İKİ ALANLI KÜTLE SPEKTROMETRESİNİN İNCELENMESİ Gökben AŞCI Yüksek Lisans Tezi Fizik Anabilim Dalı Mayıs-2009

İKİ ALANLI KÜTLE SPEKTROMETRESİNİN İNCELENMESİ

Gökben AŞCI

Dumlupınar Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Lisansüstü Yönetmeliği Uyarınca Fizik Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS TEZİ Olarak Hazırlanmıştır.

Danışman: Doç. Dr. Şükrü ŞENTÜRK

Mayıs - 2009

KABUL ve ONAY SAYFASI

Gökben AŞCI'nın YÜKSEK LİSANS tezi olarak hazırladığı "İKİ ALANLI KÜTLE SPEKTROMETRESİNİN İNCELENMESİ" başlıklı bu çalışma, jürimizce lisansüstü yönetmeliğin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek kabul edilmiştir.

..... / /2009

ÜYE : Doç. Dr. Osman ÖZSOY

ÜYE : Doç. Dr. Şükrü ŞENTÜRK (Tez Danışmanı)

ÜYE : Yrd. Doç. Dr. Ercan UÇGUN

Fen Bilimleri Enstitüsünün Yönetim Kurulu'nun ... / ... gün ve sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Prof. Dr. Atalay KÜÇÜKBURSA

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

İKİ ALANLI KÜTLE SPEKTROMETRESİNİN İNCELENMESİ

Gökben AŞCI

Fizik Bölümü, Yüksek Lisans Tezi, 2009 Tez Danışmanı: Doç. Dr. Şükrü ŞENTÜRK

ÖZET

Bu çalışmada de Heer ve Milani yaklaşımında iki alanlı kütle spektrometresi için parametrelerin değişimlerinin kütle çözünürlüğüne etkisi incelenmiştir. Sonuçlar bize ivmelenme bölgesi ve 1. bölgenin genişlemesiyle çözünürlüğün arttığını göstermektedir. Kütle çözünürlüğü sürüklenme bölgesinin azalmasından dolayı düşmektedir. Δx iyonlaşma bölgesi için daha küçük iyonlaşma bölgesi daha iyi çözünürlük sağlamaktadır.

Anahtar Kelimeler: Kütle Çözünürlüğü, İyonlaşma Bölgesi, İkinci Dereceden Kompensate Metot, Ucuş Zamanlı Kütle Spektrometresi.

MASS RESOLUTION OF THE DOUBLE FIELD SPECTROMETER WITH THE PARAMETER VARIATION WITHIN SECOND ORDER COMPENSATION APPROACH

Gökben AŞCI

Physics Department, M. S. Thesis, 2009 Thesis Supervisor: Assoc. Prof. Şükrü ŞENTÜRK

SUMMARY

The parameter variation effect to the mass resolution was considered for the double field time of flight mass spectrometer within de Heer and Milani approach. The results indicate that the acceleration zone and region 1 zone enlargements improvise the resolution. The mass resolution decreases due to the enlargement of the drift zone. For the ionization region (Δx), the small region provides better resolution and the mass resolution drops with the enlargement. The variation of the electric field in magnitude needs to be taken into account since the energetic particles can result in the better signal to noise ratio.

Key words: Mass Resolution, Ionisation region, Second order compensation method, Time of Flight Mass Spectrometer.

TEŞEKKÜR

Çalışmalarım süresince bana yardımcı olan başta danışman hocam Doç. Dr. Şükrü ŞENTÜRK'e, hayatımın her aşamasında desteğini hep yanımda hissettiğim aileme ve emeği geçen herkese teşekkürü bir borç bilirim.

Gökben AŞCI

İÇİNDEKİLER

<u>Sayfa</u>

ÖZET	iv
SUMMARY	v
TEŞEKKÜR	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	viii
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	ix
1. GİRİŞ	1
2. KÜTLE SPEKTROMETRESİ	4
2.1 Uçuş Zamanlı Kütle Spektrometresi	4
2.1.1 Spektrometrenin prensibi2.1.1.1 Spektrometrenin prensibi2.1.1.2 Uçuş zamanının formülleştirilmesi	5 5 6
2.2 Kütle Çözünürlüğü	8
3. HESAPLAMALAR VE SONUÇLAR	10
4. SONUÇ	13
KAYNAKLAR DİZİNİ	14

