

ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
FİZİK ANABİLİM DALI

ENERJİ DİSPERSİV X-IŞINI TEKNİĞİNDE  $MoK\alpha$   
ve  $MoK\beta$  İÇİN ÖZ SOĞURMA DÜZELTMESİ

Lütfü DEMİR

Yönetici : Yrd.Doç.Dr.Yusuf ŞAHİN

Yüksek Lisans Tezi

## ÖZET

Bu çalışmada foton uyarmalı x- ışını spektrometresi kullanılarak molibden levhalar için deneysel özsoğurma katsayıları kalınlığa bağlı olarak bulunmuştur.

Spektrumların alınmasında 5,9 keV 'de yarı maksimumdaki tam genişliği 190 eV olan bir Ge(Li) sayacı ile irtibatlı ND-66B çok kanallı analizörü kullanılmıştır. Spektral analizlerde temel sayma hesaba katılmıştır. Ayrıca aynı deney geometrisinde farklı kalınlıktaki molibden levhalarla geçme (transmission) ölçümleri yapılmıştır.

Özsoğurma katsayılarının teorik ve deneysel olarak bulunan değerlerinin, levha kalınlığına karşı çizimlerinden elde edilen  $r^2$  değerleri, bu çalışmada teklif edilen metodun daha iyi sonuç verdiğini göstermiştir.

## SUMMARY

In this study self-absorption coefficients are found out dependent on the sample thickness of molybdenum foils by using a photon excited x-ray spectrometer.

The data were collected by a Ge(Li) detector (full-width at half maximum 190 eV for 5,9 keV) coupled to an ND 66B multi-channel analyser. The background subtraction are included the calculations of the spectral analysis. On the other hand photon transmission from the molybdenum samples of different thickness are measured at the same experimental geometry. Theoretical and experimental values of self-absorption correction coefficient are drawn versus sample thickness and the linear regression coefficient  $r^2$  are obtained. The comparison of the  $r^2$  values shows that the present experimental method gives the better results than the theoretical calculation for the self-absorption correction coefficient.

## TEŐEKKÖR

Bu alıőmanın gerekleőmesinde deęerli gÖrÖőleri ile yardımlarını esirgemeyen tez hocam Sayın Yrd.Do.Dr.Yusuf ŐAHİN'e en iten ŐÖkranlarımı arzederim.

alıőmalarım boyunca bana destek olan Arő.GÖr.Dr.Erdoęan BÖYÖKKASAP'a ve AtatÖrk Öniversitesi Fen-Edebiyat FakÖltesi Fizik BÖlÖmÖ elemanları ile Kazım Karabekir Eęitim FakÖltesi Fizik Eęitimi Anabilim Dalı'nın elemanlarına ve tezin yazılmasında emeięi geen Zekeriya Turan'a teőekkÖr ederim.

**İÇİNDEKİLER**

	<u>Sayfa</u>
ÖZET .....	i
SUMMARY.....	ii
TEŞEKKÜR.....	iii
İÇİNDEKİLER.....	iv
I. GİRİŞ.....	1
2. TEORİK BİLGİLER.....	3
2.1. X- Işınlarnnın Madde ile Etkileşmesi.....	3
2.1.1. X- Işınlarnnın Serbest Bir Elektron İle Etkileşmesi .....	4
2.1.2. Fotoelektrik Olay.....	6
2.2. Kütle Azaltma Katsayısı.....	8
2.3. X-Işınlarnnın Soğurma Kıyıları .....	9
2.4. Primer Floresans Şiddet.....	11
2.5. Floresans Şiddetin Numune Kalınlığıyla Değişimi .....	19
2.6. Soğurma ve Soğurma-Düzeltilme Katsayısı.....	22

3.	ÖZ SOĞURMA KATSAYISININ ÖLÇÜLMESİ .....	24
3.1.	Li Sürüklenmiş Katı-Hal Sayaçları .....	24
3.2.	Deney Sistemi ve Deney Geometrisi.....	30
4.	NUMUNELERİN HAZIRLANMASI VE ÖLÇÜLERİN ALINMASI....	33
4.1.	Numunelerin Hazırlanması.....	33
4.2.	Ölçülerin Alınması.....	33
5.	SONUÇ VE TARTIŞMA.....	43
	KAYNAKLAR.....	47

## GİRİŞ

X-ışınlarının Roentgen<sup>(1)</sup> tarafından keşfi araştırmacılara x-ışınlarının özelliklerini inceleme fırsatı vermiştir. Karakteristik x-ışını spektrumunu kullanarak kalite ve miktar analizi çalışmaları ilk olarak Moseley<sup>(2)</sup> tarafından 1913 yılında yapılmıştır.

1928'de Clocker ve Schreiber<sup>(3)</sup> ikincil x-ışını yayımlama spektrometresini uygulamaya koymuş, bundan yirmi yıl sonra, Friedman ve Birks<sup>(4)</sup> x-ışını fluoresans spektrometresinin ilk ticari modelini geliştirmişlerdir.

Element analizleri, analiz taleplerine göre üç ana başlıkta verilebilir.

1. Numunenin major bileşenlerinin ( $C_i > 0.01$ ) tayinleri yeni sentezlenen bileşiklerin formüllerinin bulunması, bilinen bileşiklerin saflık kontrolleri veya endüstriyel ürünlerin kalite kontrollerinin yapılması<sup>(5)</sup>.

2. Ancak düşük tayin sınırlarına sahip olan metodlar minör element ( $10^{-2} > C_i > 10^{-4}$ ) ve eser element ( $C_i < 10^{-4}$ ) tayinlerinin yapılması. Eser element analizleri özellikle yarı iletkenlerin ve reaktörlerde kullanılan maddelerin saflık kontrollerinde, hava ve su kirliliği denetimlerinde ve tıpta vücut sıvılarının tetkikinde kullanılmaktadır<sup>(6,7)</sup>

3. Minerallerin, kaynakların, yapı malzemelerinin ve katalizörlerin yüzeylerinde element dağılımlarının tesbitinin yapılması.

Spektroskopik metodlarla numunelerin kantitatif analizlerinde analit

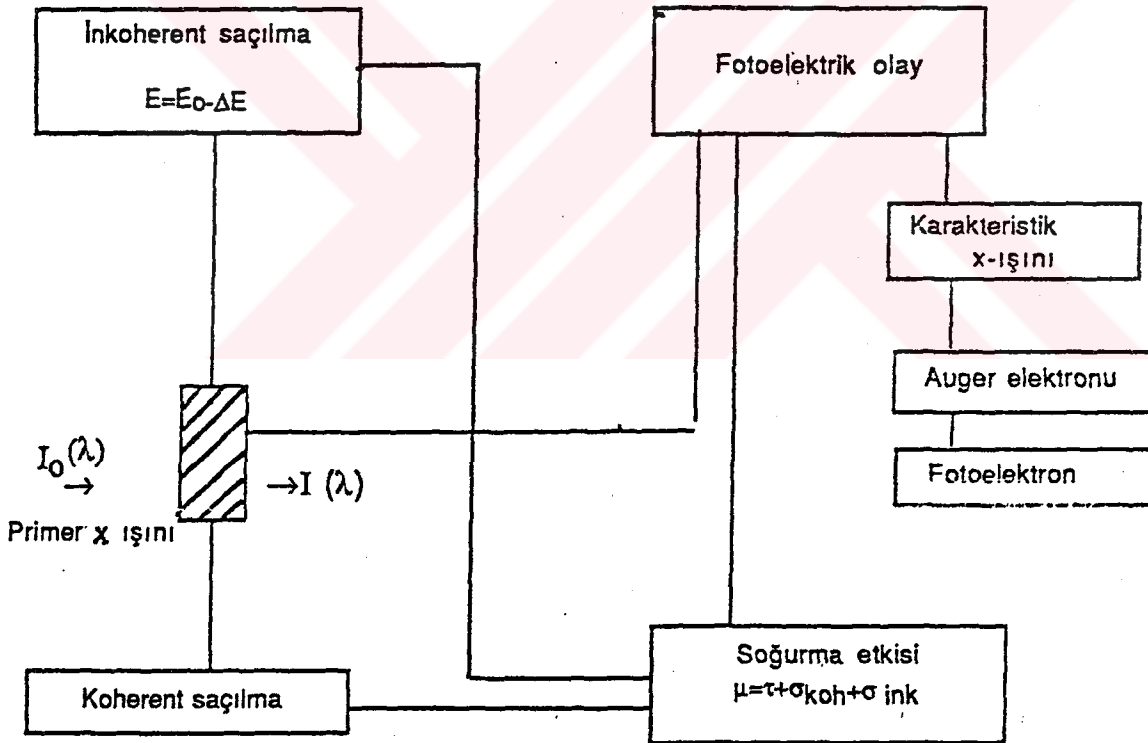
konsantrasyonları deęiřtirilerek kalibrasyon eyrileri hazırlanmaktadır. Bu kalibrasyon eyrileri hazırlanırken ya numune kalınlığı sabit kalmakta ya da ilave analit miktarı kalınlık artışının az olacağı düşünülerek analizi yapılacak numuneye fazladan ilave edilmektedir. Her iki halde de numune kompozisyonunun deęiřmesi söz konusu olup bu durumda soęurma ve řiddetlendirme etkilerinden dolayı lineerlikten bir sapma gözlenecektir. Ayrıca x-ışını spektrometrik çalışmaların çoęunda kalın numuneler kullanılmakta ve bu tür numunelerde gerek uyarıcı radyasyonun ve gerekse karakteristik x-ışınlarının numune maddesiyle etkileřmeleri söz konusu olup gerçek denel řiddetin bulunmasında bu sebeple de bir öz soęurma düzeltmesi gerekmektedir. Denel olarak ölçülen analit řiddetlerinin konsantrasyonuna karşı çizilen kalibrasyon eyrilerinde denel olarak lineerlik sağlamak amacıyla çalışılacak maddeden hazırlanmış farklı kalınlıklı numunelerde teorik ve denel yoldan öz soęurma düzeltmesi yapılmış ve bu denel düzeltme için yeni bir metod teklif edilmiştir.



## 2. TEORİK BİLGİLER

### 2.1. X- Işınları 'nın Madde ile Etkileşmesi

Elektromagnetik radyasyonun madde ile etkileşmesi modern fizikte çokça gösterilen karmaşık bir konudur.



Şekil 2.1. Elektromagnetik Radyasyonun Madde ile Etkileşmesi.

X ve  $\gamma$  ışınları menşeyleri ve dalga boyu aralıkları farklı olan elektromanyetik radyasyonlardır. Bu itibarla x- ışınlarının madde ile etkileşmesi ile ilgili olarak anlatılacak olanlar genelde  $\gamma$  ışınlarının madde ile etkileşmesi için de geçerlidir.

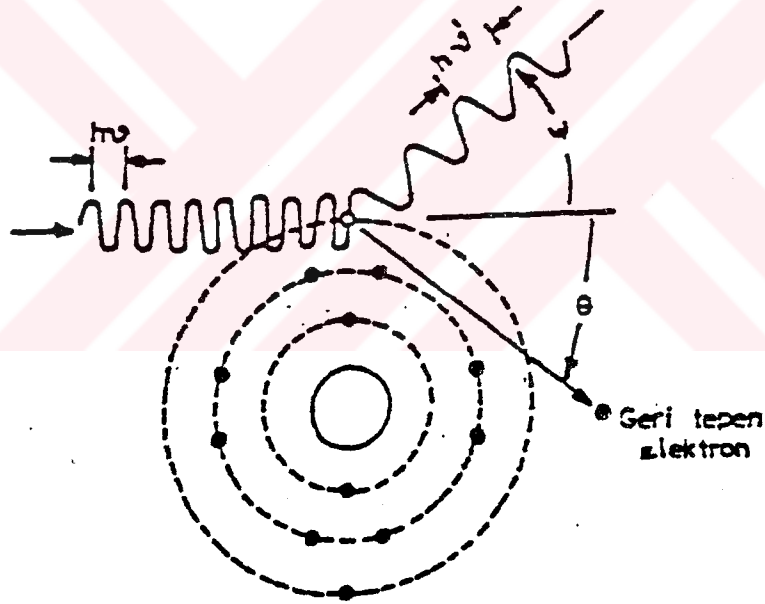
Burada sadece analitik olarak ölçülebilen x- ışınlarıyla ilgilenilecektir. x- ışını fotonları madde üzerine düştüğü zaman çeşitli olaylar meydana gelebilir (Şekil 2.1). Bu olayların meydana gelmesi, gelen pirimer ışın şuasının enerjisine, ışının monokromatiklik derecesine, saçıcı maddenin kristal yapısına ve atom numarasına sıkı sıkıya bağlıdır. X- ışını fotonunun madde ile etkileşmesin de iki temel olay baskındır. Bunlardan birincisi saçılma olayı diğeri ise fotoelektrik olaydır.

