

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ ENERJİ ENSTİTÜSÜ

**İTÜ TRIGA Mark II ARAŞTIRMA REAKTÖRÜNDE ENSTRÜMENTAL
NÖTRON AKTİVASYON ANALİZİ BAĞIL VE k_0 STANDARDİZASYON
YÖNTEMLERİNİN ÇEVRESEL ÖRNEKLERE UYGULANMASI**

DOKTORA TEZİ

Ayşe Nur ESEN

Enerji Bilim ve Teknoloji Anabilim Dalı

Enerji Bilim ve Teknoloji Programı

KASIM 2015

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ ENERJİ ENSTİTÜSÜ

**İTÜ TRIGA Mark II ARAŞTIRMA REAKTÖRÜNDE ENSTRÜMENTAL
NÖTRON AKTİVASYON ANALİZİ BAĞIL VE k_0 STANDARDİZASYON
YÖNTEMLERİNİN ÇEVRESEL ÖRNEKLERE UYGULANMASI**

DOKTORA TEZİ

**Ayşe Nur ESEN
(301102001)**

Enerji Bilim ve Teknoloji Anabilim Dalı

Enerji Bilim ve Teknoloji Programı

Tez Danışmanı: Doç Dr. Sevilay HACİYAKUPOĞLU

KASIM 2015

İTÜ, Enerji Enstitüsü'nün 301102001 numaralı Doktora Öğrencisi Ayşe Nur ESEN, ilgili yönetmeliklerin belirlediği gerekli tüm şartları yerine getirdikten sonra hazırladığı “İTÜ TRIGA Mark II ARAŞTIRMA REAKTÖRÜNDE ENSTRÜMENTAL NÖTRON AKTİVASYON ANALİZİ BAĞIL VE k_0 STANDARDİZASYON YÖNTEMLERİNİN ÇEVRESEL ÖRNEKLERE UYGULANMASI” başlıklı tezini aşağıda imzaları olan jüri önünde başarı ile sunmuştur.

Tez Danışmanı : **Doç Dr. Sevilay HACIYAKUPOĞLU**
İstanbul Teknik Üniversitesi

Jüri Üyeleri : **Prof. Dr. Beril TUĞRUL**
İstanbul Teknik Üniversitesi

Prof. Dr. Ferhat GÖKBULAK
İstanbul Üniversitesi

Prof. Dr. Cenap ÖZBEN
İstanbul Teknik Üniversitesi

Prof. Dr. Haluk YÜCEL
Ankara Üniversitesi

Teslim Tarihi : **05 Ekim 2015**
Savunma Tarihi : **30 Kasım 2015**

Eşime ve aileme,

ÖNSÖZ

İTÜ TRIGA Mark II araştırma reaktöründe enstrümental nötron aktivasyon analizi çalışmaları için bağıl ve k_0 standardizasyonlarının yapılmasını ve çevresel örneklerle uygulanmasını içeren bu doktora tez çalışmasında kendisiyle çalışma olanağı sağladığı, bilgilerini aktardığı, çalışmamın her aşamasında yol gösterdiği ve hayata dair olumlu bakış açısıyla bu süreci benim için kolaylaştırdığı için Tez Danışmanım Doç. Dr. Sevilay Hacıyakupoğlu'na teşekkür ederim.

Bu çalışmayı Doktora Projesi ile destekleyen İTÜ Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi'ne, 2211-C Öncelikli Alanlara Yönelik Yurt İçi Doktora Burs Programı ve 2214-A Yurt Dışı Doktora Sırası Araştırma Burs Programı kapsamında sağladığı destekten ötürü TÜBİTAK Bilim İnsanı Destekleme Daire Başkanlığı birimine teşekkür ederim. Çek Cumhuriyeti'nde "Instrumental Neutron Activation Analysis of Plant Tissues and Soils for Phytoremediation Study" araştırmasını gerçekleştirdiğim Czech Academy of Sciences Nuclear Physics Institute'a beni kabul ederek laboratuvarlarında çalışma olanağı sağlayan ve nötron aktivasyon analizi konusundaki bilgi ve deneyimlerini benimle paylaşan Prof. Jan Kučera'ya ve Dr. Marie Kubešová'ya teşekkür ederim.

Tez İzleme Komitesinde yer alan Prof. Dr. Beril Tuğrul'a ve Prof. Dr. Ferhat Gökbülak'a; deneylerim sırasında destek olan İTÜ Enerji Enstitüsü öğretim üyesi Prof. Dr. Sema Erentürk'e ve İTÜ Enerji Enstitüsü Yüksek Lisans öğrencisi Rüveyda İleri'ye de teşekkür ederim. Ayrıca, Doktora çalışmalarımı yürütmem için gerekli zamanı ayırmamda engin hoşgörüsü ve iyi niyetiyle yardımcı olduğu için İstanbul Bilgi Üniversitesi Enerji Sistemleri Mühendisliği Bölüm Başkanı Prof. Dr. Ali Nezihi Bilge'ye de teşekkür ederim. Bu çalışmada yapılan ışınlamaları gerçekleştiren İTÜ TRIGA Mark II reaktör ekibine teşekkür ederim.

