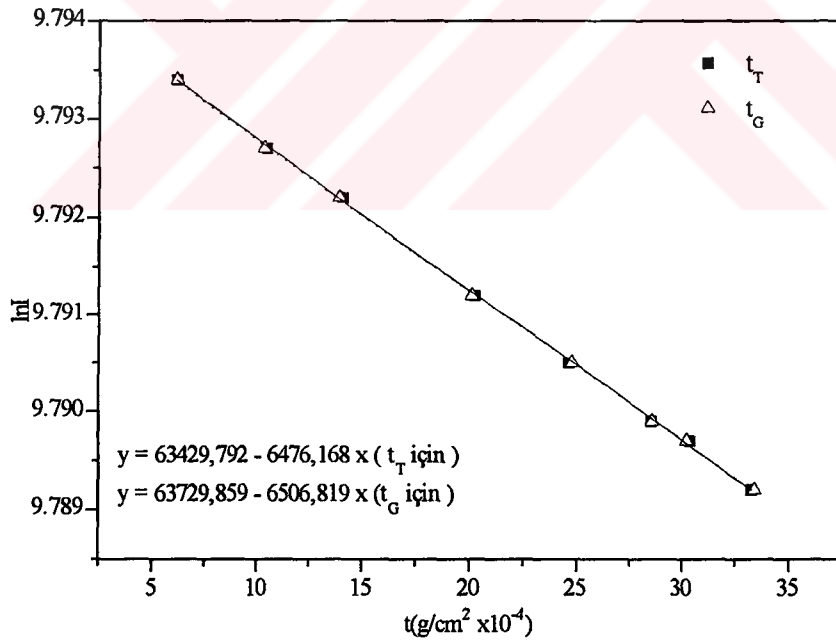
Şekil 4.20 Cu levha üzerine Ag'nin buharlaştırılması ile elde edilen numuneler için saçılan radyasyon metoduyla ve gravimetrik metot ile bulunan kalınlık değerlerinin şiddet ile değişimi.



Şekil 4.21 Mylar üzerine Sn'nin buharlaştırılması ile elde edilen numuneler için XRS ve gravimetrik metot ile bulunan kalınlık değerlerinin şiddet ile değişimi.

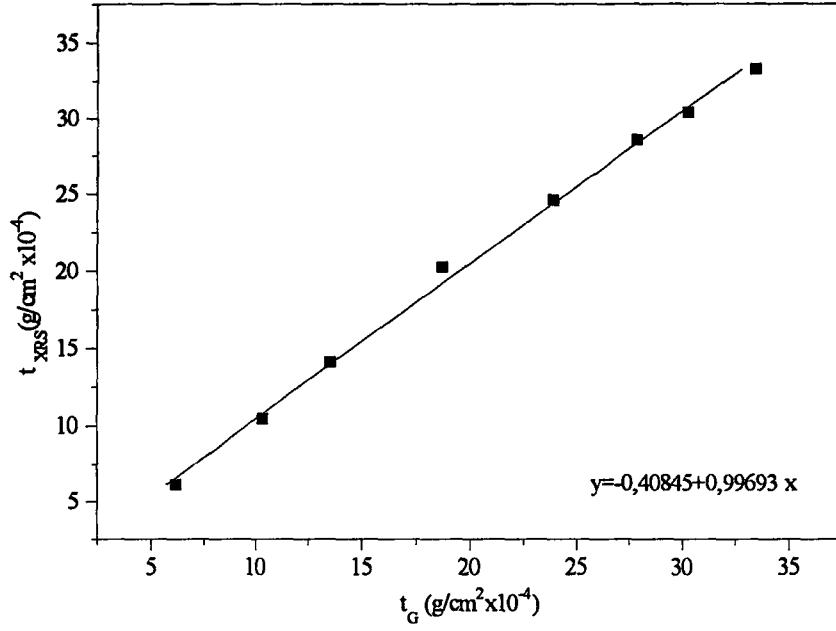


Şekil 4.22 Mylar üzerine Sn'nin buharlaştırılması ile elde edilen numuneler için XRS ile bulunan kalınlık değerleri ile gravimetrik olarak bulunan kalınlık değerleri arasındaki ilişki.

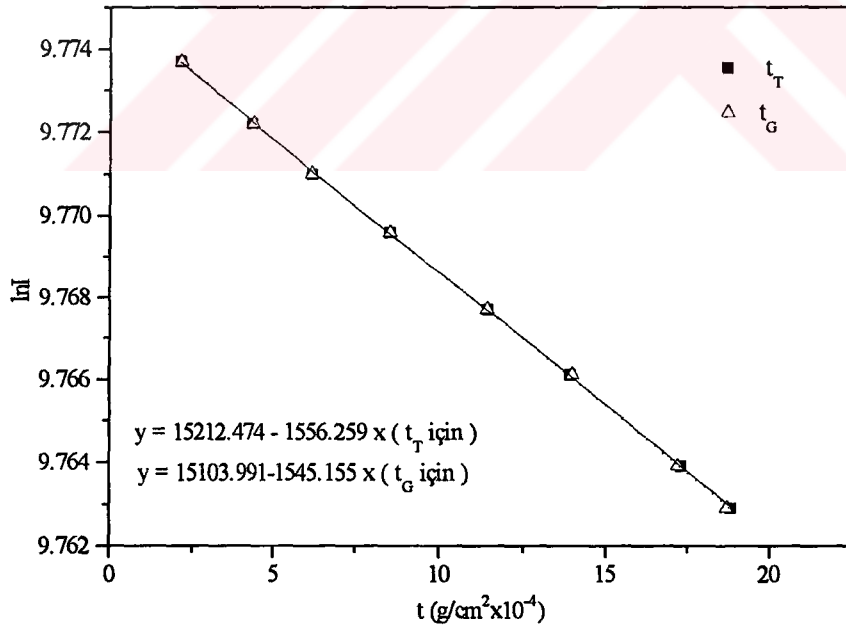


Şekil 4.23 Mylar üzerine Ni'nin buharlaştırılması ile elde edilen numuneler için XRS ve gravimetrik metot ile bulunan kalınlık değerlerinin şiddet ile değişimi.