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Şekil</u>

1.1. Elektromanyetik spektrumda bölgeler.	2
2.1. Atom topakları kaynağının spektrometre eksenine dik olduğu durumda spektrometrenin diyagramı.	6
2.2. X'in başlangıçtaki iyonlarına uyum sağlayan f(X,0) fonksiyonunun grafiği	8
3.1. Kütle çözünürlüğünün Uzunluk A değerlerine göre değişimi	11
3.2. İyonlaşma bölgesi (Δx) ile kütle çözünürlüğü değişimi	12

<u>Sayfa</u>

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

<u>Simgeler</u>	<u>Açıklama</u>
q	Yük
nm	Nanometre
m	Metre
cm	Santimetre
m	Kütle
kv	Kilovolt
<u>Kısaltmalar</u>	<u>Açıklama</u>
<u>Kısaltmalar</u> TOFMS	<u>Açıklama</u> Uçuş Zamanlı Kütle Spektrometresi
<u>Kısaltmalar</u> TOFMS (m / δm)	<u>Açıklama</u> Uçuş Zamanlı Kütle Spektrometresi Kütle çözünürlüğü
<u>Kısaltmalar</u> TOFMS (m / δm) Δx	<u>Açıklama</u> Uçuş Zamanlı Kütle Spektrometresi Kütle çözünürlüğü İyonlaşma bölgesi
<u>Kısaltmalar</u> TOFMS (m / δm) Δx UV	Açıklama Uçuş Zamanlı Kütle Spektrometresi Kütle çözünürlüğü İyonlaşma bölgesi Ultraviyole
<u>Kısaltmalar</u> TOFMS (m / δm) Δx UV NMR	Açıklama Uçuş Zamanlı Kütle Spektrometresi Kütle çözünürlüğü İyonlaşma bölgesi Ultraviyole Nükleer Manyetik Rezonans
<u>Kısaltmalar</u> TOFMS (m / δm) Δx UV NMR IR	Açıklama Uçuş Zamanlı Kütle Spektrometresi Kütle çözünürlüğü İyonlaşma bölgesi Ultraviyole Nükleer Manyetik Rezonans İnfrared

1. GİRİŞ

Bir örnekteki atom, molekül veya iyonların bir enerji düzeyinden diğerine geçişleri sırasında absorplanan veya yayılan elektromanyetik ışımanın ölçülmesi veya yorumlanmasına spektroskopi denir. Atom, molekül veya iyonun elektromanyetik ışıma ile etkileşimi sonucu dönme, titreşim ve elektronik enerji seviyelerinde değişiklikler spektroskopinin temelini oluşturur. Spektroskopik yöntem ile maddenin yapısı, fiziksel ve kimyasal özellikleri incelenebilir ve nitel ya da nicel analizler yapılabilir. Spektroskopik yöntemler atomik spektroskopi ve moleküler spektroskopi olmak üzere temelde iki gruba ayrılır. Atomik spektrum sadece elektronların bir enerji düzeyinden diğerine geçişlerini içerir. Moleküler spektrum ise elektronik düzeyler arasındaki geçişlere ek olarak dönme ve titreşim enerji düzeyleri arasındaki geçişleri de içerir.

Spektroskopide birçok yöntem vardır. Bunlar;

- a) Ultraviyole ve görünür alan spektroskopisi
- b) Infrared spektroskopisi (IR)
- c) Raman spektroskopisi
- d) Nükleer manyetik rezonans spektroskopisi (NMR)
- e) Kütle spektroskopisi
- f) Fotoelektron spektroskopisi
- g) Alev spektroskopisi
- h) Atomik absorpsiyon spektroskopisi
- i) Atomik emisyon spektroskopisi
- j) Floresimetri (floresans) spektroskopisidir.