### 2.1.1. X- Işınlarının Serbest Bir Elektron İle Etkileşmesi.

X- ışınlarının madde tarafından saçılmasında elektronlar önemli bir rol oynamaktadır. X- ışınları ile madde arasındaki saçılma olaylarının hepsi, bir tek elektronla ilgili ( $I_e$ ) saçılma şiddeti vasıtasıyla incelenebilir.  $I_e$  birim alan başına  $I_0$  enerji akısına sahip polarize olmamış bir x- ışını şuasının bir klasik serbest elektrona çarpmasıyla, saniyede birim katı açılı başına saçılan enerjidir.  $I_e$  ile  $I_0$  arasında

$$I_e = 7,90 \times 10^{-26} \frac{1 + \cos \Phi}{2} I_0 \quad (2.1)$$

şeklinde bir bağıntı mevcut olup bu Thompson kanunu olarak da bilinmektedir. X- ışınlarının saçılmasını iki ayrı durumda ele almak gerekir. Bunlardan birincisi gelen foton ile saçılan fotonun aynı enerjiye veya dalga boyuna sahip olduğu saçılma ki bu saçılma koherent saçılma olarak adlandırılır. İkincisi ise saçılan fotonun enerjisinde veya dalga boyunda bir değişme meydana geleceği durumdur. Bu saçılma ise inkoherent veya Compton saçılması olarak bilinmektedir (şekil 2.2).



Şekil 2.2. Compton Saçılması.

Şekil 2.2'de görüldüğü gibi Compton saçılmasına uğrayan  $E_0$  enerjili bir foton enerjisinin bir kısmını elektrona aktararak  $E_{ink}$  enerjili bir foton olarak ilk doğrultusundan sapar. Gelen foton, saçılan foton ve geri tepen elektron aynı düzlemde olmak kaydıyla; saçılan foton ve saçılan elektron, gelen fotonun doğrultusuyla sırasıyla  $\Phi$  ve  $\theta$  açısı yapmışsa saçılan fotonun enerjisi; momentum ve enerjinin korunumuna göre

$$E_{ink} = \frac{E_0}{1 + (E_0/m_0c^2)(1 - \cos \Phi)} \quad (2.2)$$

şeklinde ifade edilebilir. Burada  $m_0 c^2 = 511$  keV olup, saçılmaya uğrayan fotonun dalga boyundaki değişme Angström biriminde

$$\Delta\lambda = \lambda_{ink} - \lambda_0 = 0.024 (1 - \cos \Phi) \quad (2.3)$$

ifadesiyle verilebilir.

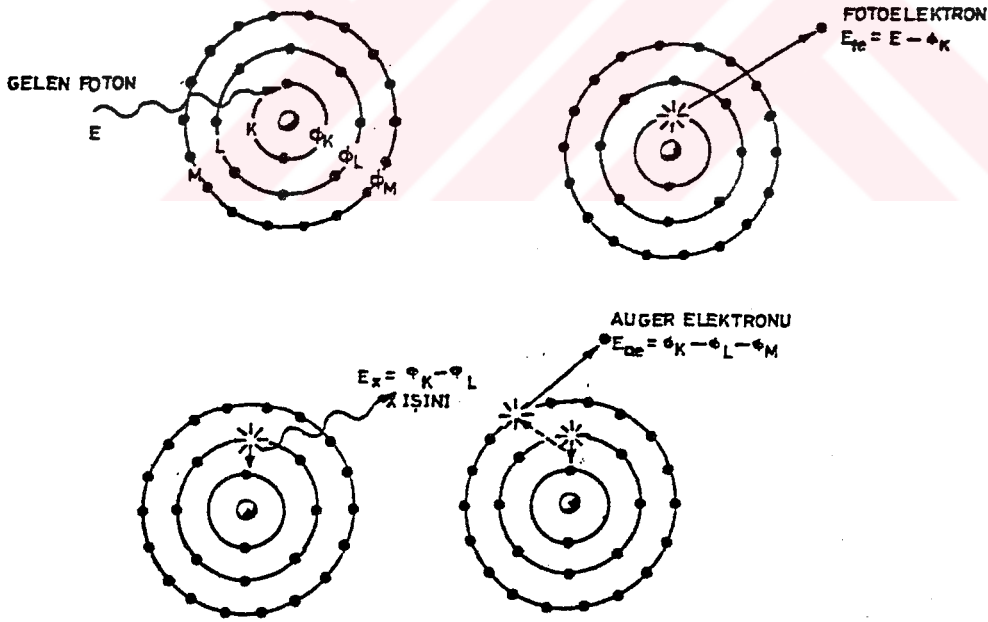
### 2.1.2. Fotoelektrik Olay

Enerjisi, atoma bağlı bir elektronun bağlanma enerjisinden büyük olan bir foton bağlı elektrona çarparsa elektron fotonun toplam enerjisini soğurarak serbest hale geçer. Bu elektron fotoelektron olarak adlandırılır ve bu olaya fotoelektrik olay denir. K elektronlarından birinin sökülmesiyle sonuçlanan bir fotoelektrik olay şekil 2.3'de şematik olarak

gösterilmiştir. Bu kabuktan sökülen elektronun enerjisi

$$E_{fe} = E - \Phi_K \quad (2.4)$$

şeklinde ifade edilir. Burada  $E$  gelen fotonun enerjisi,  $\Phi_K$  elektronun K tabakasına bağlanma enerjisidir. Bu şekilde K tabakasında oluşturulan boşluk, atomun kararsız bir halini gösterir. Neticede daha düşük bağlanma enerjili bir tabakadan bir elektron bu boşluğu doldurmak üzere K tabakasına geçer. Bu işlem sonucu, iki tabakanın bağlanma enerjileri arasındaki fark kadar enerjiye sahip bir foton yayımlanır. Atomdan yayımlanan bu foton karakteristik x- ışını olarak adlandırılır.



Şekil 2.3. Fotoelektrik Olay.

Oluşan karakteristik x-ışını her zaman atomu terk etmez, bazan bu foton atomun dış kabuğundaki elektronlardan birisini sökerek yok olur. Bu olaya Auger olayı, sökülen elektrona da Auger elektronu denir. Bir defada bir boşluk için karakteristik x-ışını yayımlanma ihtimali fluoresans verim ( $\omega$ ) olarak tanımlanır. Fluoresans verim 0 ile 1 arasında değerler alır. Küçük atom numaralı elementler için Auger elektronu yayımlanması büyük atom numaralılarıdakinden daha olasıdır. Büyük atom numaralı elementler için ise karakteristik x-ışını yayımı küçük atom numaralılarıdakinden daha olasıdır. Bunun sebebi küçük atom numaralı atomlarda iç kabuklar arası elektron geçişinden yayımlanan foton enerjisinin, dış kabukların soğurma kıyılarına büyük atom numaralılarıdakinden çok yakın olmasıdır.

## 2.2. Kütle Azaltma Katsayısı

Bir x-ışını demeti bir madde içinden geçerse fotonların bazıları madde atomları ile etkileşmeleri sonucu tutulurlar. Şiddeti  $I_0(E)$  olan x-ışını fotonlarının  $t(\text{cm})$  kalınlığındaki bir maddeyi geçtikten sonraki şiddeti

$$I(E) = I_0(E) \exp - \mu(E) \rho t \quad (2.5)$$

ile verilir. Bu denklem Beer-Lambert kanunudur. Burada  $\mu(E)$  toplam kütle azaltma katsayısı, ( $\text{cm}^2/\text{g}$ )  $\rho$  ise yoğunluktur ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ). Foton şiddetindeki azalmaya esas itibariyle fotoelektrik olay, Compton ve

koherent saçılmalar sebep olduğundan kütle azaltma katsayısı

$$\mu(E) = \tau(E) + \sigma_{koh} + \sigma_{ink} \quad (2.6)$$

şeklinde yazılabilir. Burada  $\tau(E)$  fotoelektrik kütle soğurma katsayısı olup, fotoelektrik etkiyi tarif eder.  $\sigma_{koh}(E)$  ve  $\sigma_{ink}(E)$  ise sırasıyla toplam koherent saçılma kütle azaltma katsayısı ve toplam inkoherent saçılma kütle azaltma katsayısıdır.

Fotoelektrik kütle soğurma katsayısı bir atomdaki tüm tabakalar için iyonlaşma ihtimaliyetini içerdiğinden dolayı, her bir tabakanın iyonlaşma ihtimaliyetleri toplamı şeklinde guruplara ayrılarak yazılabilir.

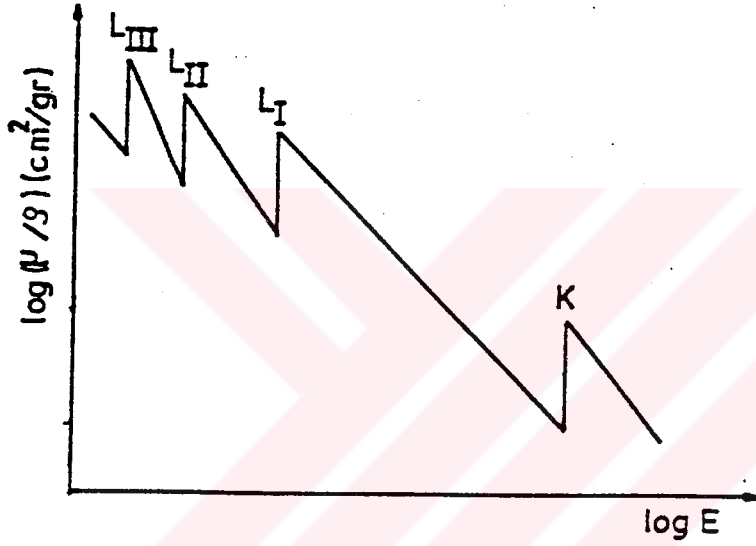
$$\tau = \tau_K + (\tau_{L1} + \tau_{L2} + \tau_{L3}) + (\tau_{M1} + \tau_{M2} + \tau_{M3} + \tau_{M4} + \tau_{M5}) + \dots \quad (2.7)$$

Buradaki her bir terim atomun temel alt tabakaları için fotoelektrik kütle soğurma katsayılarını temsil eder. Eğer gelen fotonun enerjisi bir temel tabakayı iyonize etmek için gerekli enerjiden küçük ise o zaman o tabaka için denklem (2.7)' de ki ilgili terim 0 olacaktır.

### 2.3. X- Işınlarnnın Soğurma Kıyıları

Bir elementin bir atomunun bilinen bir tabakasından bir elektron sökebilen minimum foton enerjisi (maksimum dalga boyu) o elementin

o tabakası için soğurma kıyısı olarak bilinir. Her elementin her bir tabaka ve alt tabakası için bir soğurma kıyısı mevcuttur. K,L<sub>1</sub>,L<sub>2</sub>,L<sub>3</sub> tabakalarına ait soğurma kıyıları ve E enerjisinin fonksiyonu olarak toplam kütle soğurma katsayılarının değişimi şematik olarak şekil 2.4'de logaritmik ölçekte verilmiştir.



Şekil 2.4. Enerji Soğurma Kıyıları.

Saf elementlerin homojen karışımından meydana gelmiş bir numunenin toplam kütle soğurma katsayısı

$$\mu = \sum_i w_i \mu_i \quad (2.8)$$

bağıntısından hesaplanabilir. Burada  $\mu_i$  numune içerisinde  $w_i$  ağırlık kesri ile bulunan  $i$ . elementin toplam kütle soğurma katsayısıdır.



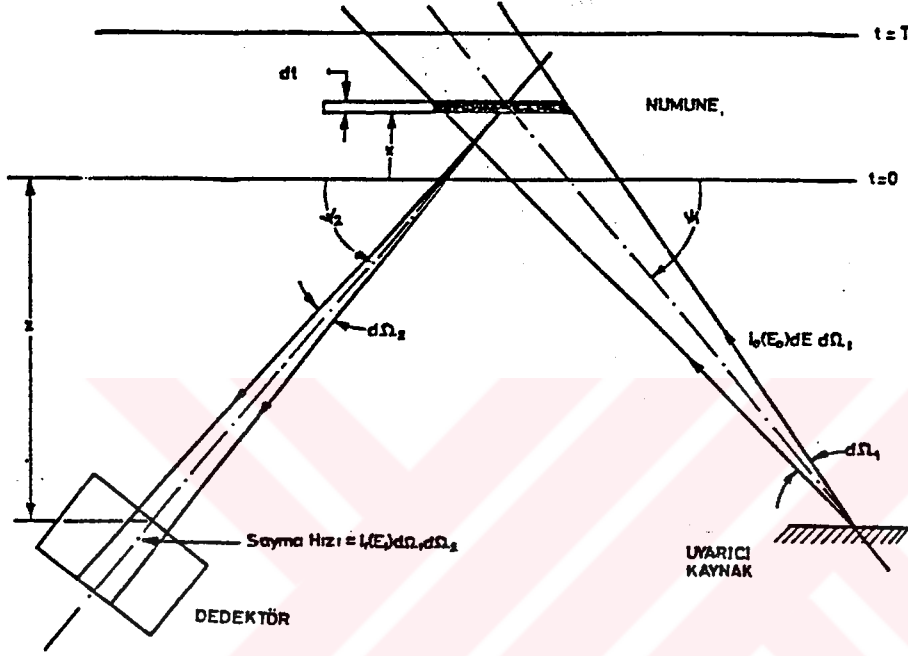
#### 2.4. Primer Floresans Şiddet

Atomdan karakteristik x- ışınları yayımlanması fotoelektrik etkileşme, elektron yakalanması ve parçacık çarpması sonucu meydana gelmektedir. Her hangi bir uyarıcı kaynaktan birim zamanda,  $d\Omega_1$  diferansiyel katı açı içerisinde ve  $E_0$  ile  $E_0+dE_0$  enerji aralığında yayımlanan  $\gamma$  ışını fotonlarının sayısı  $I_0(E_0) dE_0 d\Omega_1$  ile verilir. Yapılacak hesaplamaları basitleştirmek için nokta kaynaktan yayımlandıkları kabul edilen bu fotonlar şekil 2.5'de görüldüğü gibi  $\psi_1$  gelme açısı altında numune yüzeyine ulaşırlar. Numune yüzeyinden  $x$  kadar içeride  $dx$  kalınlığında bir diferansiyel hacim elemanının yüzeyine ulaşan  $\gamma$  ışını fotonlarının sayısı hesaplanabilir. Bu diferansiyel hacim elemanına ulaşabilmek için numune yüzeyine gelen  $\gamma$  ışını fotonları  $x \mu \cos \psi_1$  değerinde bir etkin numune kalınlığını geçmelidirler.