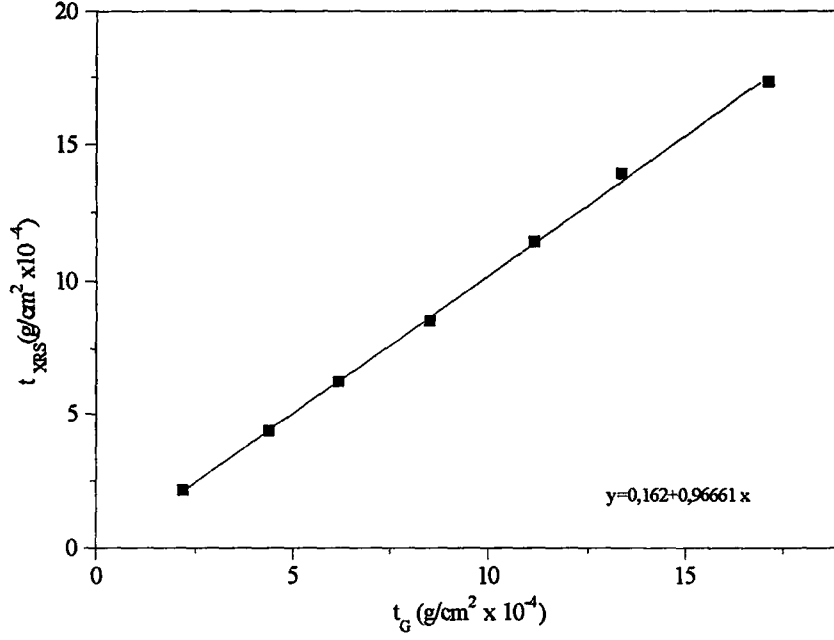




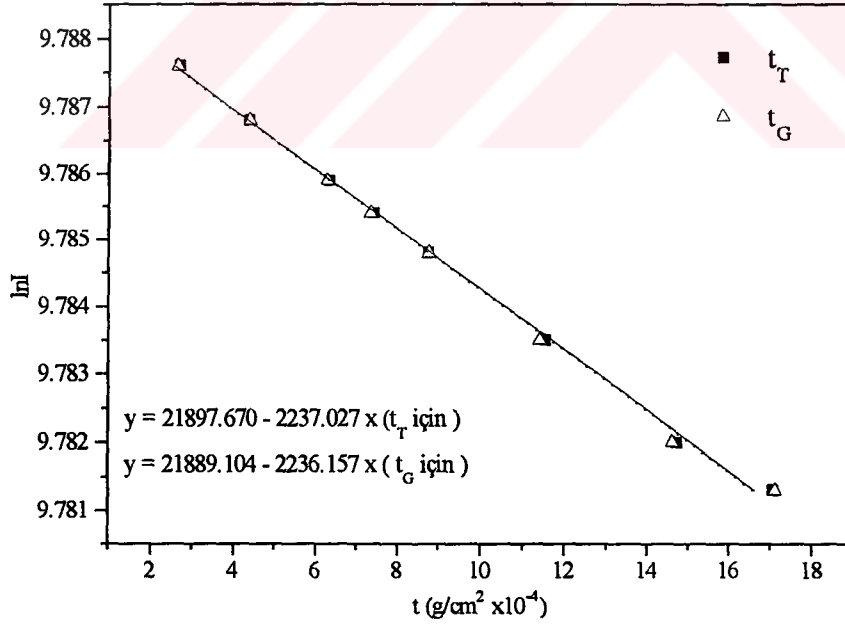
Şekil 4.24 Mylar üzerine Ni'nin buharlaştırılması ile elde edilen numuneler için XRS ile bulunan kalınlık değerleri ile gravimetrik olarak bulunan kalınlık değerleri arasındaki ilişki.



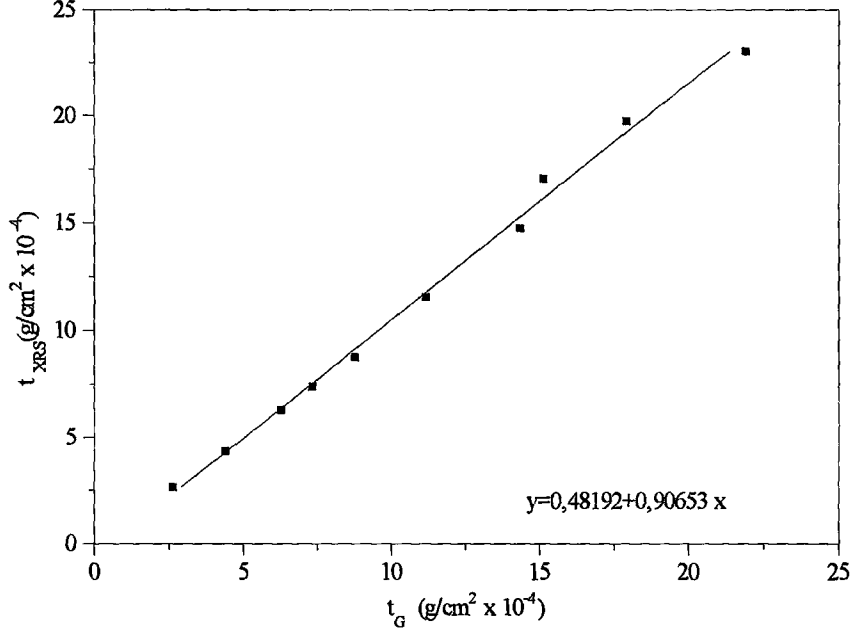
Şekil 4.25 Mylar üzerine In'nin buharlaştırılması ile elde edilen numuneler için XRS ve gravimetrik metot ile bulunan kalınlık değerlerinin şiddet ile değişimi.