Elektromanyetik dalgalar, çok uzun dalga boylarına sahip radyo dalgalarından, atomun boyutundan daha küçük olan kısa dalga boyuna sahip gamma ışınlarına kadar değişmektedir. Bir maddeden geçen ışımanın dalga boyu değiştirilir ve değişik dalga boylarında madde tarafından soğurulan ışın miktarı ölçülerek maddenin yapısı, derişimi ve benzeri özellikleri belirlenebilir. Bütün dalga boylarını tespit edecek tek bir cihaz yapmak mümkün olmadığından belirli dalga boyları arasında çalışan cihazlar geliştirilmiştir. 110-1000 nm dalga boylarındaki ışınlar ile çalışan cihazlar UV ve görünür alan cihazlarıdır. Geçerli olduğu alan spektroskopisi ise UV spektroskopisidir. UV spektroskopisi, enerji seviyeleri arasındaki geçişleri kullanarak bağlanma düzenleri hakkında bilgi verir. 2500-25000 nm dalga boylarında çalışan cihazlar İnfrared spektroskopisidir. İnfrared spektroskopisidir. İnfrared spektroskopisi moleküllerdeki çeşitli bağların titreşim frekanslarını ölçer ve moleküldeki

fonksiyonel gruplar hakkında bilgi verir. Dalga boyu yüzlerce nanometre kadar değişen radyo dalgalarıyla çalışan cihazlara da NMR cihazları denir. Bu cihazların geçerli oldukları alan spektroskopilerine de NMR spektroskopileri denir ve manyetik olarak aktif atomlardan gelen sinyalleri ölçer, molekül içindeki birbirinden farklı atomların ayrıştırılması için ve izomerlerin ayrıştırılması amacıyla kullanılabilir.

Kullanılan ışınların dalga boylarından da anlaşılacağı gibi spektroskopiler içinde en çok enerji gerektireni UV en az enerji gerektireni de NMR spektroskopisidir. Elektromanyetik ışınım uzayda çok büyük hızla hareket eden bir enerji şeklidir. Görünür ışık, X-ışınları, ultraviyole, mikrodalga ve radyo dalgaları en çok bilinen elektromanyetik ışınımlardır. Elektromanyetik ışımaları dalga boyları ve frekanslarına göre sıralayan sisteme elektromanyetik spektrum denir. Şekil 1.1'de görüldüğü gibi elektromanyetik spektrum çok geniş bir dalga boyu ve frekans içermektedir.



Şekil 1.1 Elektromanyetik spektrumda bölgeler [1].

Burada; radyo dalgaları ve mikrodalgalar iletkenlerin içinde hareket eden elektronların ivmeli hareketlerinden, infrared (kızıl ötesi) ışınlar çok sıcak cisimlerden, mor ötesi ışınlar elektrik arklarından ve gaz boşalmalarından, X-ışınları yüksek enerjili elektronların sert hedeflere çarpması sonucu, gamma ışınları radyoaktif elementlerin çekirdeklerinden yayılırlar.

Elektromanyetik ışınım dalga ve tanecik olmak üzere iki karaktere sahiptir. Klasik teori elektromanyetik ışınımı sürekli bir dalga olarak tanımlarken kuantum mekaniksel teori ise kesikli enerjilere sahip tanecikler olarak tanımlar. Dalga karakterinde elektromanyetik ışın uzayda sinüzoidal (dalga hareketleriyle) yayılan elektrik ve manyetik vektörlere sahiptir.

Madde ile etkileşmesinde elektrik vektörü rol oynar. Tanecik karakteri ise bir ışın demetinin çok sayıda enerjili tanecikten oluşmasıdır. İnterferans (girişim) ve difraksiyon (kırınım) davranışları dalga özelliği ile açıklanır. Bir metal yüzeyinden ışıma ile elektronların koparılması (fotoelektrik olay), ışıma enerjisinin bir madde tarafından absorpsiyonu ve emisyonu olayları ışımanın tanecik özelliği ile açıklanır. Işının belli dalga boyları madde tarafından soğurulur ve soğurma ile ışınım enerjisi maddeyi yani onu oluşturan atom veya molekülleri uyarılmış hale geçirir. Uyarılmış atom veya moleküller daha sonra soğurduğu ışınım enerjisini geri vererek temel hale dönerler [2].