Akademik hayata adım attığım günden itibaren beni destekleyen babam İsmail Solmaz'a, annem Filiz Solmaz'a ve ağabeyim Ali Solmaz'a ve hayatıma dahil olmalarıyla birlikte desteklerini benden esirgemeyen Feryal Esen'e, Berrak Esen'e ve Güliz Solmaz'a teşekkür ederim. O olmadan bu doktora çalışmasını tamamlamak benim için belki de imkansız olacağından, her zaman her koşulda olduğu gibi bütün bu süreçte yanımda olan eşim Burak Esen'e teşekkür ederim.

Ekim 2015

Ayşe Nur Esen
Fizik Mühendisi

İÇİNDEKİLER

Sayfa

| | |
|--|----------|
| ÖNSÖZ..... | vii |
| İÇİNDEKİLER | ix |
| KISALTMALAR | xiii |
| ÇİZELGE LİSTESİ..... | xv |
| ŞEKİL LİSTESİ..... | xvii |
| ÖZET..... | xix |
| SUMMARY..... | xxiii |
| 1. GİRİŞ..... | 1 |
| 1.1 Tezin Amacı | 1 |
| 1.2 Literatür Araştırması | 2 |
| 2. NÖTRON AKTİVASYON ANALİZİ | 5 |
| 2.1 Amaç | 5 |
| 2.2 Nötron Aktivasyon Analizi Yöntemleri | 5 |
| 2.2.1 Enstrümental nötron aktivasyon analizi (INAA) | 6 |
| 2.2.2 Radyokimyasal nötron aktivasyon analizi (RNAA) | 6 |
| 2.2.3 Epitermal nötron aktivasyon analizi (ENAA)..... | 6 |
| 2.2.4 Ani gama nötron aktivasyon analizi (PGNAA) | 6 |
| 2.2.5 Döngüsel nötron aktivasyon analizi (CNA)..... | 6 |
| 2.3 Nötron Aktivasyon Analizinin Avantajları ve Dezavantajları | 8 |
| 2.3.1 Avantajları..... | 8 |
| 2.3.2 Dezavantajları | 8 |
| 2.4 Nötron Aktivasyon Analizinin Uygulama Alanları | 8 |
| 2.4.1 Ekoloji ve çevre bilimleri..... | 9 |
| 2.4.2 Tıp, biyoloji, antropoloji ve adli bilimler..... | 9 |
| 2.4.3 Gıda bilimleri | 9 |
| 2.4.4 Jeoloji, jeokimya ve malzeme bilimleri | 9 |
| 2.4.5 Tarih ve arkeoloji | 10 |
| 2.4.6 Referans malzemeler | 10 |
| 2.5 Aktivasyon | 10 |
| 2.6 Radyoaktivite Ölçümü..... | 14 |
| 2.7 Standardizasyon | 16 |
| 2.7.1 Mutlak standardizasyon | 17 |
| 2.7.2 Bağıl standardizasyon | 18 |
| 2.7.3 Tek-komparatör standardizasyonu | 20 |
| 2.7.4 k_0 standardizasyonu | 21 |
| 2.7.4.1 k_0 -faktörleri | 23 |
| 2.7.5 k_0 standardizasyonunun uygulanması | 23 |
| 2.7.5.1 HPGe dedektör kalibrasyonları | 23 |
| Pik-şekil kalibrasyonu | 24 |
| Verim kalibrasyonu | 24 |