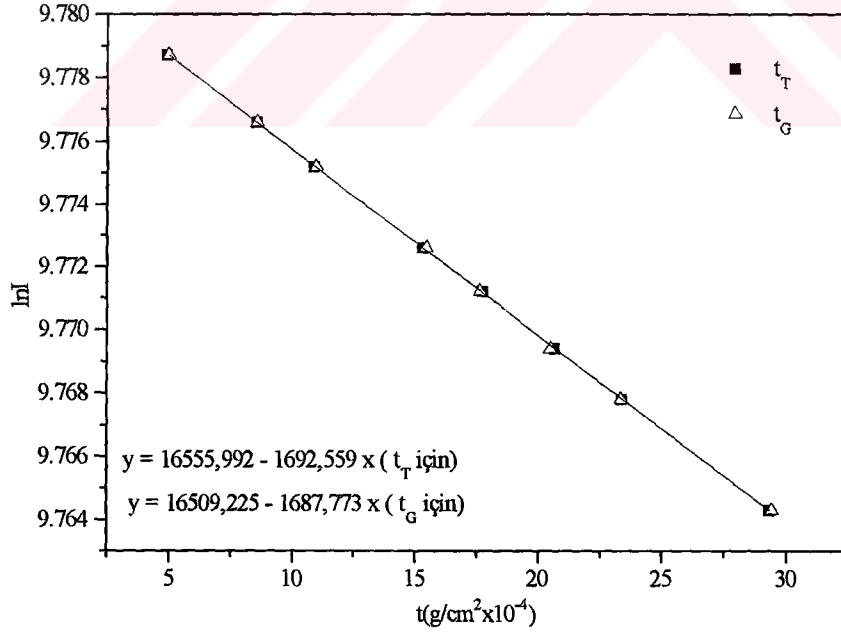
Şekil 4.26 Mylar üzerine In'nin buharlaştırılması ile elde edilen numuneler için XRS ile bulunan kalınlık değerleri ile gravimetrik olarak bulunan kalınlık değerleri arasındaki ilişki.



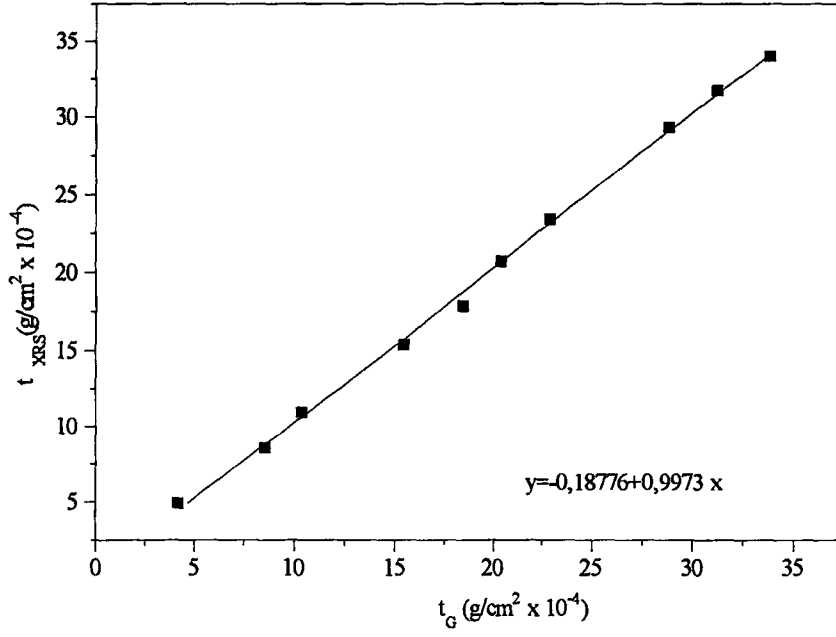
Şekil 4.27 Mylar üzerine Au'nun buharlaştırılması ile elde edilen numuneler için XRS ve gravimetrik metot ile bulunan kalınlık değerlerinin şiddet ile değişimi.



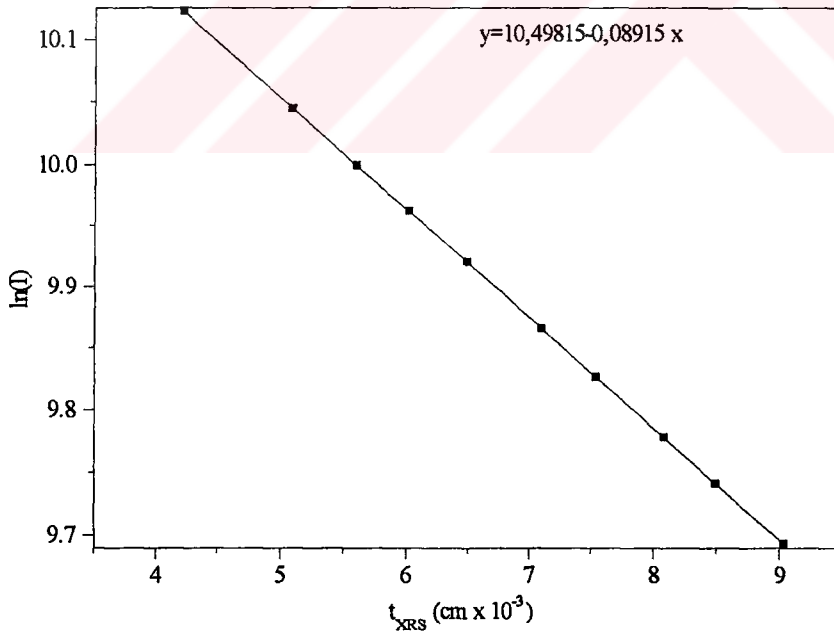
Şekil 4.28 Mylar üzerine Au'nun buharlaştırılması ile elde edilen numuneler için XRS ile bulunan kalınlık değerleri ile gravimetrik olarak bulunan kalınlık değerleri arasındaki ilişki.