Bu kalınlığı geçip diferansiyel hacim elemanına varan  $\gamma$  ışını fotonlarının sayısı

$$I_1 = I_0(E_0) dE_0 d\Omega_1 \exp [-\mu(E_0) x \mu \cos \psi_1] \quad (2.9)$$

ifadesi ile verilir. Burada  $\mu(E_0)$  ( $\text{cm}^2/\text{g}$ ),  $E_0$  enerjili foton için numunenin toplam kütle azaltma katsayısı,  $\rho$  ise numunenin yoğunludur.



Şekil 2.5. Primer Floresans Şiddetin Hesaplanması İçin Uygun Bir Geometri

$\gamma$  ışınları  $dx csc \psi_1$  kalınlığındaki bu diferansiyel hacim elemanını geçerken hacim elemanında meydana gelen fotoelektrik etkileşmelerin sayısı

$$\begin{aligned}
 I_2 &= I_1 \tau(E_0) \rho dx csc \psi_1 \\
 &= I_0(E_0) \tau(E_0) \rho dx csc \psi_1 dE_0 d\Omega_1 \exp[-\mu(E_0) \rho x csc \psi_1] \quad (2.10)
 \end{aligned}$$

ifadesi ile verilir. Burada  $\tau(E_0)$  numunenin toplam fotoelektrik kütle soğurma katsayısıdır ve numuneyi meydana getiren elementlerin toplam fotoelektrik kütle soğurma katsayılarının ağırlıklı ortalaması :

$$\tau(E_0) = \sum_m w_m \tau_m(E_0) \quad (2.11)$$

Burada  $w_m$  numunedeki m. elementin ağırlık kesri,  $\tau_m(E_0)$  ise m. elementin toplam fotoelektrik kütle soğurma katsayısıdır. Numunede i. element ile ilgilenildiğinde bu element ile ilgili fotoelektrik etkileşmelerin sayısı

$$\begin{aligned} I_3 &= \frac{w_i \tau_i(E_0)}{\tau(E_0)} I_2 \\ &= \frac{\tau(E_0) w_i \tau_i(E_0)}{\tau(E_0)} \rho dx csc\psi_1 dE_0 d\Omega_1 \exp[-\mu(E_0) \rho x csc\psi_1] \\ &= I_0(E_0) w_i \tau_i(E_0) \rho dx csc\psi_1 dE_0 d\Omega_1 \exp[-\mu(E_0) \rho x csc\psi_1] \quad (2.12) \end{aligned}$$

olarak bulunur. i. elementle ilgili  $\tau_i(E_0)$  terimi, uyarıcı fotonun enerjisi  $E_0$ 'ın elektronun bağlanma enerjisi  $\Phi$  den büyük olduğu bütün atomik kabuklardaki iyonlaşmalar için hesaplanabilirler. Burada i. elementin sadece K ışınlarının ölçüleceği kabul edilirse K kabuğunun iyonlaşma hızı

$$I_4 = \frac{\tau_{ki}(E_0)}{\tau_i(E_0)} I_3$$

$$= \frac{\tau_{ki}(E_0)}{\tau_i(E_0)} I_0(E_0) w_i \tau_i(E_0) \rho dx csc\psi_1 dE_0 d\Omega_1 \cdot \exp[-\mu(E_0)\rho x csc\psi_1] \quad (2.13)$$

ifadesinden bulunabilir. Burada  $\tau_{ki}(E_0)$  i.elementin sadece K kabuğu için fotoelektrik kütle soğurma katsayısıdır. Pratikte  $\tau_{ki}(E_0)$ 'in tablo haline getirilmiş gerçek değerlerini bulmak zordur. Diğer taraftan  $\tau_i(E_0)$ 'in uygun değerleri tablolar halinde verilmiştir<sup>(8)</sup>.

$\tau_{ki}(E_0)$  için yaklaşık bir ifade

$$\tau_{ki}(E_0) \approx \frac{r_k^{-1}}{r_k} \tau_i(E_0) \quad (2.14)$$

şeklinde olup burada

$$r_k \approx \frac{\tau_+(\Phi_k)}{\tau_-(\Phi_k)} \approx \frac{\tau_i(E_0)}{\tau_i(E_0) - \tau_{ki}(E_0)} \quad (2.15)$$

K kıyısı atlama oranıdır. Buradaki  $\tau_+(\Phi_k)$  ve  $\tau_-(\Phi_k)$  soğurma kıyısında sırasıyla fotoelektrik kütle soğurma katsayısının alabildiği maksimum ve minimum değerlerdir. Bilinen bu değerler ve  $\tau_i(E_0)$ 'in tablo değerleri kullanılarak (2.14) bağıntısından  $\tau_{ki}(E_0)$  bulunabilir.

İyonlaşmadan sonra meydana gelen K kabuğundaki boşluklar, daha düşük bağlanma enerjili diğer tabakalardan elektron geçişleriyle

doldurulur. Bu geçişlerde bazan Auger elektronları, bazan da karakteristik K x- ışınları yayımlanır. K kabuğuna ait fluoresans verim  $\omega_K$  olmak üzere i. elementten K x- ışınlarının yayımlanma hızı

$$I_5 = \omega_{ki} I_4 \quad (2.16)$$

$$= \omega_{ki} I_0(E_0) w_i \tau_{ki}(E_0) \rho dx csc \psi_1 dE_0 d\Omega_1 \exp[-\mu(E_0) \rho x csc \psi_1]$$

şeklinde ifade edilir. Eğer K serisi çizgilerinden sadece  $E_i$  enerjili olanla ilgileniliyorsa ve bu çizgi K serisinin toplam foton hızının  $f$  kesrini gösteriyorsa o zaman analiz edilen çizgideki fotonun yayımlanma hızı

$$I_6 = f I_5$$

$$= f \omega_{ki} I_0(E_0) w_i \tau_{ki}(E_0) \rho dx csc \psi_1 dE_0 d\Omega_1 \cdot \exp[-\mu(E_0) \rho x csc \psi_1] \quad (2.17)$$

şeklinde ifade edilir. Bu fotonlar bütün yönlerde izotropik olarak yayımlanmışsa dedektöre doğru,  $\psi_2$  yayımlanma açısıyla  $d\Omega_2$  diferansiyel katı açı içinde foton yayımlanma hızı

$$I_7 = \frac{d\Omega_2}{4\pi} I_6$$

$$= \frac{f \omega_{ki}}{4\pi} I_0(E_0) w_i \tau_{ki}(E_0) \rho dx csc \psi_1 dE_0 d\Omega_1 d\Omega_2 \cdot \exp[-\mu(E_0) \rho x csc \psi_1] \quad (2.18)$$

olur. Bu karakteristik x- ışınları numuneden çıkmadan önce  $x \csc \psi_2$  kalınlığında soğurulabilirler. Soğurulmaya uğramayan fotonların numuneden yayılma hızı

$$I_8 = I_7 \exp[-\mu(E_i) x \csc \psi_2]$$

$$= \frac{f \omega_{ki}}{4\pi} I_0(E_0) w_i \tau_{ki}(E_0) \rho dx \csc \psi_1 dE_0 d\Omega_1 d\Omega_2$$

$$\cdot \exp[-\mu(E_0) \rho x \csc \psi_1 - \mu(E_i) \rho x \csc \psi_2] \quad (2.19)$$

şeklinde ifade edilir. Burada  $\mu(E_i)$ ,  $E_i$  karakteristik x- ışını için numunenin toplam kütle azaltma katsayısıdır.  $E_i$  Enerjili bir foton için dedektör verimi  $\varepsilon(E_i)$  ise o zaman fotonların dedekte edilme hızı

$$I dx dE_0 = \varepsilon(E_i) I_8 \quad (2.20)$$

olarak bulunur. Bu değer,  $E_0$  dan  $E_0 + dE_0$  enerjileri arasındaki bir uyarma spektrumu bölgesi için  $x$  ten  $x + dx$  e kadar olan diferansiyel hacim elemanının şiddete katkısıdır. Tüm numune kalınlığından katkıyı elde etmek için  $x=0$  ve  $x=T$  aralığında bu ifadenin integralinin alınması gereklidir. İşlemleri kolaylaştırmak için integral alımında  $\psi_2$  sabit kabul edilebilir. Numune kalınlığının numune-dedektör mesafesi yanında çok küçük olmasından dolayı bu kabul önemli bir hataya sebep olmaz.

Ayrıca bu ifadenin K kabuğunu iyonlaştırabilecek enerji aralığında da integralin alınması gereklidir. Bu enerji aralığı K kabuğu elektronlarının bağlanma enerjisi  $\Phi_K$  dan  $E_{max}$  a kadar genişler.  $E_{max}$ , uyarma spektrumunda maksimum enerjidir. Böylece denklem 2.20 den  $d\Omega_1$ ,  $d\Omega_2$  katı açıları için foton sayma hızı.

$$I_{iK}(E_i) d\Omega_1 d\Omega_2 = \int_{E_0 = \Phi_K}^{E_{max}} \int_{x=0}^T I dx dE_0 = \int_{E_0 = \Phi_K}^{E_{max}} \int_{x=0}^T \varepsilon(E_i) I_0$$

$$I_{iK}(E_i) d\Omega_1 d\Omega_2 = \int_{E_0 = \Phi_K}^{E_{max}} \int_{x=0}^T \frac{\hbar \omega_{ki}}{4\pi} W_i \tau_{ki}(E_0) \varepsilon(E_i) p c s c \psi_1 d\Omega_1 d\Omega_2$$

$$\cdot \exp[-\mu(E_0) p x c s c \psi_1 - \mu(E_i) p x c s c \psi_2] I_0(E_0) dE_0 \quad (2.21)$$

şeklinde yazılabilir. Gerekli sadeleştirmeler yapılarak x'e göre integral alınır

$$\begin{aligned}
I_{iK}(E_i) &= \int_{E_0 = \phi_k}^{E_{\max}} \frac{\Gamma \omega_{ki}}{4\pi} w_i \tau_{ki}(E_0) \varepsilon(E_i) \rho \csc \psi_1 \left[ - \frac{1}{\mu(E_0) \csc \psi_1 + \mu(E_i) \csc \psi_2} \right. \\
&\quad \left. \cdot \exp\{-\rho \mu(E_0) x \csc \psi_1 - \mu(E_i) \rho x \csc \psi_2\} \right] I_0(E_0) dE_0 \\
&= \int_{E_0 = \phi_k}^{E_{\max}} \frac{\Gamma \omega_{ki}}{4\pi} w_i \tau_{ki}(E_0) \varepsilon(E_i) \csc \psi_1 \\
&\quad \cdot \left[ \frac{1 - e^{-\mu(E_0) \rho T \csc \psi_1 - \mu(E_i) \rho T \csc \psi_2}}{\mu(E_0) \csc \psi_1 + \mu(E_i) \csc \psi_2} \right] I_0(E_0) dE_0 \quad (2.22)
\end{aligned}$$

bulunur. Eğer uyarıcı kaynak monokromatik ise şiddete ait ifade

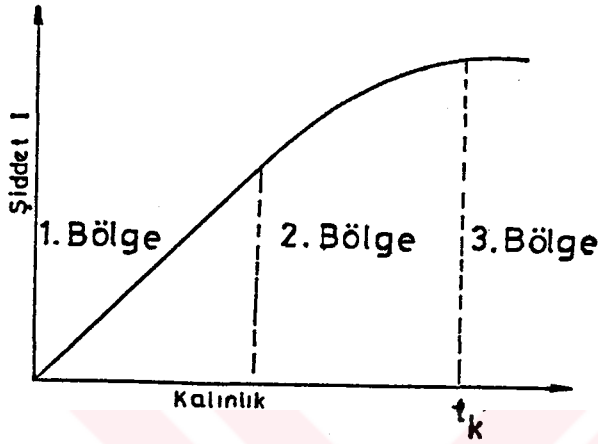
$$\begin{aligned}
I_{iK}(E_i) &= \frac{\varepsilon(E_i)}{4\pi \sin \psi_1} w_i \tau_{ki}(E_0) \omega_{ki} \Gamma \\
&\quad \cdot \left[ \frac{1 - \exp\{-\rho T [\mu(E_0) \csc \psi_1 + \mu(E_i) \csc \psi_2]\}}{\mu(E_0) \csc \psi_1 + \mu(E_i) \csc \psi_2} \right] I_0(E_0) \quad (2.23)
\end{aligned}$$

