



**BİLİM VE TEKNOLOJİ UYGULAMA VE ARAŞTIRMA MERKEZİ
(BİLTEM)
DALGA BOYU DAĞILIMLI X-IŞINI FLORESANS SPEKTROMETRESİ
(WD-XRF) KULLANIM TALİMATI**

1. AMAÇ

X-ışını floresans spektrometresi, genel olarak foton-madde etkileşmesi sonucu meydana gelen karakteristik X-ışınları ve saçılma fotonlarının nicel ve nitel değerlendirilmesinde kullanılır.

Laboratuvarımızda Thermo Scientific ARL PERFORM'X marka XRF cihazı bulunmaktadır. Birimimizdeki XRF sistemi; analiz edilen örnekten elde edilen X-ışınlarının enerjisini hesaplayarak elementleri tayin ederken gelen ışınları da sayarak element miktarlarının belirlenmesini sağlar. Hızlı ve duyarlı olması, az örnek gerektirmesi, kullanım kolaylığı ve malzemeye zarar vermeme özellikleri göz önüne alındığında teknolojik ve bilimsel araştırmalarda önemlidir.

2. KAPSAM

Bu sistem, katı (mineral, metal, kayaç, toprak), sıvı (su, yağ, petrol ürünleri) ve preslenmiş toz gibi farklı formlardaki numunelerde ağır metal konsantrasyonlarını (Na-U element aralığında) yüzdeler (%) ve milyonda birlik (ppm) cinsinden yarı kantitatif olarak analiz edilmesine olanak sağlar. Uygun standart malzemeler kullanılarak tam niceliksel analiz ppm mertebesinde yüzdelik seviyesine kadar gerçekleştirilebilir.

3. SORUMLULAR

Yozgat Bozok Üniversitesi BİLTEM yönetimi tarafından ilgili cihazı analize hazırlamak, cihaza gelen numuneleri analiz etmek ve cihazı bir sonraki analize hazır halde bırakmak için görevlendirilmiş personel/personeller.

4. UYGULAMA

4.1 Numune hazırlama:

- Numunenin çeşidine göre numune preslenir veya fusion eritme ile palet hazırlanır.
- Öncesinde numune iyice öğütülmeli ve homojen bir yapıda olması sağlanmalıdır.

Presleme ile numune hazırlanması:

- 4 gr numune ile 0.9 gr bağlayıcı malzeme (cereox-wax) numune karıştırma kabında yaklaşık 15 dk iyice karıştırılır.
- Karışım, pres yapma makinesi yardımıyla palet haline getirilir.

Hazırlayan Ad-Soyad-İmza	Kontrol Eden Ad-Soyad-İmza	Onaylayan Ad-Soyad-İmza



**BİLİM VE TEKNOLOJİ UYGULAMA VE ARAŞTIRMA MERKEZİ
(BİLTEM)
DALGA BOYU DAĞILIMLI X-IŞINI FLORESANS SPEKTROMETRESİ
(WD-XRF) KULLANIM TALİMATI**

4.2 Cihazın ölçüm için hazırlanması:

- a) Cihaz çalıştırılmadan önce soğutucunun su seviyesi kontrol edilmeli ve çalışır olduğundan emin olunmalıdır. Cihaz çalıştırılmadan önce soğutucu çalıştırılmalıdır.
- b) Soğutucu açıldıktan 5-10 dk sonra XRF cihazının arkasında bulunan şalter yukarı kaldırılır.
- c) Daha sonra cihazın önündeki kırmızı düğmeye, hafifçe çevrilerek basılır.
- d) Düğmeye bastıktan sonra, cihazın mekanik sistemi kendini kontrol eder ve bu arada ‘tık’ sesleri gelir. Bu normaldir. Yaklaşık 2-3 dk sonra uzun bir ‘tık’ sesi gelir. Bu aşamadan sonra cihaz kullanıma hazırdır.
- e) Uzun ‘tık’ sesinden sonra bilgisayar açılır (arluser, şifre: 159753)
- f) Oxsas programı açılır (!USER!, şifre: boş kalıyor) ve OK basılır.
- g) Açılan pencereden cihazın konfigürasyonu kontrol edilir ve OK basılır. Bu aşamada cihaz kendini kontrol etme işlemini başlatır.
- h) Sistemin kendini kontrol etme işlemi bittikten sonra sırasıyla ‘Tools’→’Action’ işlemleri yapılır.

4.3 XRD ölçümünün gerçekleştirilmesi

- a) Send Instrument Configuration tıklanır. Açılan pencerede Instrument Status, Zero Goniometer ve Reset X-Y seçilir ve OK tıklanır.
- b) X-ray tüpünü açmak için Kullanma Kılavuzu’ndaki talimatlar uygulanır.
- c) X-ray tüpü aktif hale geldikten sonra Set X-ray chamber environment tıklanır. Eğer katı malzeme incelenecekse Vacum, sıvı malzeme incelenecekse Helium (with shutter) seçilir; OK tıklanır.
- d) Read Status (F7) tıklanır. Cihaz uzun bir süre kapalı kaldıktan sonra açılıyorsa, bu aşamada cihazın kullanılabilir hale gelmesi beklenir. Bu 3-4 saat sürmektedir. Bu süre sonunda tanktemp: 32 derece olmalıdır. Eğer cihaz Eco Mode’da bırakılmışsa bu süre beklenmeden analize başlanabilir. Dolayısıyla aksi bir durum olmadıkça cihaz Eco Mode’da bırakılmalıdır.
- e) Preslenmiş numune, analiz yüzeyi alt tarafa gelecek şekilde kutucuğa (casette) yerleştirilir.
- f) Tekli numune analizi yapılacaksa Qualitative Analysis tıklanır.
- g) Çoklu analiz yapılacaksa Batches tıklanır.
- h) Qualitative Analysis ve Batches tipi ölçümlerin detayları için Kullanma Kılavuzu’na bakınız.

Hazırlayan Ad-Soyad-İmza	Kontrol Eden Ad-Soyad-İmza	Onaylayan Ad-Soyad-İmza



**BİLİM VE TEKNOLOJİ UYGULAMA VE ARAŞTIRMA MERKEZİ
(BİLTEM)
DALGA BOYU DAĞILIMLI X-IŞINI FLORESANS SPEKTROMETRESİ
(WD-XRF) KULLANIM TALİMATI**

Hazırlayan Ad-Soyad-İmza	Kontrol Eden Ad-Soyad-İmza	Onaylayan Ad-Soyad-İmza