| | |
|--|-----------|
| Pik/Toplam oranı kalibrasyonu | 24 |
| 2.7.5.2 Nötron spektrumu kalibrasyonu | 25 |
| α parametresinin belirlenmesi | 25 |
| f parametresinin belirlenmesi | 27 |
| $F_{c,Au}$ parametresinin belirlenmesi | 27 |
| 2.7.5.3 k_0 standardizasyonunda kullanılan bilgisayar programları..... | 28 |
| Kayzero for Windows programı..... | 28 |
| k_0 -IAEA programı | 29 |
| 3. ÖLÇÜMÜN KALİTE KONTROLÜ | 31 |
| 3.1 Ölçüm Belirsizliği | 31 |
| 3.1.1 Enstrümental nötron aktivasyon analizinde ölçüm belirsizliği | 32 |
| 3.1.1.1 Bağıl standardizasyonda ölçüm belirsizliği..... | 33 |
| 3.1.1.2 k_0 standardizasyonunda ölçüm belirsizliği | 34 |
| Kayzero for Windows programında ölçüm belirsizliği..... | 34 |
| k_0 -IAEA programında ölçüm belirsizliği | 34 |
| Kragten-NPI yöntemi ile nötron spektrumu parametrelerinin belirsizliği . | 35 |
| 3.2 Element Belirleme Sınırı | 35 |
| 3.2.1 Kritik seviye | 36 |
| 3.2.2 Belirleme sınırı | 37 |
| 3.3 Yeterlilik Testi..... | 38 |
| 3.3.1 z-skoru..... | 38 |
| 3.3.2 E_n sayısı..... | 38 |
| 4. MATERYAL VE YÖNTEM..... | 41 |
| 4.1 Örnekler..... | 41 |
| 4.1.1 Standart referans malzemeler | 41 |
| 4.1.2 Yeterlilik testi malzemeleri | 42 |
| 4.1.3 Monitörler..... | 42 |
| 4.2 Örneklerin Hazırlanması | 42 |
| 4.2.1 k_0 standardizasyonunda kullanılan örneklerin hazırlanması | 43 |
| 4.2.1.1 Au ve Zr monitör setlerinin hazırlanması | 43 |
| 4.2.1.2 Toprak örneklerinin hazırlanması | 44 |
| 4.2.1.3 Bitki örneklerinin hazırlanması..... | 44 |
| 4.2.1.4 Boş örneğin hazırlanması | 45 |
| 4.2.2 Bağıl standardizasyonda kullanılan örneklerin hazırlanması..... | 45 |
| 4.2.2.1 Au monitörlerin hazırlanması..... | 45 |
| 4.2.2.2 Toprak örneklerinin hazırlanması | 45 |
| 4.2.3 Örneklerin kuru kütlelerinin belirlenmesi | 46 |
| 4.3 İncelenen Elementler | 46 |
| 4.3.1 Microsoft Excel programlarının oluşturulması | 51 |
| 4.3.1.1 Bağıl standardizasyon MS Excel programları..... | 51 |
| 4.3.1.2 k_0 standardizasyonu MS Excel programları | 52 |
| 4.4 Işınlama | 52 |
| 4.4.1 13.03.2013 tarihli ışınlama..... | 52 |
| 4.4.2 19.07.2013 tarihli ışınlama..... | 53 |
| 4.4.3 21.11.2014 tarihli ışınlama..... | 53 |
| 4.5 Gama Spektroskopisi Ölçüm Sistemi..... | 54 |
| 4.5.1 HPGe dedektörler..... | 54 |
| 4.5.1.1 GMX45 model HPGe dedektör..... | 55 |
| 4.5.1.2 GMX10200 model HPGe dedektör..... | 55 |
| 4.5.2 Kalibrasyon kaynakları | 55 |

| | |
|--|------------|
| 4.5.3 Gama ışını spektrumları ölçüm koşulları | 56 |
| 4.5.3.1 k_0 standardizasyonu ölçüm geometrileri | 56 |
| 4.5.3.2 Bağlı standardizasyon ölçüm geometrileri..... | 57 |
| 4.5.3.3 Örneklerin gama ışını spektrumlarının ölçülmesi | 58 |
| 5. DENEY SONUÇLARI VE İRDELEMELERİ..... | 59 |
| 5.1 Bağlı Standardizasyon Sonuçları | 59 |
| 5.1.1 13.03.2013 tarihli ışınlama sonuçları | 59 |
| 5.1.2 19.07.2013 tarihli ışınlama sonuçları | 62 |
| 5.1.3 Bağlı standardizasyonda ölçüm belirsizliğinin değerlendirilmesi | 64 |
| 5.2 k_0 Standardizasyonu Sonuçları | 67 |
| 5.2.1 Dedektör kalibrasyonu sonuçları | 67 |
| 5.2.1.1 GMX10200 HPGe dedektör kalibrasyonları..... | 67 |
| Pik-şekil kalibrasyonu | 67 |
| Verim kalibrasyonu | 68 |
| Pik/Toplam oranı kalibrasyonu | 69 |
| 5.2.1.2 GMX45 HPGe dedektör kalibrasyonları..... | 70 |
| Pik-şekil kalibrasyonu | 70 |
| Verim kalibrasyonu | 72 |
| Pik/Toplam oranı kalibrasyonu | 75 |
| 5.2.2 Nötron spektrumu parametreleri sonuçları | 76 |
| 5.2.2.1 Kragten-NPI ile nötron spektrumu parametrelerinin belirsizliğinin değerlendirilmesi..... | 79 |
| 5.2.3 Element analizi sonuçları | 80 |
| 5.2.3.1 19.07.2013 tarihli ışınlama sonuçları | 80 |
| 5.2.3.2 21.11.2014 tarihli ışınlama analiz sonuçları | 85 |
| Toprak örnekleri analiz sonuçları..... | 85 |
| Bitki örnekleri analiz sonuçları | 92 |
| 6. FİTOREMEDİASYON ÇALIŞMASI İÇİN BİTKİLERİN VE TOPRAKLARIN ENSTRÜMENTAL NÖTRON AKTİVASYON ANALİZİ .. | 97 |
| 6.1 Amaç | 97 |
| 6.2 Çalışma Alanı ve Örnek Toplama | 98 |
| 6.3 Örnek Hazırlama | 99 |
| 6.4 Işınlama ve Ölçüm | 99 |
| 6.4.1 Kısa süreli ışınlama | 99 |
| 6.4.2 Uzun süreli ışınlama..... | 99 |
| 6.5 Analiz Sonuçları | 100 |
| 6.5.1 Nötron akı parametreleri | 100 |
| 6.5.2 Referans malzemelerin analizi | 101 |
| 6.5.3 Örneklerin analizi..... | 101 |
| 6.5.3.1 Toprak örneklerinin element konsantrasyonları..... | 101 |
| 6.5.3.2 Yaprak örneklerinin element konsantrasyonları | 102 |
| 7. SONUÇ VE ÖNERİLER..... | 107 |
| 7.1 Bağlı Standardizasyon Sonuçlarının Değerlendirilmesi | 107 |
| 7.2 k_0 Standardizasyon Sonuçlarının Değerlendirilmesi | 109 |
| KAYNAKLAR | 113 |
| EKLER..... | 121 |
| ÖZGEÇMİŞ..... | 135 |