şeklinde elde edilebilir (9)



## 2.5. Floresans Şiddetin Numune Kalınlığıyla Değişimi

Matris etkilerinden dolayı numuneden yayımlanan karakteristik x-ışınlarının şiddetlerinde azalma veya artma olmaktadır. Bu etkiler, gelen uyarıcı radyasyonun ve yayımlanan karakteristik x-ışınının numune içerisinde alacağı yolun çok kısa olması ve bu kalınlıkta aşırı derecede soğurulmaması yüzünden ince film şeklindeki numunelerde minimuma iner ve hatta ortadan kalkabilir. Böylece bir numunedeki her bir atomun gelen uyarıcı radyasyonu soğurması ve x-ışını yayımlanması 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 metod ve bilinen bileşime sahip ince film numunelerden kalınlık ölçümü üzerine bir metod için temel teşkil eder. Şekil ( 2.6 )'da görüldüğü gibi ince film şeklindeki numuneler şiddet kalınlıkla lineer olarak artarken orta kalınlıkta film şeklindeki numunelerde şiddet artan kalınlıkta aynı hızla artmamaktadır. Çünkü kalınlık arttıkça hem primer fotonlar için hem de sekonder x-ışınları için azaltma etkisi numune kalınlığıyla artmaktadır. 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 fotonlarınkinden daha küçük olduğundan bunların yüzeye çıkma ihtimali daha da küçük olacaktır.



Şekil 2.6.Kalınlığa Karşı Şiddet Değişimi.

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 numune muhtevasına bağlı olarak farklı numuneler ve analitler için farklı olacaktır. Verilen bir numune için kritik kalınlığın tanımı kullanılarak (2.23) bağıntısından

$$I_k = \frac{\varepsilon(E_i)}{4\pi \sin\psi_1} w_i \tau_{ki}(E_o) \omega_{ki} f \left[ \frac{1}{\mu(E_o) \csc\psi_1 + \mu(E_i) \csc\psi_2} \right] I_o E_o \quad (2.24)$$

elde edilebilir. Kritik kalınlığın ötesinde şiddette bir artış olmaması düşüncesi

$$\frac{I_{iK}}{I_K} = 1 - \exp[-\mu (E_0) \csc\psi_1 - \mu (E_1) \csc\psi_2] \rho T \quad (2.25)$$

ifadeseni verir. Sonsuz kalınlığın bulunmasından 1 sabiti yerine keyfi olarak  $I_{iK} / I_K = 0.999$  değeri seçilmekte ve yukarıdaki eşitlikte ölçülen değerler kullanılarak  $t_k$  bulunabilmektedir. Şekil (2.6)'da verilen kalınlık-şiddet grafiğinin lineer olduğu birinci bölgeye ince film bölgesi denilmekte ve bu bölge için

$$\frac{I_{iK}}{I_K} \leq 0.1$$

yazılabilmektedir<sup>(10)</sup>. Bu kıstas, numunenin kütle kalınlığının, kritik kütle kalınlığının yüzde birine düşmesine yada şiddetin, kritik kalınlıktaki şiddetin onda birine düşmesine karşılık gelmektedir.

## 2.6. Soğurma ve Soğurma-Düzeltilme Katsayısı

Ölçülen analit-çizgi şiddeti üzerine matris kompozisyonunun etkileri değişik olarak matris, interelement, öz soğurma (self absorption) ve soğurma-şiddetlendirme etkileri olarak bilinmektedir. Bu terimlerden matris etkisi analitin şiddet üzerindeki etkilerini hariç tutarken, interelement etkisi ancak bir tek elementin varlığı veya çok hafif bir matris içinde büyük foton enerjisine sahip bir elementin varlığı durumunda öz soğurmayı hariç tutar. Öz soğurma ise şiddetlendirme etkisini hesaba katmaz. Bu sebeplerden dolayı soğurma-şiddetlendirme etkileri tercihen kullanılmaktadır.

Soğurma-şiddetlendirme etkileri şunlardan kaynaklanmaktadır :

1. Matris primer x-ışınlarını (uyarma radyasyonunu) soğurur (primer soğurma etkisi), ancak bu soğurmada matrisin soğurma katsayısı analitin soğurma katsayısından küçük yada büyük olabilir. Matris analiti uyarmakta etkili primer radyasyonu, analitten daha fazla soğurur veya daha kolay geçmesini (transmission) sağlar.
2. Matris ikincil analit-çizgi radyasyonunu soğurur (sekonder soğurma etkisi) . Bu soğurmada matrisin soğurma katsayısı analitin soğurma katsayısından farklı olabilir. Dolayısıyla bu ışınların geçme veya soğurulmasında da fark meydana gelebilir.
3. Matris elementleri kendi karakteristik çizgilerini yayımlarlar ve bu çizgilerden analitin soğurma kıyasından daha büyük enerjili olanlar analiti uyurarak primer ışınların ortaya çıkardığı şiddeti artırır(11)

(şiddetlendirme).

Birçok araştırmacı uyarıcı radyasyonun ve analite ait karakteristik x-ışınlarının soğurulmasını hesaba katan

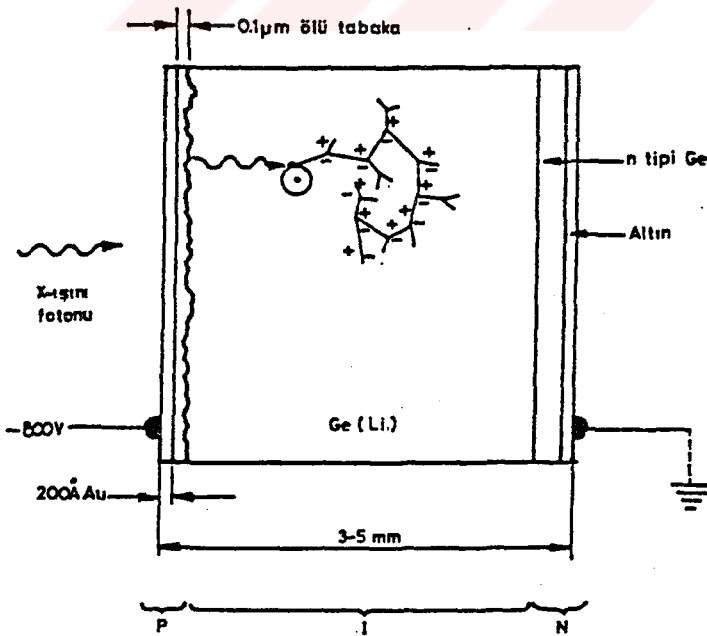
$$\beta = \frac{1 - \exp [-(\mu_1 \text{csc}\psi_1 + \mu_2 \text{csc}\psi_2) t]}{(\mu_1 \text{csc}\psi_1 + \mu_2 \text{csc}\psi_2) t} \quad (2.26)$$

ifadesine göre soğurma düzeltmesi yapmışlardır<sup>(12)</sup>. 2-23 ifadesi incelendiğinde bu terimin oradan alındığı ve bu terim dışında kalan terim ve parametrelerin sabit olduğu görülmektedir. O halde  $I_{iK} \propto C_i$  ve  $I_{iK} \propto t$  grafiklerinde lineerlikten pozitif veya negatif bir sapma olacaksa bunun sorumlusu  $\beta$  olmalıdır.

### 3. ÖZ SOĞURMA KATSAYISININ ÖLÇÜLMESİ

#### 3.1. Li Sürüklenmiş Katı Hal Sayaçları

X-ışını şiddetinin ölçülmesinde Si(Li) ve Ge(Li) yarı iletken sayaçları çok yaygın olarak kullanılmaktadır. Lityum sürüklenmiş bir katı-hal sayacı pozitif ve negatif (p-tipi ve n-tipi ) bölgeleri arasında hassas (intrinsik veya i-tipi) bölgeye sahip bir tek kristalden ibarettir. Yani bu sayaçlar p-i-n tipi bir diyottur. Hassas bölge, kontrollü şartlar altında p-tipi germanyuma (veya silikona) Li sürüklenerek elde edilir. Sayaç yüzeyinin üzerindeki ince p-tipi tabaka aktif değildir. Sayma işlemine katkısı olmayan bu tabakaya ölü tabaka denilmektedir. Sayacın en önemli iki geometrik özelliği alanı ve kalınlığıdır. Sayaç alanı arttıkça geometrik verim artar, ancak rezolüsyon azalır. Soğurma verimliliği sayaç kalınlığı ile artar.



Şekil 3.1. Li Sürüklenmiş Bir Katı-hal Sayacının Şematik Gösterimi.

Sayaç en uygun rezolüsyonu sağlamak ve gürültüyü azaltmak için sıvı azot sıcaklığında (-196°C) çalıştırılmalıdır. Ayrıca Lityum oda sıcaklığında çok yüksek difüzyon hızına sahip olduğundan Si(Li) ve Ge(Li) sayaçlarının daima sıvı azot sıcaklığında bulundurulması gereklidir. Katıhal sayaçları çalışırken sayaca 300-1000 voltluk bir ters besleme voltajı uygulanır. Böylece meydana getirilen elektrik alan, serbest yük taşıyıcılar bölgesi adı verilen hassas bölgenin genişlemesini sağladığı gibi sayaçta meydana gelen elektron ve hole serbest yüklerinin süpürülerek ön amplifikatöre geçmelerini sağlar.

Katıhal sayaçlarının diğer sayaçlara üstünlükleri, yüksek ayırma gücüne sahip olmaları, kararlı olmaları ve az gerilime ihtiyaç duymalarıdır. Bu tip sayaçlarda ayırma gücü, tam enerji pikinin yarı yükseklikteki genişliği olarak tarif edilir ve bu genişlik

$$w_i = 2.36 (E\varepsilon)^{1/2}$$

ile verilir. Burada E radyasyonun eV olarak enerjisi,  $\varepsilon$  bir elektron-hole çiftinin meydana gelmesi için eV cinsinden gerekli enerjidir.

Yüksek ayırma gücü yanında foton spektrometresinde, sayacın verimide önemli olmaktadır. Katı-hal sayaçlarının dezavantajları, verimlerinin sintilasyon sayaçlarına göre az olmasıdır.

E enerjili fotonlar için bir yarıiletken sayacın dedeksiyon verimi

$$\varepsilon_E = \varepsilon_R G(E) \quad (3.1)$$

şeklinde yazılabilir<sup>(13)</sup>. Burada  $G(E)$  geometri faktörü ve  $\epsilon_R$  ise

$$\epsilon_R = \epsilon_a f_a f_{Au} f_d f_e f_c \epsilon_s \quad (3.2)$$

ile verilen relatif dedeksiyon verimidir. Burada  $\epsilon_a$  tüm yük toplanmalarının vukuu bulduğu dedektörün hassas hacminin intrinsik verimi,  $f_a, f_{Au}$  ve  $f_d$  sırayla dedektör yüzeyi ve dışındaki maddelerdeki (Be pencere, hava v.s.) azaltmalar için , dedektör yüzeyindeki ince altın kontaktaki azaltmalar için ve Au ile hassas hacim arasındaki ölü tabaka için düzeltme çarpanlarıdır.  $f_e$  ve  $f_c$  ise sayacın kendi x-ışınlarının hassas hacimden kaçmaları ve kolimasyon etkileri için düzeltme çarpanlarıdır.  $\epsilon_s$  toplam yük toplanması için verimdir.

Genellikle dedeksiyon verimi sayılacak foton enerjisine göre iki bölgede incelenir. Birinci bölgenin üst sınırı germanyum için 60 keV silisyum için 25 keV dir. İkinci bölge ise bu sınırlamadan daha büyük enerjiler ihtiva eder.

Düşük enerjilerde dedektörün intrinsik verimi

$$\epsilon_a = 1 - \exp(-\mu_t d) \quad (3.3)$$

ile verilir; ki burada  $\mu_t$  toplam azaltma katsayısı,  $d$  ise doğru hassas derinliktir.