2. KÜTLE SPEKTROMETRESİ

Kütle spektroskopisi; katı, sıvı ve gaz halindeki maddelerin özellikle atom veya molekül ağırlıklarının saptanmasında, moleküler yapılarının incelenmesinde kullanılan etkin bir yöntemdir. Kütle spektrometresi yönteminde, atom veya moleküllerden gaz fazında iyonlar oluşturulur ve bu iyonlar kütlelerine göre birbirinden ayrılarak kaydedilir. İyonların bağıl miktarlarının (m/q) oranlarına göre çizilmiş grafiğine kütle spektrumu denir. Bir maddenin kütle spektrumunun elde edilebilmesi için bunun önce gaz fazına geçirilmesi ve daha sonra iyonlaştırılması gerekir. Örnek önce kütle spektrometresinin vakum altında tutulan giriş kısmına gönderilir ve madde gaz fazında değilse, ısıtılarak gaz fazına geçmesi sağlanır. Gaz haline getirilmiş maddenin molekülleri ince bir delikten difüzyon ile iyonlaşma bölgesine sızarlar. İyonlaştırıma bölgesinde elde edilen iyonlar, elektrikle yüklü plakalara doğru çekilerek hızlandırılır ve kütle ayrıcısına gönderilir. Kütle ayırıcısından geçen iyonlar, dedektör tarafından algılanır. Dedektörde bir iletken kap, spektrometrenin diğer kısımlarına göre negatif bir potansiyelde tutulur ve böylece bu kaba doğru çekilen pozitif yüklü iyonlar elektrik akımı oluştururlar. Kütle spektrometresinde, hem pozitif hem de negatif iyonları incelenebilir. Ancak pozitif iyonların uygulanması daha yaygın bir uygulamadır.

Kütle spektrometresinde, belli koşullarda elde edilen ve parçalanma ürünlerini içeren kütle spektrumu aynı koşullarda elde edilmiş spektrumlarla karşılaştırılarak molekülün nitel analizi yapılır.

Kütle spektrometresi yapısı belli maddeleri belirtmek ve tayin etmek amacıyla kullanılabildiği gibi, yapısı belli olmayan yeni maddelerin yapısını aydınlatmak amacıyla da kullanılabilir [1].

2.1 Uçuş Zamanlı Kütle Spektrometresi

Atom topakları fiziği alanındaki gelişmeler beraberinde uygun cihazların geliştirilmesine ortam hazırladı. Bu cihazlardan bir tanesi de; fiziğin ve kimyanın farklı alanlarında sık kullanılan m ve q değerine bağlı uçuş zamanlı kütle spektrometresidir (TOFMS). Wiley ve McLaren tarafından; moleküllerin ve gazların kütle analizi için geliştirilen spektrometre, atom topakları fiziğinde en yaygın olarak kullanılan spektrometrelerden biridir[3]. Spektrometre iki aşamalı iyonlaştırıcı-hızlandırıcı ve serbest uçuş bölgelerini içermektedir.

Kütle spektrometresinin çözünürlüğünü (m/δm) sınırlandıran temel etkiler; başlangıçtaki iyonların uzaysal ve hız dağılımıdır. Wiley-McLaren sistemi ilk etkiyi telafi etmektedir, fakat hız dağılımını telafi etmemektedir. Spektrometrenin çözünürlüğü (m/δm)≈1000 civarındadır. Bu tür spektrometrelere birçok yenilikler eklenmiştir, fakat genel performans ve prensipler temelde aynıdır [4,5]. Çözünürlüğün sınırlı olmasına rağmen spektrometrenin oldukça ucuz maliyetle yapılması büyük avantaj oluşturmaktadır.

Milani ve de Heer'in geliştirdikleri sistem ise geometri olarak Wiley-McLaren sisteminin geometrisine benzemektedir. Bununla beraber iyonlaştırma-hızlandırma bölgesi bir serbest alan bölgesi içermektedir. Bu sistemle kütle çözünürlüğü (m/δm)>1000 olarak elde edildi [6].

Chandezon ve arkadaşları tarafından Wiley-McLaren geometrisi ile Milani ve de Heer yaklaşımı birleştirilerek yeni bir TOFMS yapıldı [7]. Bu yaklaşım çözünürlük değerini iyileştirirken iyonların başlangıç hız dağılımını telafi edememektedir.

Bu bölümde; spektrometrenin prensibi ve uçuş zamanlarının formülleştirilmesi verilmektedir.

2.1.1 Spektrometrenin prensibi

2.1.1.1 Spektrometrenin prensibi

Spektrometrenin diyagramı Şekil 2.1'de verilmektedir. Buna göre spektrometre üç bölgeden oluşmaktadır. Nötr parçacıklar spektrometreye birinci bölge olan iyonlaşma bölgesinden girmektedir. Burada parçacıklar iyonlaştırılır ve E_1 elektrik alanı tarafından ikinci bölgeye doğru itilir. İkinci bölge hızlandırma bölgesi olup parçacıklar E_2 elektrik alanı tarafından hızlandırılır. Parçacıklar serbest uçuş bölgesi olan bölge üçte serbestçe sürüklenirler. Farklı kütleli iyonlar bu bölgede ayrılır.