KISALTMALAR

| | |
|----------------|--|
| CAS NPI | : Nuclear Physics Institute of the Czech Academy of Sciences |
| CNA | : Döngüsel Nötron Aktivasyon Analizi |
| DSROL | : İTÜ Enerji Enstitüsü Düşük Seviyeli Radyoaktivite Ölçümleri Laboratuvarı |
| DTU | : Technical University of Denmark |
| EDPXR | : Polarize X-ışını Floresans Spektrometrisi |
| ENAA | : Epitermal Nötron Aktivasyon Analizi |
| FAAS | : Alevli Atomik Absorpsiyon Spektrofotometrisi |
| GFAAS | : Grafit Fırın Atomik Absorpsiyon Spektrometrisi |
| HPGe | : Yüksek Saflıkta Germanyum |
| IAEA | : International Atomic Energy Agency |
| IC | : İyon Kromatografisi |
| ICP-MS | : Endüktif Eşleşmiş Plazma Kütle Spektrometrisi |
| INAA | : Enstrümental Nötron Aktivasyon Analizi |
| INW | : Institute for Nuclear Science, Ghent University |
| IRMM | : Institute for Reference Materials and Measurements |
| KFKI | : Atomic Energy Research Institute of the Hungarian Academy of Sciences |
| MINT | : Malaysian Institute for Nuclear Technology Research |
| NAA | : Nötron Aktivasyon Analizi |
| NIST | : National Institute of Standards and Technology |
| PGNAA | : Ani Gama Nötron Aktivasyon Analizi |
| PTS | : Pnömatik Örnek Transfer Sistemi |
| RNAA | : Radyokimyasal Nötron Aktivasyon Analizi |
| RSR | : Dönen Örnek Düzeneği |
| SRM | : Standart Referans Malzeme |
| YT | : Yeterlilik Testi |

ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

| | |
|--|----|
| Çizelge 3.1 : Bağıl standardizasyonda belirsizlik bileşenleri | 33 |
| Çizelge 3.2 : Kayzero for Windows programında sistematik belirsizlik bileşenleri . | 34 |
| Çizelge 3.3 : k_0 -IAEA analiz sonuçlarındaki belirsizlik bileşenleri (Url-3)..... | 35 |
| Çizelge 4.1 : Yeterlilik testi malzemeleri | 42 |
| Çizelge 4.2 : Au ve Zr monitör verileri | 43 |
| Çizelge 4.3 : Bağıl standardizasyon yöntemi ile belirlenen elementlerin nükleer özellikleri (Url-6)..... | 47 |
| Çizelge 4.4 : k_0 standardizasyon yönteminde ilgilenilen elementlerin nükleer özellikleri (Url-7)..... | 48 |
| Çizelge 4.5 : GMX45 HPGe dedektörün performans özellikleri | 55 |
| Çizelge 4.6 : GMX10200 HPGe dedektörün performans özellikleri | 55 |
| Çizelge 4.7 : Kalibrasyon kaynaklarının nükleer özellikleri (Url-6)..... | 56 |
| Çizelge 4.8 : GMX45 HPGe dedektör k_0 standardizasyonu ölçüm geometrileri | 57 |
| Çizelge 4.9 : GMX10200 HPGe dedektör k_0 standardizasyonu ölçüm geometrileri | 57 |
| Çizelge 4.10 : Bağıl standardizasyonda kullanılan ölçüm geometrileri | 58 |
| Çizelge 4.11 : Örneklerin ölçüm koşulları..... | 58 |
| Çizelge 5.1 : 13.03.2013 tarihli ışınlama için bağıl standardizasyon sonuçları | 60 |
| Çizelge 5.2 : 19.07.2013 tarihli ışınlama için bağıl standardizasyon sonuçları | 62 |
| Çizelge 5.3 : Bağıl standardizasyon belirsizlik bütçesi | 66 |
| Çizelge 5.4 : GMX10200 HPGe dedektörü ölçülen FWHM değerleri | 67 |
| Çizelge 5.5 : GMX10200 HPGe dedektörü referans geometrideki verim değerleri ve belirsizlikleri (k=1)..... | 68 |
| Çizelge 5.6 : GMX10200 HPGe dedektörü referans geometrideki P/T değeri ve belirsizliği (k=1)..... | 69 |
| Çizelge 5.7 : GMX45 HPGe dedektörü ölçülen FWHM değerleri | 71 |
| Çizelge 5.8 : GMX45 HPGe dedektörü referans geometrideki verim değerleri ve belirsizlikleri (k=1)..... | 73 |
| Çizelge 5.9 : GMX45 HPGe dedektörü referans geometrideki P/T değerleri ve belirsizlikleri (k=1)..... | 75 |
| Çizelge 5.10 : Nötron spektrumu parametreleri ve belirsizlikleri (k=1) | 77 |
| Çizelge 5.11 : Diğer bazı TRIGA Mark II reaktörlerindeki α ve f parametreleri ve belirsizlikleri (k=1)..... | 78 |
| Çizelge 5.12 : Hesaplamalarda kullanılan nötron spektrumu parametreleri ve belirsizlikleri (k=1)..... | 79 |
| Çizelge 5.13 : Kragten-NPI programı ile belirsizliğin değerlendirilmesi..... | 79 |
| Çizelge 5.14 : 19.07.2013 tarihli ışınlama için k_0 standardizasyonu sonuçları | 81 |
| Çizelge 5.15 : 21.11.2014 tarihli ışınlama için toprak örnekleri k_0 -IAEA sonuçları | 90 |
| Çizelge 5.16 : 21.11.2014 tarihli ışınlama için toprak örnekleri Kayzero for Windows sonuçları | 91 |
| Çizelge 5.17 : 21.11.2014 tarihli ışınlama için bitki örnekleri k_0 -IAEA sonuçları ... | 95 |