Dedektör yüzeyiyle kaynak arasındaki düzeltme çarpanı



$$f_a = \exp [\sum (-\mu_i x_i)] \quad (3.4)$$

ile verilir. Burada  $\mu_i$  i. elementin toplam azaltma katsayısı,  $x_i$  ise i. soğurucunun kalınlığıdır.

Altın tabaka düzeltmesi bu tabakanın ortalama kalınlığı tayin edilerek yapılır.

Yüzeylerden kaçmalar ihmal edilirse hassas hacimden K x-ışınlarının kaçma kesri

$$1 - f_e = \frac{\mu(\kappa) \omega_\kappa}{2 \mu_\gamma} \left\{ k_\alpha \left[ 1 + \frac{\mu_{K\alpha}}{\mu_\gamma} \ln \left( \frac{\mu_{K\alpha}}{\mu_{K\alpha} + \mu_\gamma} \right) \right] + k_\beta \left[ 1 + \frac{\mu_{K\beta}}{\mu_\gamma} \ln \left( \frac{\mu_{K\beta}}{\mu_{K\beta} + \mu_\gamma} \right) \right] \right\} \quad (3.5)$$

ile verilir. Burada  $\mu(\kappa)$  ve  $\mu_\gamma$ , K kabuğu fotoelektrik ve gelen fotonlar için toplam azaltma katsayısı ;  $k_\alpha$  ve  $k_\beta$ , K x-ışınlarının  $K_\alpha$  ve  $K_\beta$  guruplarındaki kesirleri ;  $\mu_{K\alpha}$  ve  $\mu_{K\beta}$  sayacın yayımladığı K x-ışınları için toplam azaltma katsayıları ve  $\omega_\kappa$  ise Ge (Li) için K kabuğu fluoresans verimidir.

Kolimasyon düzeltmesi düzgün bir kolimatör için

$$f_c = 1 + \frac{\epsilon_A' G'}{\epsilon_A G} \exp(-\mu_c x_c) \quad (3.6)$$

ifadesiyle verilebilir. Burada  $x_c$  kolimatör kalınlığı,  $\mu_c$  ise kolimatör maddesinin azaltma katsayısıdır. Üslü nicelikler kolimatör altındaki hassas hacime aittirler. Üssüzler ise kolime edilmemiş bölgelere aittirler.

Yük toplama faktörü tamamlanmamış yük toplanmaları için düzeltme yapmak içindir.

Yarıçapı  $a$  olan bir dedektör yüzeyinden  $r$  mesafede bulunan bir nokta kaynakla yapılan sayımlar için geometri faktörü

$$G(E) = 1/2 (1 - [r + Z(E)]\{[r + Z(E)]^2 + a^2\}^{-1/2}) \quad (3.7)$$

ile verilebilir. Burada  $Z(E)$ ,  $E$  enerjili fotonlar için ortalama etkileşme derinliği olup dedektörün yan yüzlerinden foton kaçmalarını hesaba katar.

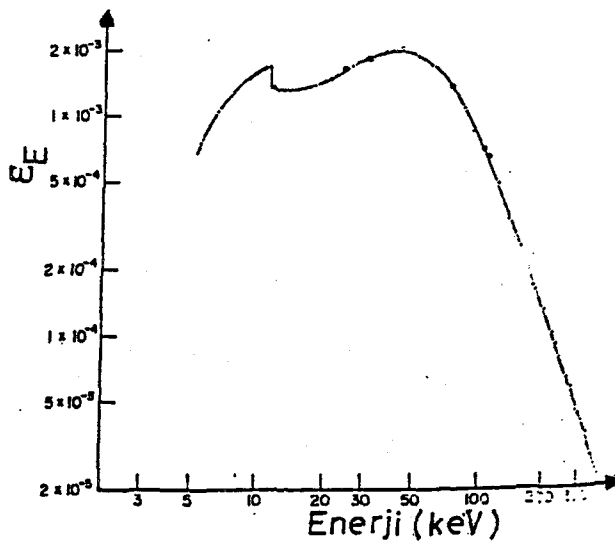
Kaynak-dedektör mesafesi,  $B_e$  pencere kalınlığı, altın kontak kalınlığı, germanyum (veya silisyum) ölü tabaka kalınlığı, hassas derinlik, fotonlar için hassas alan, yük toplanma verimi ile ilgili model parametreleri deneysel yoldan bulunabilir.

Bir dedektörün belli bir enerji için verimi, standart bir kaynağın "standard" bir mesafede kullanılmasıyla elde edilecek tam enerji pikleri (TEP) vasıtasıyla bulunabilir. Bu yolla bulunacak TEP verimi ( $\epsilon_E$ ) geometri ve tüm azaltma faktörlerini de ihtiva edecek şekilde.

$$\epsilon_E = C_E / (N_E D) \quad (3.8)$$

bağıntısıyla verilebilir. Burada  $C_E$  birim zamanda E enerjisi ile sayılan fotonların sayısı,  $N_E$  her bir bozulmadan E enerjisi ile yayımlanan fotonların sayısı ve D standart kaynağın parçalanma hızıdır.

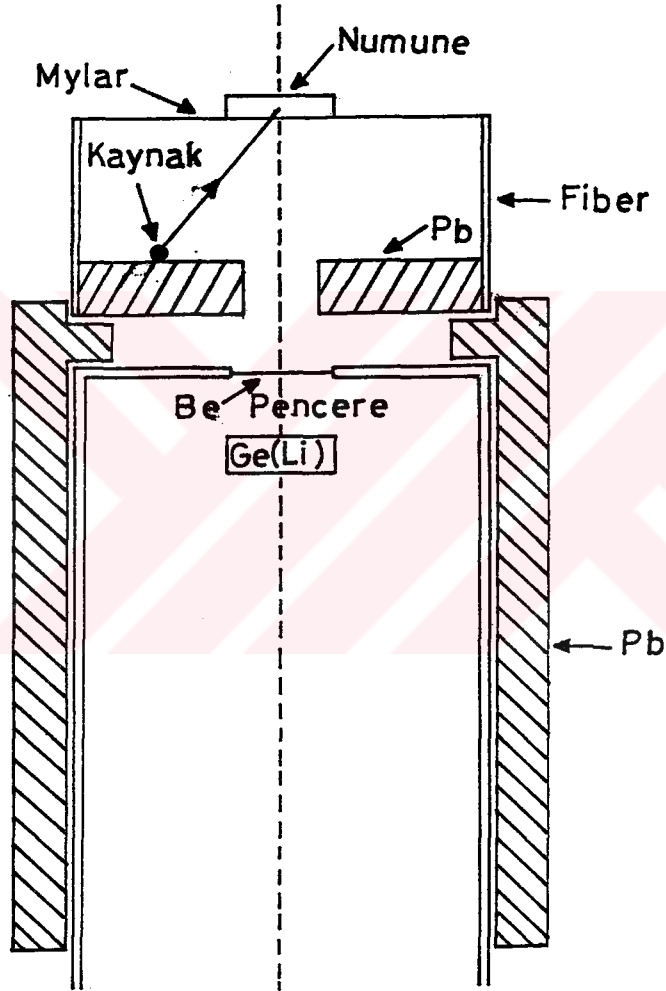
Birden fazla sayıda kalibre edilmiş kaynaklar kullanılarak deneysel dedeksiyon verimleri için eğriler elde edilebilir. Böylece elde edilen bir verim eğrisi şekil 3.2'de görülmektedir. Sayaç ve çalışma şartları zamanla değiştiğinden dolayı her bir çalışma için gerektiğinde dedeksiyon verimi yeniden ölçülmelidir(14).



Şekil 3.2. Bir Ge (Li) Dedektörü İçin Deneysel Dedeksiyon Verimi.

### 3.2. Deney Sistemi ve Deney Geometrisi

Bu çalışmada kullanılan deney geometrisi şekil 3.3' de gösterilmiştir.



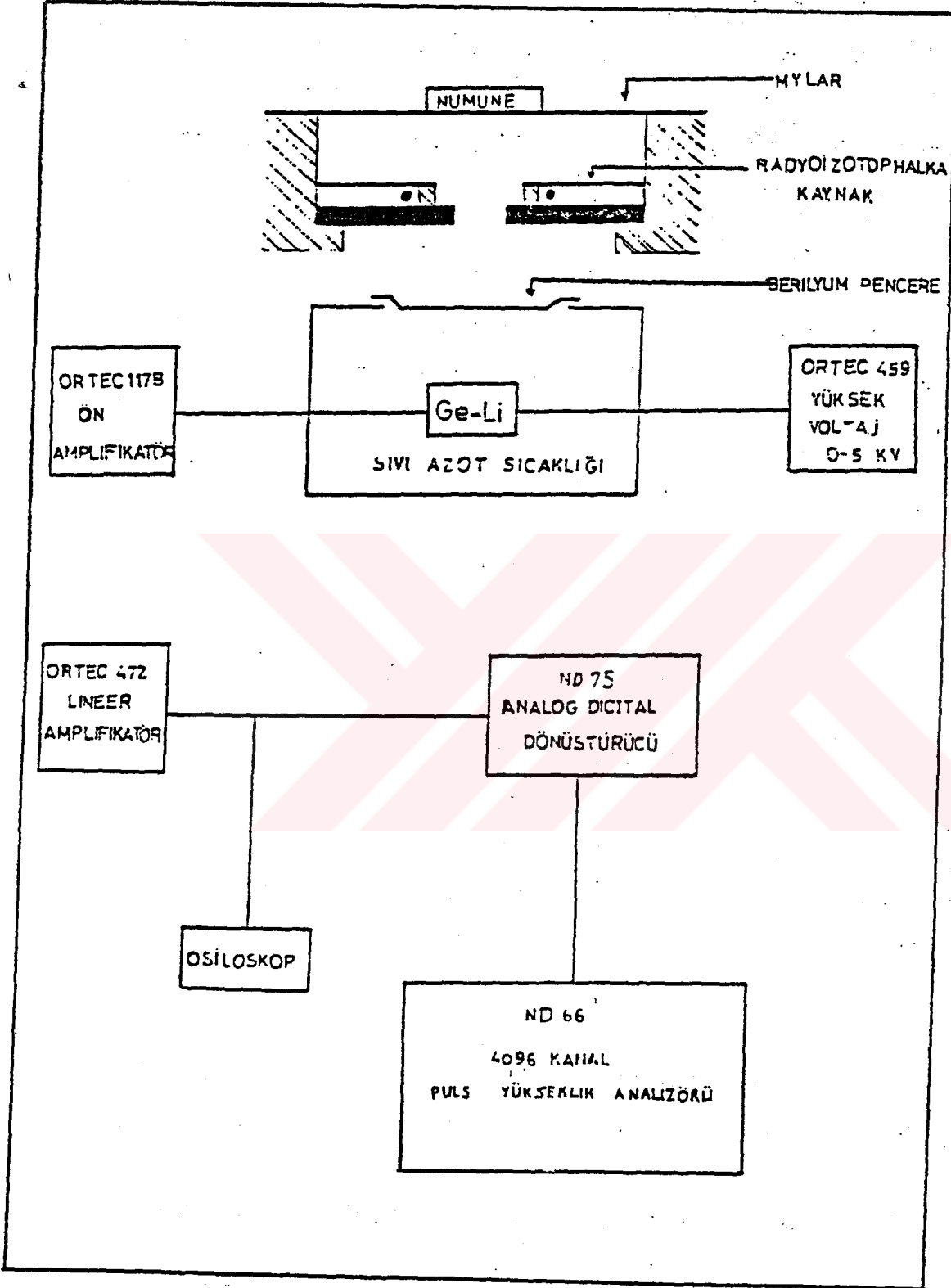
Şekil 3.3. Deney Geometrisi.

Numuneler  $10 \pm 0.05 \mu\text{Ci}$  şiddetinde kalibre edilmiş bir Am-241 nokta kaynağı kullanılarak uyarılmışlardır. Kaynak kurşun kolimatör içerisine

yerleřtirilerek, kaynaktan ıkan fotonların sayacı direk grmeleri nlenmiřtir. Ayrıca dedektrn etrafının istenmeyen radyasyondan korunması iin 76 mm boyunda silindirik bir kurřun muhafaza kullanılmıřtır.

Soęurma dzeltme katsayısı ve geme (transmission) llmesi deneylerinde 5,9 keV 'de yarı maksimumdaki tam geniřlięi (F WHM) 190 eV olan ortec 8013 Ge(Li) sayacı kullanılmıřtır.

Ge(Li)'den ıkan pulslar nce bir n amplifikatrden (Ortec 117 B ) ve daha sonra Ortec 472 lineer amplifikatrden geirilerek Nclear Data firmasının imal ettięi ND 66 B puls ykseklik analizrnde kaydedilmiřtir. Sayma iřleminin tamamında analizrn 2048 kanalı kullanılmıřtır.



Şekil 3.4. Deney Sisteminin Blok Diyagramı.