Şekil 2.1 Atom topakları kaynağının spektrometre eksenine dik olduğu durumda spektrometrenin diyagramı.

2.1.1.2 Uçuş zamanının formülleştirilmesi

Parçacıkların; kütlesi m, yükü q, ilk ızgaradan başlangıç uzaklığı x ve spektrometre ekseni boyunca başlangıç hız bileşeni v olarak alındığında, parçacıkların toplam uçuş zamanı T(x,v); üç bölgesel uçuş zamanının toplamıdır. Bunlar her bir bölgedeki uçuş zamanları olup,

$$T_{1}(x,v) = \frac{m}{qE_{1}} \left(\sqrt{v^{2} + \frac{2q}{m} V_{a} \frac{x}{A}} - v \right),$$
(2.1)

$$T_{2}(x,v) = \frac{m}{q E_{2}} \left(\sqrt{v^{2} + \frac{2q}{m} \left(V_{a} \frac{x}{A} + V \right)} - \sqrt{v^{2} + \frac{2q}{m} V_{a} \frac{x}{A}} \right),$$
(2.2)

$$T_3(x,v) = \frac{L}{\sqrt{v^2 + \frac{2q}{m}\left(V_a \frac{x}{A} + V\right)}}.$$
(2.3)

şeklindedir.

Chandezon ve arkadaşları tarafından azaltılmış parametre yaklaşımı kullanılarak bu bağıntılar basitleştirildi [7]. Parçacığın indirgenmiş başlangıç pozisyonu X = x / L ve spektrometre ekseni boyunca indirgenmiş başlangıç hız bileşeni $S = v \sqrt{m/2qV}$, dir. Diğer indirgenmiş parametreler; b ve E'dir. Uzunluklar L'ye ve voltaj V'ye normalize edilir. Sonuç olarak; b = B/L ikinci bölgenin indirgenmiş uzunluğu ve $E=(V_a/V)(L/A)$ ise birinci bölgedeki elektrik alanın indirgenmiş değeridir. İndirgenmiş parametreleri kullanmanın amacı hesaplamaları basitleştirmektir. Chandezon ve arkadaşları tarafından bu ifadeler kullanılarak her bir bölgedeki uçuş zamanı aşağıdaki gibi basitleştirilmiştir [7].

$$T_{I}(x,v) = L_{\sqrt{\frac{m}{2qV}}} \frac{2(\sqrt{S^{2} + EX} - S)}{E}, \qquad (2.4)$$

$$T_2(x,v) = L_{\sqrt{\frac{m}{2qV}}} 2c \left(\sqrt{S^2 + EX + 1} - \sqrt{S^2 + EX}\right),$$
(2.5)

$$T_3(x,v) = L_{\sqrt{\frac{m}{2qV}}} \frac{1}{\sqrt{S^2 + EX + 1}},$$
 (2.6)

Parçacığın toplam uçuş zamanı:

$$T(x,v) = \frac{L\sqrt{\frac{m}{2qV}}f(X,S)}{L}$$
(2.7)

Bu eşitlikte f(X,S) boyutsuzluk fonksiyonudur ve

$$f(X,S) = \frac{2\left(\sqrt{S^2 + EX} - S\right)}{E} + 2c\left(\sqrt{S^2 + EX + 1} - \sqrt{S^2 + EX}\right) + \frac{1}{\sqrt{S^2 + EX + 1}}$$
(2.8)

şeklindedir.

Eğer kaynak spektrometre eksenine dik olarak konulursa; başlangıç hız bileşeni spektrometre ekseni boyunca sıfırdır yani S = 0. Bu durumda denklem 2.8 aşağıdaki gibi sadeleştirilir.

$$f(X) = 2\sqrt{\frac{X}{E}} + 2c\left(\sqrt{EX+1} - \sqrt{EX}\right) + \frac{1}{\sqrt{EX+1}}.$$
 (2.9)

Formülde görüldüğü gibi f(X,S) fonksiyonun şekli indirgenmiş parametreler tarafından etkilenecektir. Bu indirgenmiş parametreler daha önce de belirtildiği gibi *E* ve *c*'dir.