| | |
|---|-----|
| Çizelge 5.18 : 21.11.2014 tarihli ışınlama için bitki örnekleri Kayzero for Windows sonuçları..... | 96 |
| Çizelge 6.1 : Kısa süreli ışınlama için nötron akı parametreleri..... | 100 |
| Çizelge 6.2 : Uzun süreli ışınlama için nötron akı parametreleri | 101 |
| Çizelge 6.3 : Referans malzemelerin analiz sonuçları | 104 |
| Çizelge 6.4 : Toprak örneklerinin element konsantrasyonları..... | 104 |
| Çizelge 6.5 : Yaprak örneklerinin element konsantrasyonları (mg·kg ⁻¹)..... | 105 |

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

| | |
|--|-----|
| Şekil 2.1 : (n, γ) reaksiyonun şematik gösterimi (Url-1)..... | 5 |
| Şekil 2.2 : NAA ile belirlenebilen elementler (Url-2)..... | 7 |
| Şekil 2.3 : Nükleer reaktörlerde nötron enerjisine göre akı dağılımı (Url-2)..... | 11 |
| Şekil 3.1 : Kritik seviye ve belirleme sınırı (Gilmore (2008)'den uyarlanmıştır)..... | 36 |
| Şekil 4.1 : Monitörlerin hazırlanması a-b) ışınlama paketi c) ölçüm poşeti..... | 43 |
| Şekil 4.2 : Örnekler a-b) toprak b) bitki peleti c) bitki..... | 44 |
| Şekil 4.3 : Boş örnek..... | 45 |
| Şekil 4.4 : 13.03.2013 ışınlamasında örneklerin ışınlama tüpündeki konumu..... | 53 |
| Şekil 4.5 : 19.07.2013 ışınlamasında örneklerin ışınlama tüpündeki konumu..... | 53 |
| Şekil 4.6 : 21.11.2014 ışınlamasında örneklerin ışınlama tüpündeki konumu..... | 54 |
| Şekil 4.7 : HPGe dedektörler..... | 54 |
| Şekil 4.8 : GMX45 HPGe dedektör ölçüm geometrileri..... | 57 |
| Şekil 4.9 : GMX10200 HPGe dedektör ölçüm geometrileri..... | 57 |
| Şekil 5.1 : 13.03.2013 tarihli ışınlamanın bağıl standardizasyon kalite kontrol testi | 62 |
| Şekil 5.2 : 19.07.2013 tarihli ışınlamanın bağıl standardizasyon kalite kontrol testi | 64 |
| Şekil 5.3 : GMX10200 HPGe dedektör pik-şekil kalibrasyonu..... | 68 |
| Şekil 5.4 : GMX10200 HPGe dedektör verim kalibrasyonu..... | 69 |
| Şekil 5.5 : GMX10200 HPGe dedektör P/T kalibrasyonu..... | 70 |
| Şekil 5.6 : GMX45 HPGe dedektör pik-şekil kalibrasyonu (1.ölçüm)..... | 72 |
| Şekil 5.7 : GMX45 HPGe dedektör pik-şekil kalibrasyonu (2.ölçüm)..... | 72 |
| Şekil 5.8 : GMX45 HPGe dedektör verim kalibrasyonu (1.ölçüm)..... | 74 |
| Şekil 5.9 : GMX45 HPGe dedektör verim kalibrasyonu (2.ölçüm)..... | 74 |
| Şekil 5.10 : GMX45 HPGe dedektör P/T kalibrasyonu (1.ölçüm)..... | 75 |
| Şekil 5.11 : GMX45 HPGe dedektör P/T kalibrasyonu (2.ölçüm)..... | 76 |
| Şekil 5.12 : Nötron spektrumu parametrelerinin kullanılan programa göre karşılaştırılması..... | 77 |
| Şekil 5.13 : 19.07.2013 tarihli ışınlama için k_0 -IAEA kalite kontrol testi..... | 85 |
| Şekil 5.14 : 21.11.2014 ışınlaması toprak örnekleri k_0 -IAEA kalite kontrol testi..... | 86 |
| Şekil 5.15 : 21.11.2014 ışınlaması toprak örnekleri Kayzero for Windows kalite kontrol testi..... | 86 |
| Şekil 5.16 : 21.11.2014 ışınlaması k_0 -IAEA kalite kontrol testi..... | 94 |
| Şekil 5.17 : 21.11.2014 ışınlaması bitki örnekleri Kayzero for Windows kalite kontrol testi..... | 94 |
| Şekil 6.1 : Çalışma alanı..... | 98 |
| Şekil A.1 : Bağıl standardizasyon ile element miktarının belirlenmesi için hazırlanan MS Excel programı..... | 122 |
| Şekil A.2 : Bağıl standardizasyon belirsizlik bütçesi için hazırlanan MS Excel programı..... | 123 |
| Şekil A.3 : Bağıl standardizasyon kalite kontrolü için hazırlanan MS Excel programı..... | 124 |