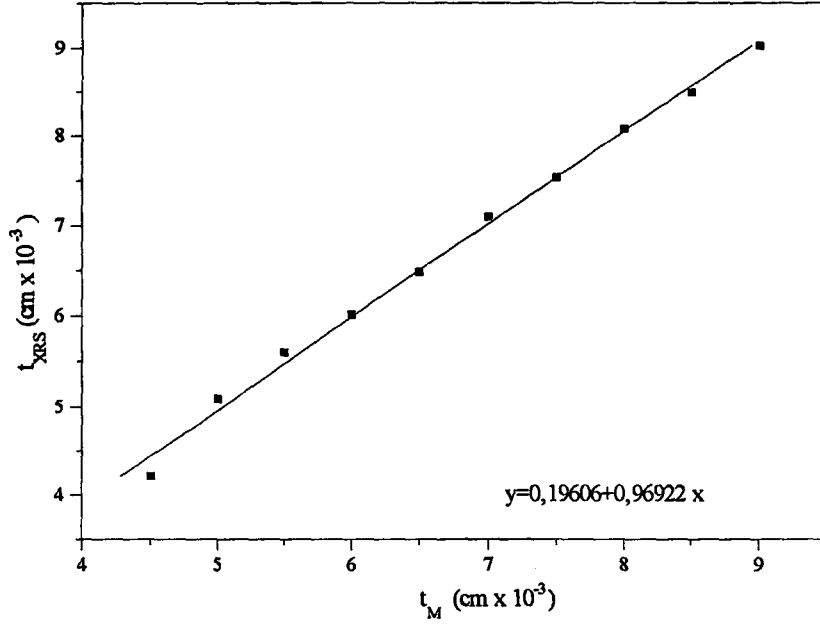
Şekil 4.29 Mylar üzerine Ag'nin buharlaştırılması ile elde edilen numuneler için XRS ve gravimetrik metot ile bulunan kalınlık değerlerinin şiddet ile değişimi.



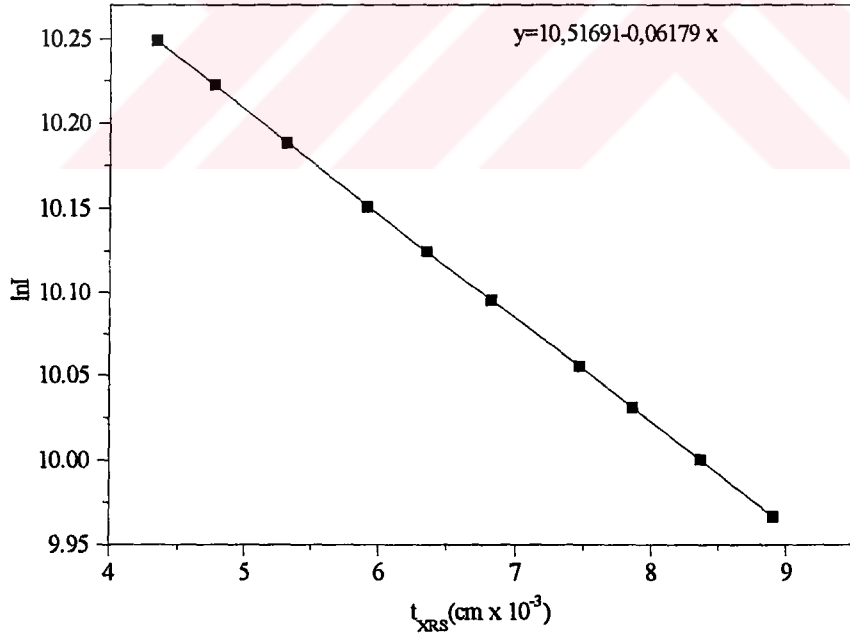
Şekil 4.30 Mylar üzerine Ag'nin buharlaştırılması ile elde edilen numuneler için XRS ile bulunan kalınlık değerleri ile gravimetrik olarak bulunan kalınlık değerleri arasındaki ilişki.



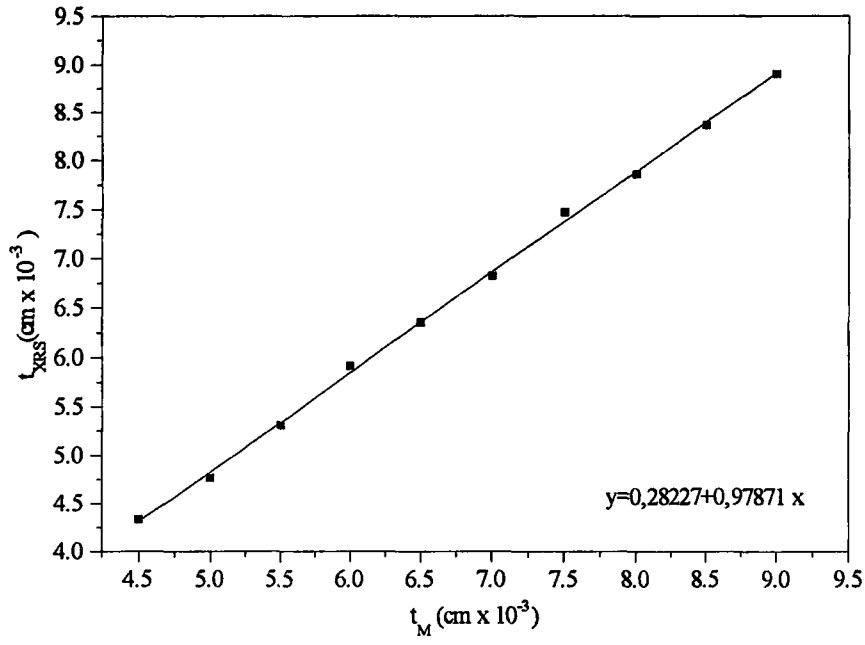
Şekil 4.31 Au levha numuneler için XRS ile bulunan kalınlık değerlerinin şiddet ile değişimi.