2.2 Kütle Çözünürlüğü

Uzaysal yöntem spektrometrenin uzaysal çözümleme adı verilen iyonların uzaysal dağılımını dengeler. Fakat hız dağılımını dengelemez. Işın kaynağının dik konumu kütle çözünürlüğünün hız bileşenini minimize eder ve bu aynı zamanda iyonların hızı hakkında bilgi sağlar. Uzaysal çözünürlük için ideal durum şartı aşağıdaki gibidir:

$$\frac{\partial T}{\partial X} = 0 \tag{2.10}$$

İkinci derece yaklaşımda de Heer ve Milani en düşük ve en yüksek değerlere ait fonksiyonu kontrol ederler ve ölçülen X_0 uzaklığı 1. bölgenin son ızgarasıyla iyonlaşma hacmi arasında en uç noktadadır.



Şekil 2.2 X'in başlangıçtaki iyonlarına uyum sağlayan f(X,0) fonksiyonunun grafiği.

Şekil 2.2.'de A=5.36 cm, B=1 cm, L=0.5 m, V_a =2.680 kV ve S=0 olarak verilen parametrelerle üretilen fonksiyonun grafiği verilmektedir. Burada V_a birinci bölgenin ilk plakasına uygulanan voltajdır ve kaynağın spektrometre eksenlerine dik konumundan dolayı S=0' dır. Şekil 2.2'den görülüyor ki, yerel noktalar tarafından belirlenen $[X_1,X_2]$ bölgesi kullanışlı iyonizasyon bölgesidir. Bu bölgede çözünürlük aşağıdaki gibidir:

$$\frac{m}{\delta m} = \frac{1}{2} \frac{T}{\delta T} = \frac{1}{2} \frac{f_{\text{ort}}}{f(X_{\text{max}}) - f(X_{\text{min}})},$$
(2.11)

fort değeri aşağıdaki şeklini alır;

$$f_{ort} = \frac{f(X_{min}) + f(X_{max})}{2}$$
(2.12)

Denklem 2.11 ve 2.12 kullanılarak çözünürlük hesaplanabilir.

3. HESAPLAMALAR VE SONUÇLAR

İkinci derece dengeleme yönteminin temel fikri şekil 2.2' de sunulmuştur. Fonksiyonun davranışları spektrometreye göre elde edildi ve fonksiyonel davranış spektrometrenin değişen parametrelerine göre takip edildi. Bu parametreler için sürüklenme bölgesi değerleri L=0.5 m, 1 m, 1.5 m ve 2 m olarak alındı ve B=1 cm, 3 cm ve 5 cm ivmelenme bölgesi değerleri olarak ele alınmıştır. V_a =2.680 kV ve V=5 kV olarak seçilen voltajlar atom topakları deneyi için kullanılmışlardır [1]. Voltaj seçimi 1. bölgeye karşılık düşen elektrik alanı tanımlamaya izin vermektedir. Buradan parametrelerin kütle çözünürlüğüne katkısı belirlenmiştir. Bu parametreleri kullanarak üretilen grafikler için kütle çözünürlüğü denklem 2.11 ve 2.12 yardımıyla belirlenir ve iyonlaşma bölgesi [X₁,X₂] olarak belirtilmiştir. (Bkz. Şekil 2.2)

Şekil 3.1'de, verilen parametreler için elde edilen kütle çözünürlüğüne karşılık 1. bölgenin belirlenmiş uzunluğu verilmiştir. Şekil 3.1.a' da görüldüğü gibi 1. bölge için kütle çözünürlüğü bölgenin uzunluğunun daralmasıyla azalır. Bölgenin daralmasıyla birlikte çözünürlüğün azalması diğer parametrelerle uyum içindedir. L=1 m, B=1 cm için 1. bölgenin uzunluk aralığı 10.33 cm \leq A \leq 10.48 cm, B=3 m için 10.79 cm \leq A \leq 10.95 cm, B=5 cm için 11.26 cm < A < 11.43 cm'dir. L=1 m için A'nın elde edilen uzunlukları Chandozen ve arkadaşları tarafından verilen raporla uyum içindedir [1]. Diğer taraftan 2. bölgenin (uzunluk B) büyümesi ile çözünürlük artar, fakat miktar farklıdır. Çözünürlükteki artış yaklaşık olarak söyledir; L=0.5 m için 200, L=1 m için 100, L=1.5 m için 60 ve L=2 m için 50 civarındadır. Şekil 3.1 aynı zamanda sürüklenme bölgesi uzunluklarının (Bölge 3) çözünürlüğe etkisinin değişimini göstermektedir. Sürüklenme bölgesinin uzunluğunun artması ile çözünürlük farklı oranlarda düşme gösterir. Sürüklenme bölgesinin büyümesiyle birlikte azalma küçülür. Parametreler arasında 1. bölgedeki değişim ivmelenme bölgesiyle ve sürüklenme bölgesi katkısıyla kıyaslandığında çözünürlüğü daha fazla etkilediği görülmektedir. Sürüklenme bölgesinin çözünürlüğe etkisi ivmelenme bölgesinden daha azdır. Buna göre kompakt yapının daha iyi çözünürlük sağladığı söylenebilir.