## 4.NUMUNELERİN HAZIRLANMASI VE ÖLÇÜLERİN ALINMASI

### 4.1. Numunelerin Hazırlanması

Bu çalışmada atom numarası 42 olan % 99,9 saflıktaki molibden levhalar kullanılmıştır. Bu levhalar 8.5 mm çapında bir zımba ile kesilmek suretiyle yedi adet özdeş dairesel levha numune elde edilmiştir. Bu numunelerin kalınlıkları  $10^{-5}$  gram hassasiyete sahip bir Metler H-10 terazisi ile tartılarak 35  $\mu$ m olarak bulunmuştur.

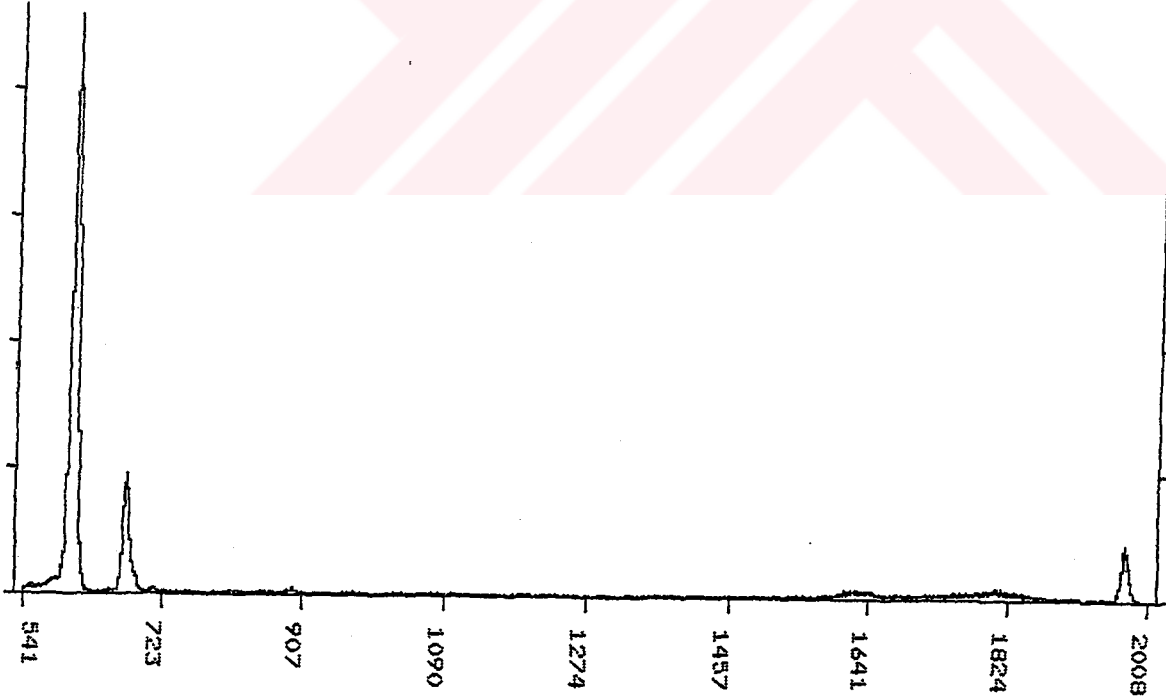
Seçilen numunelerin yağ ve eser element ihtiva eden organik kirlere temizlenmesi maksadıyla, her bir numune ayrı ayrı oda sıcaklığında aseton'la yıkanmıştır. Her yıkamadan sonra numuneler temiz kurutma kağıtları içinde kurutulmuşlardır. Daha sonra yapılan her türde çalışmada numune tutucu, maşa v.s. malzemeler aynı şekilde temizlenmiş olarak kullanılmışlardır.

### 4.2. Ölçülerin Alınması

Özellikleri bölüm 4.1'de belirtilen numuneler Şekil 3.3'de verilen deney geometrisinde 10  $\mu$ Ci şiddetindeki Am-241 radyoizotop nokta kaynağından çıkan fotonların yedi kat numuneden başlayarak 300 saniyelik gerçek sayma süreleri (live time) ile geçme (transmission) ölçümleri yapılmıştır. Ayrıca aynı geometride ve seride doğrudan doğruya kaynaktan ve çevreden sayaca gelen fotonlar için (numunesiz) ölçümler yapılmıştır. Yedi kat numuneden başlayarak altı , beş, dört, üç, iki ve bir kat numuneyi geçme ihtimaliyetleri veya taransmission ölçüleri tablo

1'de verilmiştir.

Yine bu deneysel çalışmada aynı özelliklere sahip numuneler  $10 \mu\text{Ci}$  şiddetindeki Am-241 radyoizotop nokta kaynak fotonları ile şekil 3.3' de verilen deney geometrisinde bombardıman edilmişlerdir. Bu deney geometrisindeki hassasiyet muhafaza edilerek tüm numunelerin 36 000 saniyelik gerçek sayma süreleri ile spektrumları alınmıştır. Bu spektrumlar  $\text{MoK}\alpha$ ,  $\text{MoK}\beta$  karakteristik x-ışını tepeleri ile Compton ve koherent saçılma tepelerinin alanları ölçülmüştür. Altı kat numunedan başlayarak tüm numuneli ve numunesiz olarak aynı geometride ve aynı sürede elde edilen spektrumlardan bulunan değerler tablo 2' de verilmiştir. Bu spektrumlardan üç kat numuneye ait olanı temsilen şekil 3.4'de verilmiştir.



Şekil 3.4. Üç Kat Molibden Numuneye Ait Spektrum.



**Tablo 1.** Transmission Ölçümleri İçin Yapılan Hesaplamalar

<u>Numune Kalınlığı (<math>\mu</math> m)</u>	<u>Geçme İhtimaliyeti <math>I/I_0</math></u>
2.45	0.3476
2.10	0.4013
1.75	0.4652
1.40	0.5306
1.05	0.6122
0.70	0.7118
0.35	0.8671

**Tablo 2.** Farklı Kalınlıktaki Mo Numunelerden Elde Edilen Net  $MoK\alpha$ ,  $MoK\beta$ , Compton ve Koherent Pik Alanları

Kalınlık $\mu$ m	Koherent	Compton	$K\beta$	$K\alpha$
2.10	379	1556	6579	27420
1.75	391	1485	6419	26676
1.40	287	1023	6054	25291
1.05	248	882	5567	24799
0.70	236	672	4980	22479
0.35	91	603	3918	17812

Farklı uyarma enerjileri için mobilden numunelerinin karakteristik  $K\alpha$  ve  $K\beta$  ları için hesaplanan  $\beta'$  ( $\cong 1/\beta$ ) değerleri Tablo 3-4'de, farklı enerjiler için hesaplanan  $\beta'$  değerlerinin toplamları ve  $MoK\alpha$  ile  $MoK\beta$  değerleri için teorik ve deneysel olarak öz soğurma düzeltmesi yapılmış şiddetler sıra ile , Tablo 5-6 ve Tablo 7-8'de verilmiştir.

**Tablo 3.** Farklı Uyarma Enerjilerinde Molibdenin Karakteristik  $K\alpha$ 'ları İçin Hesaplanan  $\beta'$  Değerleri

Kalınlık (g/ cm <sup>2</sup> )	59.540 ( keV)	52.721 ( keV)	26.400 ( keV)	20.800 (keV)
0.2142	0.19890	0.18389	0.07487	0.04636
0.1785	0.23656	0.21919	0.08984	0.05563
0.1428	0.28957	0.26938	0.11222	0.06949
0.1071	0.36748	0.34455	0.14946	0.09265
0.0714	0.48694	0.46266	0.22173	0.13878
0.0357	0.67870	0.65846	0.38997	0.27018

**Tablo 4.** Farklı Uyarma Enerjilerinde Molibdenin Karakteristik  $K\beta$ 'ları İçin Hesaplanan  $\beta'$  Değerleri

Kalınlık (g/ cm <sup>2</sup> )	59.540 (keV)	52.721 ( keV)	26.400 ( keV)	20.800 ( keV)
0.2142	0.24614	0.22421	0.08100	0.04864
0.1785	0.29041	0.26545	0.09720	0.05837
0.1428	0.35010	0.32234	0.12139	0.07291
0.1071	0.43356	0.40371	0.16156	0.09721
0.0714	0.55343	0.52397	0.23874	0.14555
0.0357	0.73072	0.70824	0.42352	0.28199

**Tablo 5.** Farklı Enerjilerde Hesaplanan  $\beta'$  Değerlerinin Toplamı ve Ölçülen  $K\alpha$  Pikinin Öz Soğurma Düzeltmesi Yapılmış Alan Değerleri

Kalınlık (g/cm <sup>2</sup> )	Toplam $\beta' \equiv 1/\beta$	Ölçülen $K\alpha$	$(I_{ke})\alpha$
0.0357	1.99732	17812	8918
0.0714	1.31012	22479	17158
0.1071	0.95414	24799	25991
0.1428	0.74066	25291	34146
0.1785	0.60114	26676	44375
0.2142	0.50392	27420	54413

**Tablo 6.** Farklı Enerjilerde Hesaplanan  $\beta'$  Değerlerinin Toplamı ve Ölçülen  $K\beta$  Pikinin Öz Soğurma Düzeltmesi Yapılmış Alan Değerleri

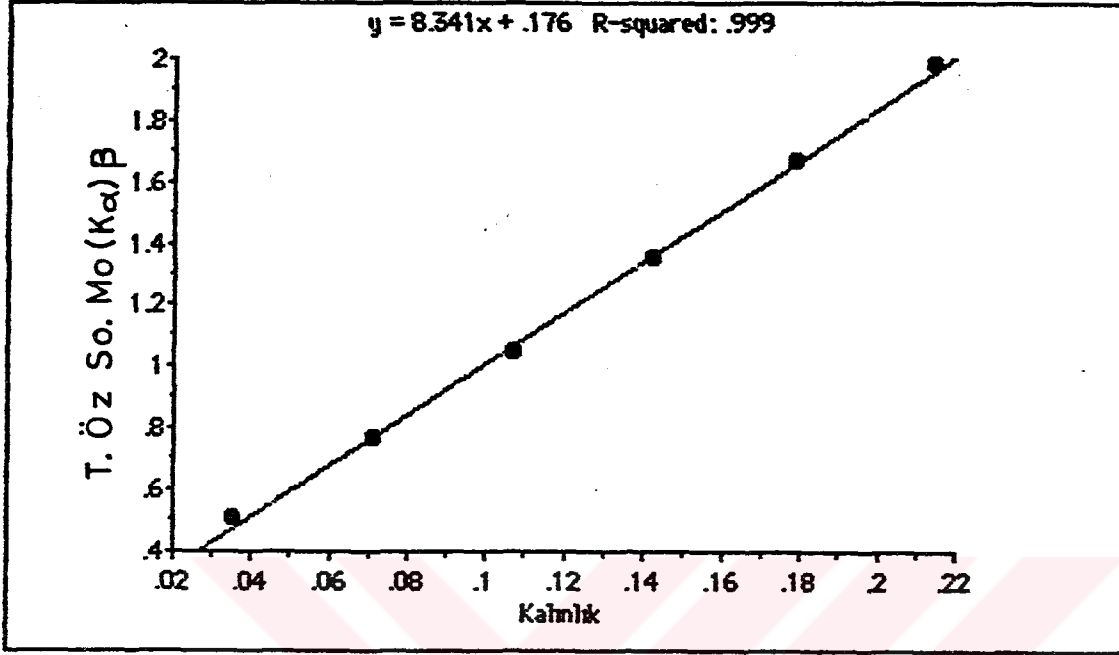
Kalınlık (g/cm <sup>2</sup> )	Toplam $\beta' \equiv 1/\beta$	Ölçülen $K\beta$	$(I_{ke})\beta$
0.0357	2.14446	3918	1827
0.0714	1.46169	4980	3407
0.1071	1.09603	5567	5079
0.1428	0.86673	6054	6985
0.1785	0.71142	6419	9023
0.2142	0.60000	6578	10963