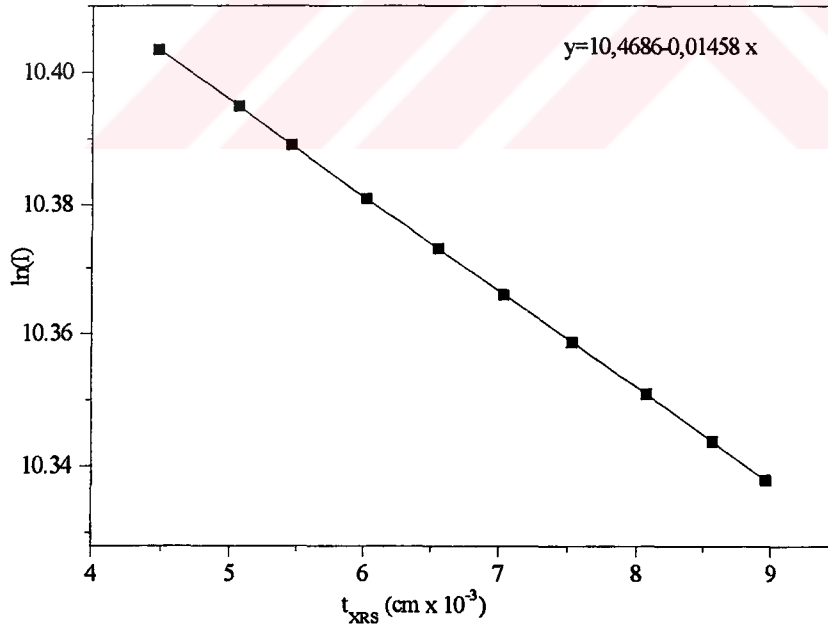
Şekil 4.32 Au levha numuneler için XRS ile bulunan kalınlık değerleri ile mikrometre ile bulunan kalınlık değerleri arasındaki ilişki.



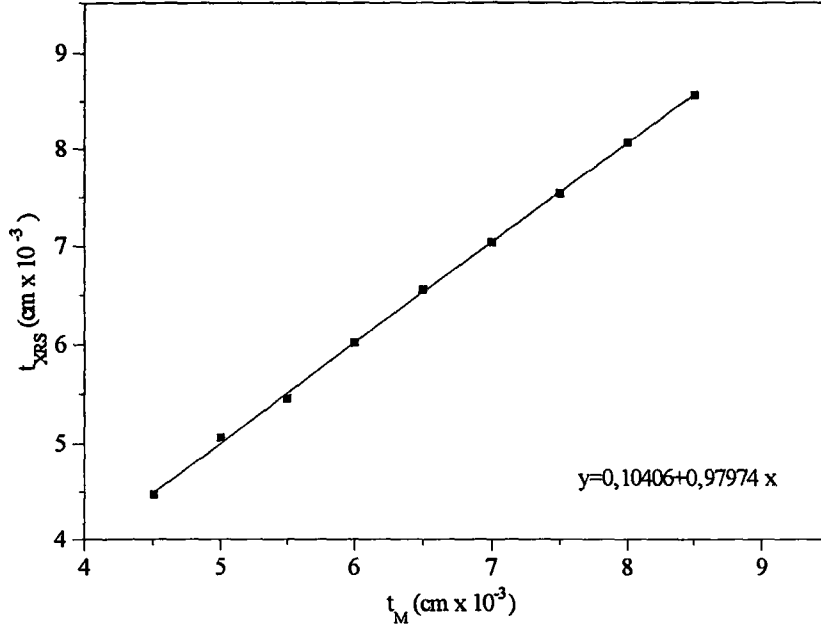
Şekil 4.33 Ag levha numuneler için XRS ile bulunan kalınlık değerlerinin şiddet ile değişimi.



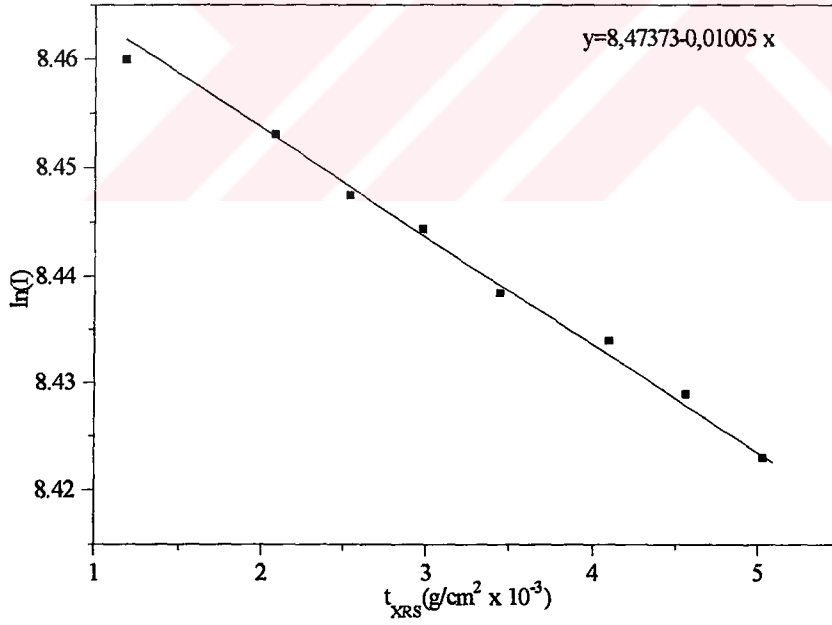
Şekil 4.34 Ag levha numuneler için XRS ile bulunan kalınlık değerleri ile mikrometre ile bulunan kalınlık değerleri arasındaki ilişki.