Şekil 3.1 Kütle çözünürlüğünün Uzunluk A değerlerine göre değişimi.

a-)L=0.5 cm; B=1 cm,3cm,5cm	b-) L=1 m; B= 1cm,3 cm ,5 cm
c-) L=1.5 m; B=1 cm,3 cm,5cm	d-) L=2m; B=1cm,3cm,5 cm

Parametreler için iyonlaşma bölgesi (Δx) de kütle çözünürlüğü ile birlikte belirlenmiştir. Şekil 3.2.a'dan görüleceği üzere B=1 cm için iyonlaşma bölgesi büyür ve bu büyüme kütle çözünürlüğünü düşürür. Kütle çözünürlüğü aynı zamanda B=3 cm ve B=5 cm için iyonlaşma bölgesinin büyümesiyle azalır. İyonizasyon bölgesi değerleri ile ilgili olarak ivme bölgesi uzunluğunun bölgede etkisi yoktur. Çünkü değerler çoğu zaman aynıdır. Sürüklenme bölgesi iyonizasyon bölgesini etkiler ve bu etki bölgenin uzunluğuna bağlıdır. Örneğin L=0.5 m için Δx =2.5 cm civarında olurken L=1m için Δx =5.5 cm civarında, L=1.5 m için Δx = 8 cm, ve L=2m için Δx =10 cm civarındadır. Artış açık bir şekilde kütle çözünürlüğünü düşürmektedir.





Şekil 3.2 İyonlaşma bölgesi (Δx) ile kütle çözünürlüğü değişimi.

a-)L=0.5 cm; B=1 cm,3cm,5cm	b-) L=1 m; B= 1cm,3 cm ,5 cm
c-) L=1.5 m; B=1 cm,3 cm,5cm	d-) L=2m; B=1cm,3cm,5 cm

4. SONUÇ

Sonuçlar bize ikinci derecede dengeleme metodunda; kütle çözünürlüğünün farklı parametre değerlerinde farklı derecede etkilendiğini göstermektedir. İvmelenme bölgesinin genişlemesi kütle çözünürlüğünü arttırırken 1. bölgenin daralması çözünürlük kaybı oluşturmaktadır. Aynı zamanda kütle çözünürlüğü, sürüklenme bölgesinin artmasıyla azalmaktadır. 1. bölge parametrelerin varyasyonu çözünürlük üzerinde daha çok değişikliğe yol açmaktadır. Δx iyonlaşma bölgesi için ise daha küçük iyonlaşma bölgesi daha iyi çözünürlük sağlamaktadır ve çözünürlük Δx 'in büyümesiyle birlikte azalmaya başlamaktadır.

KAYNAKLAR DİZİNİ

- [1] Gündüz, T., İnstrümantal analiz.
- [2] Skoog, Holler, Nieman, Enstrümantal analiz ilkeleri.
- [3] Wiley, W.C. and Mc Laren, I. H., Rev. sci. instrum. 26, 1150 (1955).
- [4] Sanzone, G., Rev. sci. instrum, 41, 741 (1970).
- [5] Conover, C. W. S., Twu, Y. S. Y., Yang, A. and Bloomfield, L. A., Rev. sci. instrum, 60, 1065 (1989)
- [6] Heer, W.A. de and Milani, P., Rev. sci. Instrum, 62, 670 (1991).
- [7] Chandezon, F., Huber, B. and Ristori, C., Rev. sci. instrum. 65, 3344 (1994).