**Tablo 7.** Deneysel Olarak Bulunan Öz Soğurma Katsayısı ve Ölçülen Şiddetin Öz Soğurma Düzeltmesi

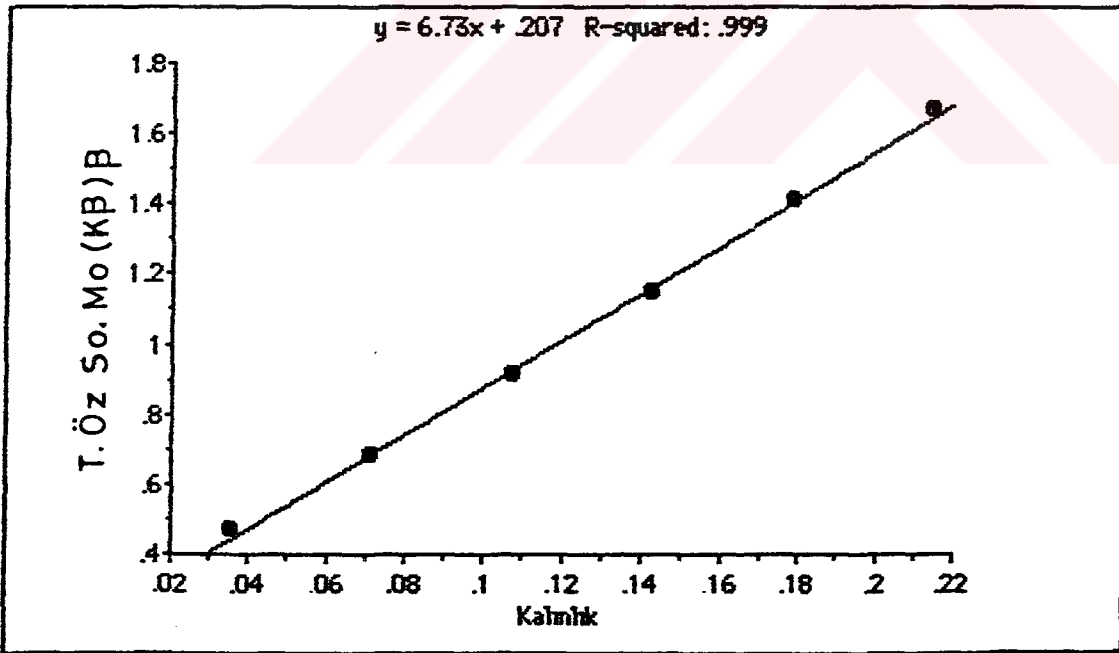
Kalınlık (g/cm <sup>2</sup> )	$\beta$	Ölçülen $K_{\alpha}$	$(I_{k\alpha} \cdot \beta)$ ölç.
0.0357	1	17812	17812
0.0714	1.61	22479	35966
0.1071	2.2	24799	54558
0.1428	2.8	25291	70815
0.1785	3.3	26676	88031
0.2142	3.9	27420	106938

**Tablo 8.** Deneysel Olarak Bulunan Öz Soğurma Katsayısı ve Ölçülen Şiddetin Öz Soğurma Düzeltmesi

Kalınlık (g/cm <sup>2</sup> )	$\beta$	Ölçülen $K_{\beta}$	$(I_{k\beta} \cdot \beta)$ ölç.
0.0357	1	3918	3918
0.0714	1.6	4980	7968
0.1071	2.1	5567	11691
0.1428	2.5	6054	15135
0.1785	3.1	6419	19899
0.2142	3.5	6578	23023

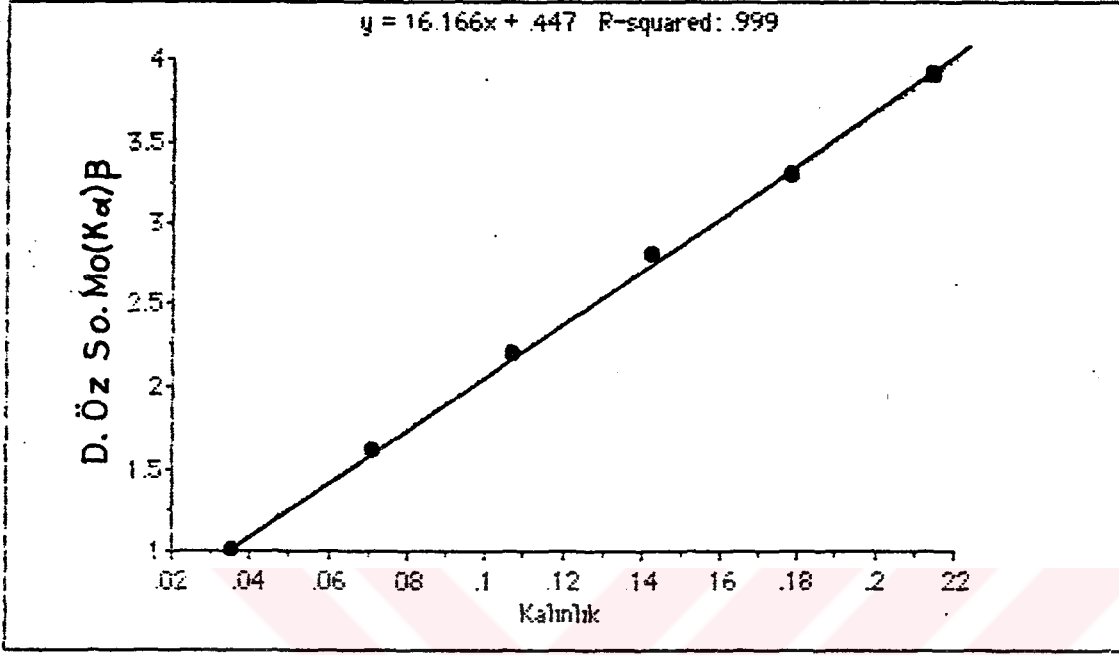


(a)

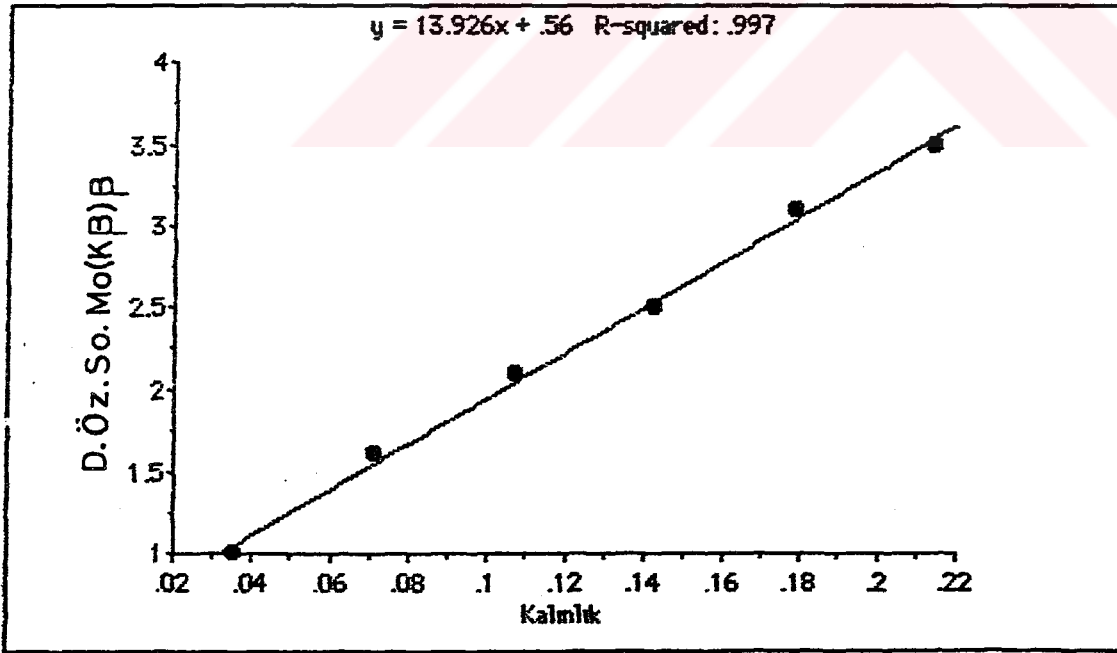


(b)

Şekil 5.1.  $\beta$ 'nin a) MoK $\alpha$ , b) MoK $\beta$  İçin Teorik Olarak Bulunan Değerlerinin Kalınlıkla Değişimi.

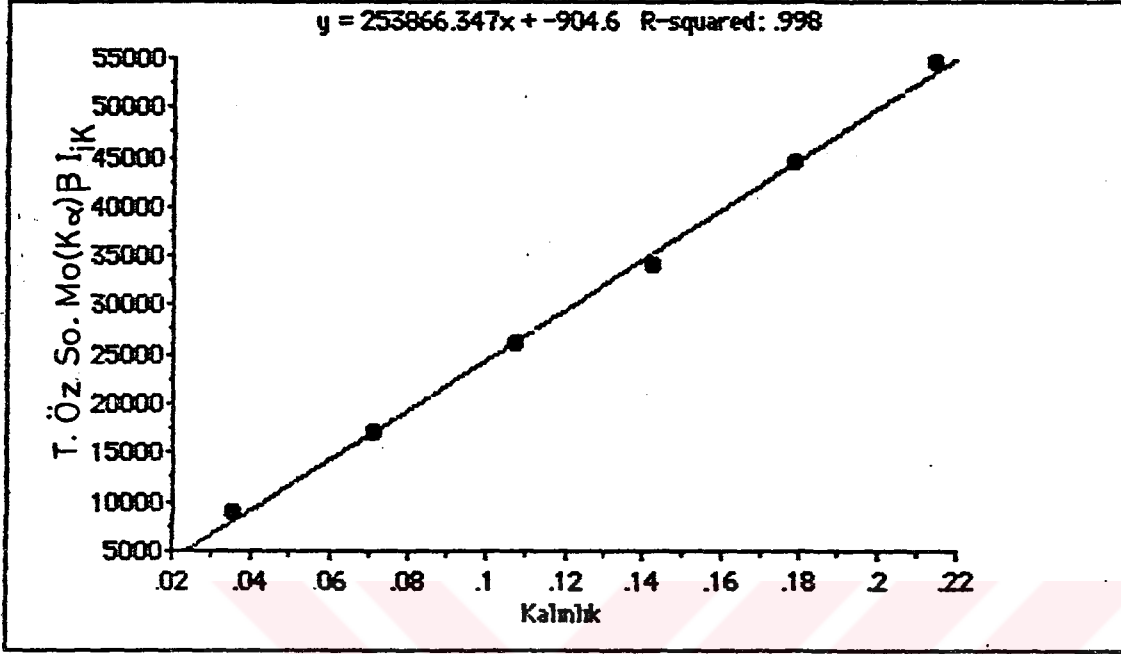


(a)

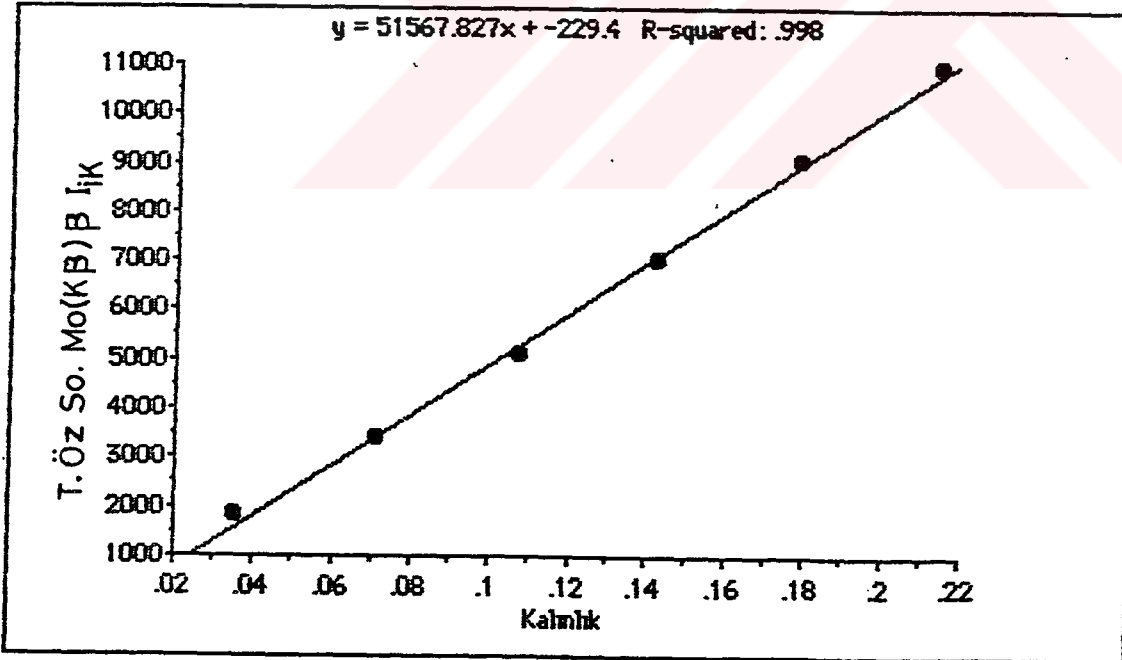


(b)

Şekil 5.2.  $\beta$ 'nin a) Mo K $\alpha$ , b) Mo K $\beta$  için Deneysel Olarak Bulunan Değerlerinin Kalınlıkla Değişimi.