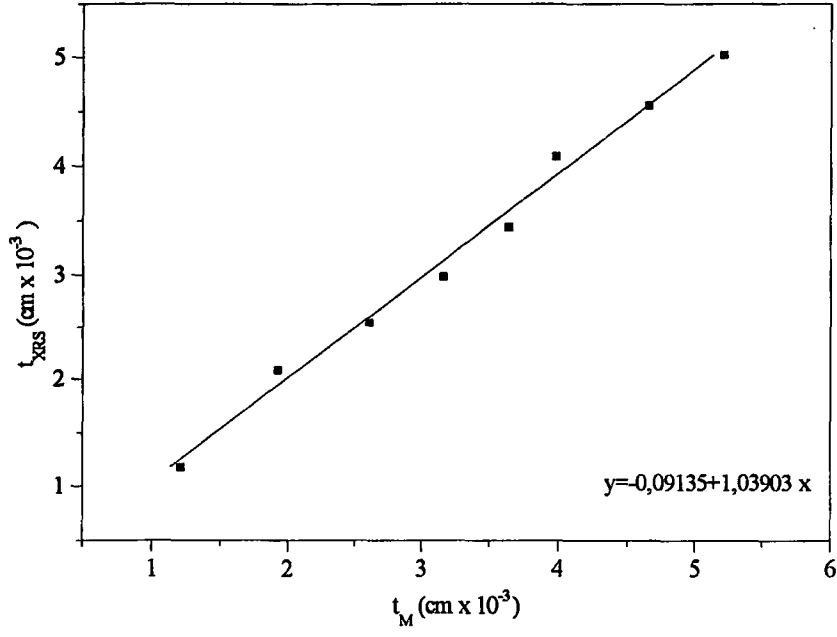
Şekil 4.35 Cu levha numuneler için XRS ile bulunan kalınlık değerlerinin şiddet ile değişimi.



Şekil 4.36 Cu levha numuneler için XRS ile bulunan kalınlık değerleri ile mikrometre ile bulunan kalınlık değerleri arasındaki ilişki.



Şekil 4.37 Cu kablo numuneler için XRS ile bulunan kalınlık değerlerinin şiddet ile değişimi.



Şekil 4.38 Cu kablo numuneler için XRS ile bulunan kalınlık değerleri ile mikrometre ile bulunan kalınlık değerleri arasındaki ilişki.



## 5. SONUÇ VE TARTIŞMA

Bu çalışmada bakır üzerine kaplamaları yapılarak hazırlanan Sn, Ni, In, Ag ve Au numunelerin kalınlıkları x-ışını şiddet oranı metodu, saçılan radyasyon metodu ve gravimetrik metot; mylar film üzerine kaplama yapılan Sn, Ni, In, Ag, Au numunelerin kalınlıkları transmisyon ve gravimetrik metot; Au, Ag, Cu levha numunelerin ve Cu kablo numunelerin farklı kalınlıkları transmisyon metodu ve mikrometre ile tayin edilmiştir.

Uygun geometrinin tayini için

- a- dedektör ve numune sabit pozisyonda tutulup kaynak çeşitli açılarda iken,
- b- kaynak ve numune sabit pozisyonda tutulup dedektör çeşitli açılarda iken,
- c- numune sabit tutulup dedektör ve kaynak çeşitli açılarda iken

ölçümler alınıp değerlendirilmiş ve uygun geometri bu yolla belirlenmiştir. Uygun geometride kaynak ve dedektör arasındaki açının  $60^\circ$  olduğu tesbit edilmiştir. Bakır levha üzerinde kaplı olan Sn, Ni, In, Au, Ag'in kalınlık ölçümleri bu geometride alınmıştır.

İnce film, levha, Cu kablo numunelerin ölçümleri ise transmisyon geometrisinde alınmıştır. Bakır üzerindeki Sn, Ni, In, Au, Ag numunelerin x-ışını şiddet oranı metodu, saçılan radyasyon metodu ve gravimetrik metot ile bulunan kalınlıklar Tablo 4.1-4.5'te verilmiştir. Tablolarda üç metot ile bulunan kalınlıklar arasında çok iyi uyum olduğu görülmektedir. Küçük farklılıklar ise büyük ölçüde gravimetrik usuldeki tartım hatalarından, XRS'te numune inhomojenitesinden ve ışınımın (uyarma ve ışımanın) istatistiki tabiatından kaynaklanabilir.

Mylar film üzerine Sn, Ni, In, Au, Ag elementlerinin buharlaştırılması ile elde edilen ince film şeklindeki numuneler için gravimetrik metot ve x-ışını şiddet oranı metodu ile bulunan kalınlıklar Tablo 4.6-10'da verilmiştir. Bu tablolardaki değerlerin incelenmesinden görüleceği üzere, kalınlık değerleri arasında iyi bir uyum vardır.

Sn, Ni, In, Au, Ag numuneler için ilgili enerjilerde kütle soğurma katsayıları J. H. Hubbell ve S. Seltzer'in tablolarından hesaplandı. Bu katsayılar

$$I = I_0 e^{-\mu x}$$

bağıntısında kullanılarak Au, Ag, Cu levha kalınlıkları, Sn, Ni, In, Ag, Au ve Ag ince film kalınlıkları, Cu kablo kalınlıkları tayin edildi.

$$\left( \frac{I_{K\alpha}}{I_{K\beta}} \right) = \left( \frac{I_{0K\alpha}}{I_{0K\beta}} \right) e^{[\mu(CuK\beta) - \mu(CuK\alpha)]\rho x}$$