| | |
|--|-----|
| Şekil A.4 : k_0 standardizasyonu kalite kontrolü için hazırlanan MS Excel programı | 125 |
| Şekil C.1 : 13.03.2013 ışınlaması YT-T1 spektrumu | 127 |
| Şekil C.2 : 13.03.2013 ışınlaması YT-T1 fotopik analiz raporu | 128 |
| Şekil D.1 : α parametresinin ve bileşik belirsizliğinin AuZr-1 monitörü ile Kragten-NPI programı kullanılarak hesaplanması | 129 |
| Şekil D.2 : f parametresinin ve bileşik belirsizliğinin AuZr-1 monitörü ile Kragten-NPI programı kullanılarak hesaplanması | 130 |
| Şekil D.3 : $F_{c,Au}$ parametresinin ve bileşik belirsizliğinin AuZr-1 monitörü ile Kragten-NPI programı kullanılarak hesaplanması | 131 |
| Şekil E.1 : 21.11.2014 ışınlaması k_0 -IAEA analiz raporu | 132 |
| Şekil F.1 : 21.11.2014 ışınlaması Kayzero for Windows analiz raporu | 133 |

İTÜ TRIGA Mark II ARAŞTIRMA REAKTÖRÜNDE ENSTRÜMENTAL NÖTRON AKTİVASYON ANALİZİ BAĞIL VE k_0 STANDARDİZASYON YÖNTEMLERİNİN ÇEVRESEL ÖRNEKLERE UYGULANMASI

ÖZET

Nötron aktivasyon analizi (NAA), çeşitli matrislerdeki örneklerin içerdiği elementlerin belirlenmesinde kullanılan analitik bir yöntemdir. Enstrümental nötron aktivasyon analizi (INAA) ise, örneklerin ışınlamadan önce veya sonra herhangi bir kimyasal işleme maruz kalmamasından dolayı tahribatsız bir yöntem olduğundan dünyada en çok kullanılan NAA yöntemidir.

NAA'de standardizasyon yöntemleri mutlak, bağıl ve komparatör (karşılaştırmalı) standardizasyonu olmak üzere üçe ayrılır. Mutlak yöntem deneysel olarak basit olmasına rağmen, element miktarının hesaplanmasında kullanılan bazı fiziksel parametrelerin belirsizliği birçok (n, γ) reaksiyonu ve radyonüklit için yüksektir. Bu nedenle bu yöntem ile elde edilen element miktarları yüksek belirsizliğe sahiptir. Bağıl standardizasyon yönteminde örnek ve ilgilenilen element içeriği bilinen bir standart ile birlikte ışınlanır ve aynı deneysel koşullarda ölçülür. Bağıl yöntem ile yüksek doğrulukla sonuç elde edilmesine rağmen çoklu-element analizinde standardın hazırlanması ve ölçülmesi zorluk yaratmaktadır. Tek-komparatör yöntemi standardın ve seçilen tek-komparatörün birlikte ışınlanmasıyla k-faktörlerinin deneysel olarak belirlenmesini içerir. Daha sonra örneğin ve tek-komparatörün birlikte ışınlanmasıyla örneğin içeriğindeki element miktarı belirlenir. Yöntemin en önemli avantajı k-faktörlerinin önceden belirlendiği durumda deneysel basitliğidir. Ancak k-faktörlerinin deneysel koşullara bağlı olması yöntemin dezavantajıdır. Eğer tek-komparatör yönteminin deneysel olarak belirlenen k-faktörleri ışınlama ve ölçüm koşullarına göre normalize edilirse k_0 -faktörleri tanımlanır. k_0 yöntemi analizden önce nötron spektrumu parametrelerinin, termal nötron akısının (ϕ_t), epitermal akı dağılım parametresinin (α), termal-epitermal akı oranının (f) ve komparatör faktörünün ($F_{c,Au}$) belirlenmesini ve dedektör kalibrasyonlarının yapılmasını gerektirir. k_0 yönteminin avantajı ticari olarak erişilebilen veya ücretsiz yazılımlar kullanarak çok sayıda benzer örneğin çoklu-element analizinin zamandan kazanılarak yapılmasıdır.