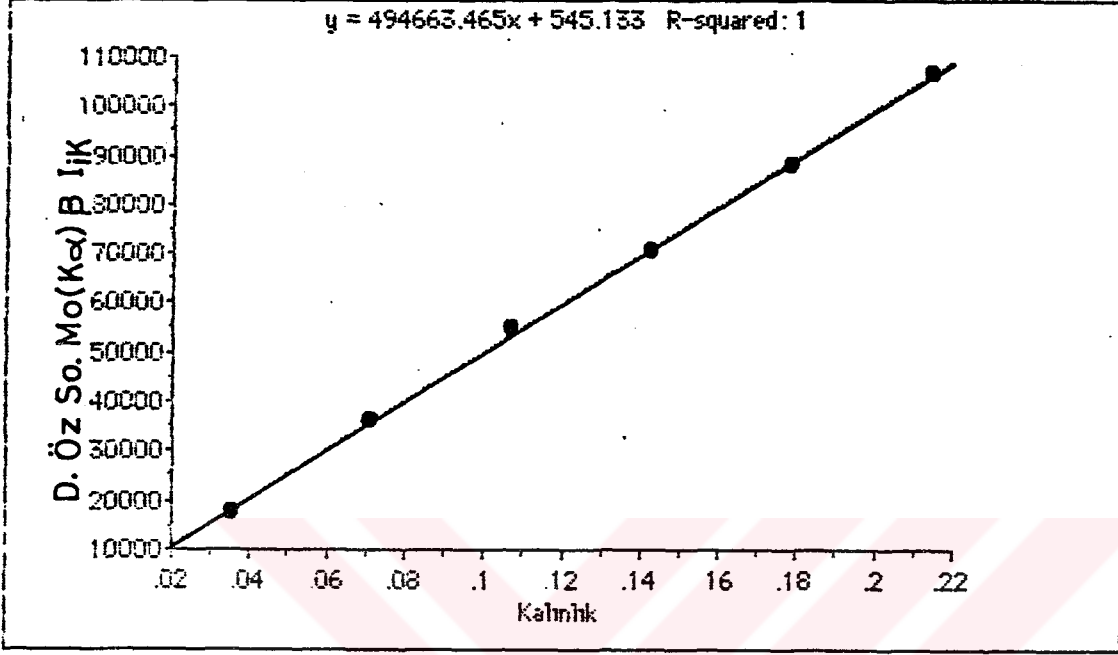


( a )

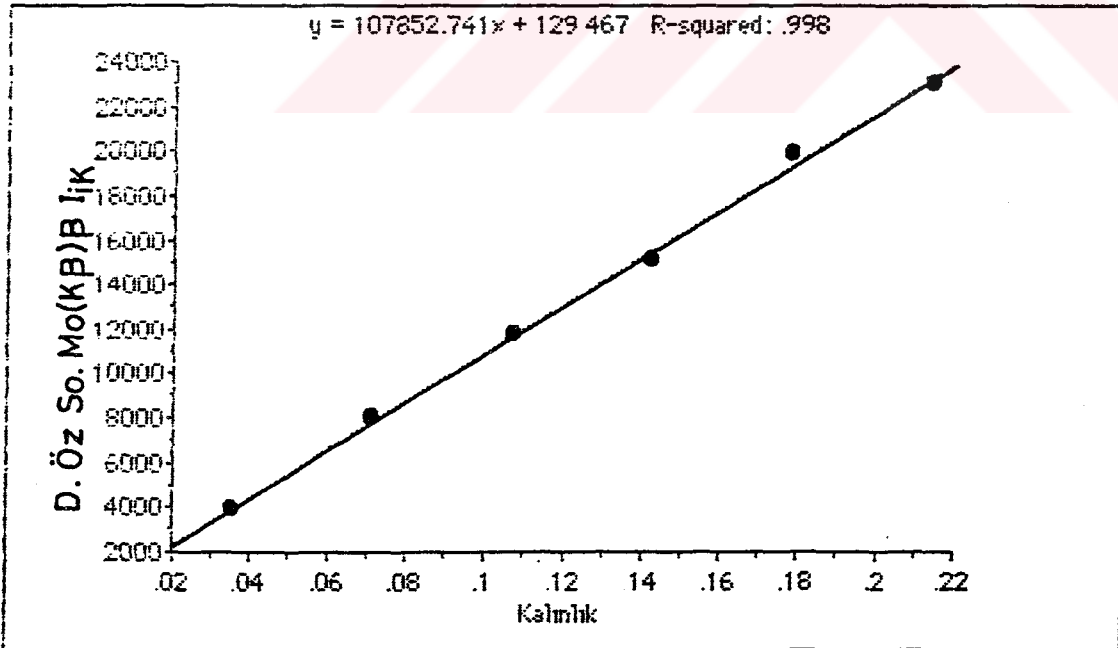


( b )

Şekil 5.3.  $I_{ik\alpha}$ ,  $\beta$ 'nin a) MoK $\alpha$ , b) MoK $\beta$  İçin Teorik Olarak Bulunan Değerlerinin Kalınlıkla Değişimi.



(a)



(b)

Şekil 5.4.  $I_{K\beta}$   $\beta$ 'nin a)  $MoK\alpha$ , b)  $MoK\beta$  için Deneysel Olarak Bulunan Değerlerinin Kalınlıkla Değişimi.



## 5. SONUÇ VE TARTIŞMA

Bu deneysel çalışmada, enerji dispersiv x-ışını fluoeresans tekniği ile çalışılan numunelerde soğurma-şiddetlendirme veya öz soğurma düzeltmesi yapılmıştır.

Monokramatik bir uyarma için 2. bölümde verilen şiddet ifadesi,

$$\beta' = \frac{1 - \exp [(-\mu (E_0) \text{csc}\psi_1 - \mu (E_i) \text{csc}\psi_2) \rho T]}{\mu (E_0) \text{csc}\psi_1 + \mu (E_i) \text{csc}\psi_2} \quad (5.1)$$

alınmak suretiyle

$$I_{iK}(E_i) = \frac{\epsilon}{4\pi \sin\psi_1} \omega_i \tau_{ki} w_i f I_0 (E_0) \beta' \quad (5.2)$$

şeklinde de yazılabilir. Bu ifadede aynı deney geometrisi ve deney sistemi için  $\beta'$  teriminin dışındaki tüm terimler sabittir. Sabit deney geometrisinde  $\psi_1$  ve  $\psi_2$  sabit, tek enerjili uyarılarda  $E_0$  ve  $E_i$  sabit olduğundan  $\beta'$  ve dolayısıyla  $I_{iK}(E_i)$  sadece T nin fonksiyonudur. Soğurma-şiddetlendirme veya öz soğurma etkilerinin olmadığı yani  $\beta' = 1$  olduğu durumda

$$I_{iK}(E_i) = \frac{\varepsilon}{4\pi \sin^2 \psi_i} \omega_i \tau_{ki} w_i f I_0(E_0) = I_{iKe}(E_i) \quad (5.3)$$

yazılabilir. Burada  $I_{iKe}$  öz soğurma etkisinin olmadığı sayma hızlarını göstermektedir.  $I_{iKe}$  de öz soğurma veya soğurma- şiddetlendirme etkisi bulunmadığından bunun T ' ye karşı değişiminin lineer olması beklenir. Bölüm 2.8'de anlatıldığı üzere lineerlikten pozitif veya negatif sapmalardan  $\beta$ ' sorumludur. (5.1) bağıntısı

$$I_{iK}(E_i) = I_{iKe} \beta'$$

veya

$$I_{iK}(E_i) 1/\beta' = I_{iKe} \quad (5.4)$$

şeklinde yeniden yazılarak T'ye karşı  $I_{iKe}(E_i)$  nin lineer değişimini sağlayacak bir  $1/\beta' = \beta$  düzeltme faktörü deneysel olarak bulunabilir. Bunun için farklı kalınlıktaki numunelerden ölçülen sayma hızlarıyla birim kalınlık başına  $\beta$  nın çarpımı sabit bir değeri\* verecek şekilde, her bir numune için  $\beta$  değerleri bulunmuştur. Birim kalınlık başına  $\beta$  değerlerinin çeşitli polinomlara fit edilmeleri sonucu bulunan  $r^2$  değerlerinden bunların T'ye karşı lineer olarak değiştikleri görülmüştür. Bu sonuçlar şekil 5.1 ve şekil 5.2 'de verilmiştir.

\*En ince numune için bu faktör 1'e eşit alınıp diğer numuneler için bu

referans değere bağılı olarak  $\beta$ 'lar bulunmuştur. Bu seçim en ince numunedeki soğurma etkilerinin minimum olması esasına göre yapılmıştır.

Her ne kadar saf bir elementten ibaret bir numune için  $\beta(T)$  tesbit edilmişse de aynı metod kullanılarak birden fazla element ihtiva eden ve kompozisyonları tam olarak bilinmeyen numuneler için öz soğurma, parçacık büyüklüğü ve kalınlık etkilerini düzeltici bir  $\beta(T)$  fonksiyonunun bulunması mümkün olup ilerdeki çalışmalarda bu gerçekleştirilecektir.

Bir çok araştırmacının yaptığı gibi birim kalınlık başına düşen  $\beta$  değerleri teorik olarak da bulunabilir (15,20). Ancak bu numune muhtevasının tam olarak bilinmesiyle mümkündür. Halbuki x-ışını fluoresans tekniği ile kalitatif ve kantitatif analizlerde zaten numune muhtevası araştırılmaktadır. Dolayısıyla bu teorik ifadeler bu numuneler için yeterince fayda sağlamamaktadır.  $\beta(T)$  bağıntısında yer alan parametrelerin bilinen değerlerinin kullanılmasıyla çalışılan numuneler için bölüm 3.2'de verilen deney geometrisinde kalınlık başına hesaplanan  $\beta(T)$  değerleri tablo 5 ve tablo 6'da verilmiştir. Denel ve teorik olarak bulunan sonuçlardan çizilen  $\beta(T)$  grafikleri mukayeseli olarak şekil 5.3 ve şekil 5.4' de verilmiştir.

Sonuç olarak ;

1. Birim kalınlık başına düşen öz soğurma veya soğurma-şiddetlendirme

katsayısının numune kalınlığına karşı burada verilen metodla oldukça lineer deęiřmesi, özellikle çok ince numunelerinde dahil edildięi kalınlık standartlarının hazırlanabilmesi halinde, hassas olarak kalınlık tayini yapılabileceęini göstermekte.

2. Őekil 5.3 ve Őekil 5.4'ün karřılařtırılmasından da grleceęi zere soęurma-řiddetlendirme veya z soęurma faktrnn bu alıřmada teklif edilen (ve muhtevası bilinmeyen numuneler iin de n grlen) yoldan bulunan deęerlerinin, eřitli yaklařımlarla ancak muhtevası bilinen numuneler iin teorik olarak n grlen yoldan bulunan deęerlerinden daha iyi sonu verdięi grlmektedir.

**KAYNAKLAR**

- 1- Roentgen,W.C.,1898, Ann.Phys. Chem., 64,1.
- 2- Moseley, H.G.L., 1913, Phil.Mag., 26,1024.
- 3- Blacker, R. and Schreiber, H., 1928, Ann. Phys.,85,1089.
- 4- Friedman, H. and Birks, L.S.,1948, Rev.Sci. Instrum.,19,323.
- 5- Ataman, O.Y., 1986, Spektroskopi Kış Okulu Notları, İnönü Üniversitesi, Malatya, Bölüm 10,3.
- 6- Vonderstoppen, M., et al., 1976, Z.Anal. Chem., 282,25.
- 7- Morijonovic, P., et al., 1984, J.Radional. Nucl. Chem. Letters, 81 (12), 353.
- 8- Storm, E. and Israel, H.I., 1970, Nüklear Data Tables, A 7, 596.
- 9- Jenkins, R., Gould, R.W. and Gedcke, D., 1981, Quantitative X-Ray Spektrometry, 270 Madison Avenue, New York, 27.
- 10-Tertian, R., Claisse, F., 1982, Principles of Quantitative X-Ray Fluorescence Analysis, Heyden and Son Ltd, London,294.
- 11-Bertin, E.P., 1975, Principles and Practice of X-Ray Spectrometric Analysis, Second Edition, Plenum Press, London, 502.
- 12-Kumar, S., Singh, S., Mehta, D., Garg, M.L., Mangal, P.C. and Trehan, P.N., 1989, X-Ray Spectrometry, 18,207.
- 13-Hansen, J.S.,McGeorge, J.C., Nix,D., Schmidt-ott, W.D., Unus, I.and Fink, R.W., 1973,Nuclear Instruments and Methods,106, 365.
- 14-Şahin, Y., 1990, Atomik Spektroskopi Ders Notları, Atatürk Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Erzurum.
- 15-Arora, S.K., Allawadhi, K.L. and Sood, B.S., 1981, J.Phys. B: At.Mol. Phys., 14,1423.

- 16-Garg, M.L., Singh,J., Singh,G., Sharma, A.K., Verma, H.R.,Singh,N., Mangal,P.C. and Trehan, P.N., 1984, Indian J. Phys., A 58, 242.
- 17-Arora, S.K., Allawadhi, K.L. and Sood, B.S., 1981, Physica, C 106, 155.
- 18-Verma, H.R., Pal, D., Garg, M.L. and Trehan, P.N.,1985, J.Phys. B: At. Mol. Phys., 18,1133.
- 19- De Boer, D.K.G., 1990, X-Ray Spectrometry, 19, 145.
- 20-Araujo, M.F., Espen, P.V. and Grieken, R.V., 1990, X-Ray Spectrometry, 19, 29.