şiddet oranı bağıntısı kullanılarak Cu levha üzerindeki Sn, Ni, In, Au, Ag kalınlıkları hesaplandı. Cu levha üzerindeki Sn, Ni, In, Au, Ag numuneleri için şiddet oranı metodu ve gravimetrik metot ile bulunan kalınlıkların şiddetin doğal logaritmasına karşı grafikleri çizildi. Cu levha üzerindeki Sn, Ni, In, Au, Ag numuneleri için şiddet oranı metoduna göre çizilen grafiklerin korelasyon katsayıları sırasıyla 0.99972, 0.99868, 0.99840, 1 ve 1'dir. Aynı numuneler için gravimetrik metoda göre çizilen grafiklerin korelasyon katsayıları sırası ile 0.99148, 0.99870, 0.98916, 0.99984, 0.99919'dur. Ayrıca şiddet oranı metodu ile bulunan kalınlıkların gravimetrik metot ile bulunan kalınlıklara karşı grafikleri çizildi. Bu grafiklerin korelasyon katsayıları ise 0.99526, 0.99996, 0.9999, 0.9999 ve 0.99916'dır.

$$N_c = I_0 G t_c S_c(\rho D)$$

bağıntısı kullanılarak saçılan radyasyon metodu ile Cu levha üzerindeki Sn, Ni, In, Au, Ag'nin kalınlıkları hesaplandı. Cu levha üzerindeki Sn, Ni, In, Au, Ag numuneleri için saçılan radyasyon metodu ve gravimetrik metot ile bulunan kalınlıkların şiddete karşı grafikleri çizildi. Cu levha üzerindeki Sn, Ni, In, Au, Ag numunelerinin saçılan radyasyon metoduna göre çizilen grafiklerin korelasyon katsayıları 1, 0.98865, 0.99547, 0.99902, 1'dir.

Sn, Ni, In, Au ve Ag ince filmlerin transmisyon metodu ve gravimetrik metot ile bulunan kalınlıklarının şiddetin doğal logaritmasına karşı grafikleri çizildi. Sn, Ni, In,

Au ve Ag ince filmlerin transmisyon metoduna göre çizilen grafiklerinin korelasyon katsayıları 0.99454, 0.99977, 0.99996, 0.99902, 0.99998'dir. Aynı numuneler için gravimetrik metoda göre çizilen grafiklerin korelasyon katsayıları sırası ile 0.99538, 0.99986, 0.9999, 0.99847, 0.99991'dir. Sn, Ni, In, Au ve Ag ince filmlerin transmisyon metodu ile bulunan kalınlıklarının gravimetrik metot ile bulunan kalınlıklara karşı grafikleri çizildi. Bu grafiklerin korelasyon katsayıları ise 0.99782, 0.99847, 0.99953, 0.99765, 0.99912'dir.

Au, Ag, Cu levha ve Cu kablo numuneler için transmisyon metodu ve mikrometre ile bulunan kalınlıklarının şiddetin doğal logaritmasına karşı grafikleri çizildi. Au, Ag, Cu levha ve Cu kablo numunelerin transmisyon metoduna göre çizilen grafiklerinin korelasyon katsayıları sırasıyla 1, 1, 1 ve 0.99772'dir. Transmisyon metodu ile bulunan kalınlıklarının mikrometre ile bulunan kalınlıklara karşı grafikleri çizildi. Bu grafiklerin korelasyon katsayıları ise sırasıyla 0.99768, 0.9995, 0.99975 ve 0.99561'dir.

Kalınlığa karşı çizilen  $\ln I$  (şiddetin doğal logaritması) grafiklerinden şiddetin artan kalınlıkla azaldığı görülmektedir. Kalınlığa karşı çizilen  $\ln I$  grafiği doğrusaldır. Bu grafiklerden görüleceği üzere kalınlıkla şiddetin doğal logaritması arasında çok iyi korelasyon vardır. Bu demektir ki, benzer numunelerin kalınlık veya kütle kalınlıkları bu grafiklerden veya korelasyon bağıntılarından sihatli bir şekilde bulunabilir.

Farklı metotlarla bulduğumuz kalınlıkların birbirine karşı çizilen grafikleri de doğrusaldır. Bu sonuçların doğruluğu açısından önemlidir. Ayrıca, Cu kablolar için çizilen kalınlığa karşı  $\ln I$  grafiğinden de açıkça görüleceği üzere farklı kalınlıktaki kabloların farklı usullerle bulunan değerleri arasında da çok iyi bir uyum vardır.

Sonuç olarak uygun geometri tayini yapıldı. Bunun için dedektörün pozisyonu sabit tutulup, kaynak çeşitli açılarda iken ölçümler alındı. Kaynak sabit tutulup dedektör çeşitli açılarda iken ölçümler alındı. Ayrıca hem dedektör hemde kaynak çeşitli açılarda iken ölçümler alındı. Bu ölçümlerden en verimli geometri Şekil 4.5.a'da

görülen kaynak ve dedektör arasındaki açının  $60^\circ$  olduğu geometridir. Sonra bu geometride bakır üzerine Sn, Ni, In, Au, Ag'nin buharlaştırıldığı numuneler için ölçüler alındı ve kaplama kalınlığının tahribatsız, kolay ve 10 dakika gibi kısa zamanda bulunabileceği görülmektedir. Bu usulle, bu geometride yapılan çalışma, numuneyi tahrip etmeden kalibrasyon standartlarının hazırlanmasına imkân vermesi açısından oldukça önemlidir.

Bakır üzerine Sn, Ni, In, Au, Ag'nin buharlaştırması ile elde edilen numunelerin şiddet oranı metodu ile bulunan kalınlıkları için rölatif hatalar sırasıyla 0.026, 0.017, 0.043, 0.023, 0.015'dir. Saçılan radyasyon yoluyla bulunan kalınlıklar için rölatif standart sapmalar  $11 \times 10^{-3}$ ,  $10 \times 10^{-3}$ ,  $9 \times 10^{-3}$ ,  $1.8 \times 10^{-3}$ ,  $3.8 \times 10^{-3}$ dür. Sn, Ni, In, Au ve Ag ince film numuneler için rölatif hatalar sırasıyla 0.034, 0.021, 0.018, 0.025, 0.016 dır. Au, Ag, Cu levha ve Cu kablo numuneler için rölatif hatalar ise 0.017, 0.035, 0.024 ve 0.032'dir.