Bu çalışmada, İTÜ TRIGA Mark II araştırma reaktöründe INAA'nin bilimsel ve ticari amaçlarla uygulanabileceği düşüncesinden yola çıkılarak, çevresel örneklerin element analizi için bağıl ve k_0 standardizasyonları yapılmıştır. Bu kapsamda HPGe dedektörlerin kalibrasyonları, nötron spektrumu kalibrasyonu, içeriği bilinen sertifikalı referans malzemelerin ve yeterlilik testi malzemelerinin element analizleri yapılmış ve sonuçların kalite kontrolü değerlendirilmiştir. Ayrıca, çevresel örneklerde INAA'nin İTÜ TRIGA Mark II araştırma reaktöründe uygulanması çalışmalarına katkı sağlaması amacıyla TÜBİTAK 2214-A Yurt Dışı Doktora Sırası Araştırma Burs Programı kapsamında Nuclear Physics Institute of the Czech

Academy of Sciences (CAS NPI)'da İstanbul'un çeşitli bölgelerinden alınan toprak ve bitki örneklerinin element analizini içeren altı aylık bir araştırma yürütülmüştür.

ITU TRIGA Mark II araştırma reaktörü merkezi ışınlama kanalında 250 kW güç seviyesinde 6 saat ve 207 kW güç seviyesinde 4 saat ışınlama yapılmıştır. Bağlı standardizasyon ile element konsantrasyonlarının belirlenmesi ve sonuçların kalitesinin değerlendirilmesi için çeşitli MS Excel programları hazırlanmıştır. Hazırlanan programlar ile rutin çalışmalarda analizin hızlı yapılması ve veri girişinden kaynaklanabilecek hataların en aza indirilmesi amaçlanmıştır. k_0 standardizasyonu k_0 -IAEA (versiyon 7.16) ve Kayzero for Windows (versiyon 3.05) programları ile uygulanmıştır. Ayrıca nötron spektrumu parametrelerinin ve belirsizliklerinin belirlenmesi amacıyla Kragten yöntemi kullanılmıştır.

Bağlı standardizasyonda toprak örneklerinde As, Ce, Co, Cr, Cs, Fe, K, La, Na, Rb, Sb, Sc, Th, U ve Zn element konsantrasyonları belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre, bağlı standardizasyonda ölçüm belirsizliğine en yüksek katkının sayım istatistiğinden geldiği gözlenmiştir.

k_0 standardizasyonunda Au ve Zr monitörlerin kullanıldığı çıplak-üçlü monitor yöntemi uygulanarak k_0 -IAEA, Kayzero for Windows ve Kragten yöntemi ile nötron spektrumu parametreleri ve belirsizlikleri hesaplanmıştır. k_0 -IAEA, Kayzero for Windows ve Kragten yöntemi ile hesaplanan nötron spektrumu parametrelerinin ise uyumlu olduğu gözlenmiştir. Hesaplanan f değerleri (<20), nötron spektrumunun termalizasyonunun zayıf olduğunu göstermektedir. α değerleri ise 0'dan küçük hesaplanmıştır. Hesaplanan α değerlerinin belirsizlikleri %43-%1700 arasında değişmektedir.