**KAYNAKLAR**

- 1-Rössiger, V., Thomas, H. J., 1980, X-Ray Spectrom., 19, 211-217.
- 2-Vazquez, C., de Leyt, D. V., Riveros, J. A., 1988, X-Ray Spectrom., 17, 43-46.
- 3-Shen, R., Sanborg, A., 1983, Adv. X-Ray Anal., 26,431-436.
- 4-Wegrzynek, D., Holynska, B., Pilarski, T., 1993, X-Ray Spectrom., 22, 80-85.
- 5-Zimmerman, R. H., 1961, Adv. X-Ray Anal., 4, 335.
- 6-Scimeca, T., Andermann, G., 1987, Surface & Intersur. Anal., 10, 321-326.
- 7-Noma, T., Miyata, H., Ino, S., 1999, Jpn. J. Appl. Phys., 31, 900-903.
- 8-Araujo, M. F., Van Espen, P., Van Grieken, R., 1990, X-Ray Spectrom., 19, 29-33.
- 9-Strohmeier, B. R., 1990, Surface & Intersur. Anal., 15, 51-56.
- 10-Huang, T. C., Thin Solid Films, 1988, 157, 283-290.
- 11-Klocken Kamper, R., Von Bohlen, A., 1989, Spectrochim. Acta, 44B, 461-469.
- 12-Van Dyck, P. M., Van Grieken, R., 1980, Anal. Chem., 52, 1859-1864.
- 13-Van Espen, P., Van't Dack, L., Adams, F., Van Grieken, R., 1979, Anal. Chem., 51, 1961-1966.
- 14-Kalnicky, D. J., 1979, Anal. Chem., 49, 403-411.

- 15-Luzzi, G., Mazzei, A., Neri, A., Salmi, M., Spagnolo, G. S., 1980, *Thin Solid Films*, 67, 347-351.
- 16- Louie, M., Christy, R., 1987, *Thin Solid Films*, 154, 291-299.
- 17-Waldo, R. A., Militello, M. C., Gaarenstroom, S. W., 1993, *Surface & Interfacial Anal.*, 20, 111-114.
- 18-Cirone, R., Gigante, G. E., Gualtieri, G., Picozzi, P., Santucci, 1982, *Thin Solid Films*, 88, 81-85.
- 19-Giauque, R. D., 1994, *X-Ray Spectrom.*, 23, 160-168.
- 20-Van Willigen, J. H. H. G., Weber, H.T., Bos.M, Van Der Linden, W. E., 1982, *Anal. Chim. Acta*, 136, 379-384.
- 21-Bertin, E. P., 1970, *Princ. & Prac. of X-Ray Spectrom. Anal.*, 14, 621-627.
- 22-Markowicz, A. A., 1993, *Handbook of X-Ray Spectrometry*, 1, 1-33.
- 23-Jenkins, R., 1978, *X-Ray Fluores. Anal.*, 9, 625-626.
- 24-Erzeneoğlu, S., 1990, 59.5 keV Enerjili Gama Işınları Kullanarak Sn ve Ta'da Atom Başına Koherent Saçılma Diferansiyel Tesir Kesitlerinin Farklı Açılarda Ölçülmesi, Yüksek Lisans Tezi, 5-17, (yayınlanmamış).
- 25-Şahin, Y., 1989, *Çekirdek Fizikinin Esasları*, Atatürk Üniversitesi Fen Edebiyat Fak., Erzurum, 340.
- 26-Siegbahn, M., 1968, *Alpha-Beta and Gamma Ray Spectroscopy*, North-Holland, 5-17.

- 27-Tertian, R., Claisse, F., 1982, *Princ. & Prac. of X-Ray Spectrom. Anal.*, 29.
- 28-Semend, F., Schaupp, D., Czerwinski, H. ve Schumacher, M., 1987, *Phys. Rev.(A)* 36, 11.
- 29-Köksal, F., 1989, *Atom ve Molekül Fiziği*, Ondokuz Mayıs Üni., Samsun, 449.
- 30-Hardie, G., De Vries, J. S. ve Chiang C. K., 1988, *Phys. Rev.(C)*, 3, 1287.
- 31-Durak, R., Eğtuğrul, M., Erzeneoğlu, S., Kurucu, Y., Şahin, Y., 1995, *Appl. Spectros. Rev.*, 30, 1-11.
- 32-Eisberg, R., Resnick, R., 1974, *Quantum Physics*, Canada, 41.
- 33- Jenkins, R., 1978, *X- Ray Fluores. Anal.*, 9, 637-644.
- 34-Vazquez, C., de Leyt, D. V., 1990, *X-Ray Spectrom.*, 19, 93-96.
- 35-Van Espen, P., Van't dack, L., Adams, F., Van Grieken, R., 1979, *Anal. Chem.*, 51, 7, 961-966.
- 36-Hubbell, J. H., Seltzer, S. M., 1995, *NISTIR 5632*, 1-11.
- 37-Huang T.C., 1988, *Thin Solid Films*, 157, 283-290.
- 38-Cirone, R., Gigante, G. E., 1982, *Thin Solid Films*, 88, 81-85.
- 39-Bilge, A. N., 1975, *Nükleer Tekniklerin Endüstriye Uygulaması*, 4, 52-81.
- 40- Bertin, E. P., 1970, *Princ. & Prac. of X-Ray Spectr. Anal.*, 14, 624-627.

41- Bertin, E. P., 1970, Princ. & Prac. of X-Ray Spectr. Anal., 18, 811-816.

42-Spielberg, N., Abowitz, N., 1966, Anal. Chem., 38, 200-203.

43-Cameron J. F., Rhodes, J. R., 1963, Encyclopedia of X-Rays and Gamma Rays,  
150-156.

44-Ebel, H., 1970, Advan. X- Ray Anal., 13, 68-79.