k_0 standardizasyonu ile toprak ve bitki örneklerinde Ag, As, Au, Ba, Br, Cd, Ce, Co, Cr, Cs, Eu, Fe, Hf, K, La, Na, Rb, Sb, Sc, Sm, Sr, Tb, Th, U, W, Yb, Zn ve Zr element konsantrasyonları belirlenmiştir. Yöntemin performansı NIST SRM 2711, 1633b ve 1547 standart referans malzemelerinin analizi ile değerlendirilmiştir. NIST SRM 2711 ve 1547 için Kayzero for Windows ile hesaplanan bağlı genişletilmiş belirsizlikler sırasıyla %7-33 ve %7-25, k_0 -IAEA ile hesaplanan bağlı genişletilmiş belirsizlikler ise sırasıyla %17-90 ve %18-60'tır. k_0 -IAEA ve Kayzero for Windows programları ile elde edilen sonuçlar karşılaştırıldığında, hesaplamada kullanılan farklı yaklaşımlar nedeniyle k_0 -IAEA sonuçlarının belirsizliklerinin daha yüksek olduğu belirlenmiştir. k_0 -IAEA programında diğer belirsizlik bileşenlerine ek olarak nötron spektrum parametrelerinin belirsizlikleri de element konsantrasyonunun belirsizliğinin hesaplanmasına hesaba katılmaktadır. Ancak Kayzero for Windows programında element konsantrasyonunun belirsizliği sayım istatistiğine %3,5 olarak verilen bir sistematik belirsizliğin eklenmesiyle hesaplanmaktadır. k_0 -IAEA programı ile hesaplanan nötron spektrumu parametrelerinin, özellikle α değerinin belirsizliği yüksek (>100) olduğundan element konsantrasyonlarındaki belirsizlikler yüksektir.

Yapılan çalışmalardan elde edilen sonuçlar değerlendirildiğinde, bağlı standardizasyon ile incelenen elementlerin yüksek doğrulukla belirlenebildiği ortaya koyulmuştur. k_0 standardizasyonu sonuçları incelendiğinde, bu yöntem ile bağlı standardizasyona göre fazladan 13 elementin belirlenebildiği, ışınlama ve ölçüm koşulları dikkate alındığında bağlı standardizasyonda matris özelliklerinden dolayı sorun yaratan bitki örneklerinde de analiz yapılabildiği sonucuna varılmıştır.

INAA ülkemizde rutin analizlerde kullanılan bir yöntem olmadığı için, bu tez çalışması çevresel örneklerde bu yöntemin ilk defa kapsamlı uygulanması ve özellikle dünyadaki NAA laboratuvarlarında rutin analizlerde kullanılan k_0

standardizasyon yönteminin İTÜ TRIGA Mark II araştırma reaktöründe ilk defa uygulanması açısından önemlidir. İleride alternatif nötron akı monitörleri, farklı matrislerdeki standart referans malzemeler ve uygun performans özelliklerinde HPGe detektörler ile yapılacak çalışmalar ile k_0 -INAA sonuçlarının kalitesinin arttırılabileceği, yöntemin başka matrislerdeki örneklerde daha fazla sayıda element analizi için uygulanabileceği ve bilimsel araştırmaların yanı sıra ticari amaçlar için de kullanılabilceği öngörülmektedir.

THE APPLICABILITY OF RELATIVE AND k_0 STANDARDIZATION METHODS IN INSTRUMENTAL NEUTRON ACTIVATION ANALYSIS TO ENVIRONMENTAL SAMPLES AT ITU TRIGA Mark II RESEARCH REACTOR

SUMMARY

Neutron activation analysis (NAA) is an analytical method used to determine element contents of the samples in various matrices. Instrumental neutron activation analysis (INAA), a non-destructive method, requires no chemical treatments prior to or after the irradiation and it is the most applied NAA method worldwide.

Standardization methods in NAA are sorted into absolute, relative and comparator standardization. Although the absolute method is experimentally simple, the uncertainty of some physical parameters for many (n, γ) reactions and radionuclides are large, leading to a relatively large uncertainty of the element amounts. In relative method a standard with known mass of element to be determined is coirradiated together with a sample, and both of them are measured under the same experimental conditions. Although the relative method provides high accuracy results, it suffers in multi-element analysis from several inconveniences, such as the irradiation and the measurement of standards. The single-comparator method introduces k-factors, which are experimentally determined by coirradiation of a standard and a single-comparator together. Then, the amount of an element in a sample is determined by coirradiation of the sample and the single-comparator. Its obvious advantage is the experimental simplicity in case of k-factors are priorly determined. On the other hand, a serious disadvantage is the rigidity of k-factors, which are strictly bound to local experimental conditions. If an experimentally determined k-factors of the single-comparator method are normalized for the experimental conditions of irradiation and counting, k_0 -factor is defined. The k_0 method requires the determination of neutron spectrum parameters, thermal neutron flux (ϕ_t), epithermal flux distribution parameter (α), thermal-to-epithermal neutron flux ratio (f), comparator factor ($F_{c,Au}$), and the detector calibrations prior to analysis. Among the advantages of the k_0 method is the possibility of multi-element analysis of large series of similar samples using commercially accessible or free programs by saving time.

In this study, the relative and k_0 standardization were carried out for the element analyses of environmental samples considering the idea of applicability of INAA at ITU TRIGA Mark II research reactor for scientific and commercial purposes. In this context, calibrations of HPGe detectors, calibration of neutron spectrum, element analyses of certified reference materials and proficiency test materials were done and quality control of results were evaluated. Besides, a six months research, which was supported by TUBITAK 2214-A International Research Fellowship Program (for Doctorate Students), were done in Nuclear Physics Institute of the Czech Academy of Sciences (CAS NPI) on the soil and plant samples taken from the various regions

of Istanbul to contribute the studies carried out in ITU TRIGA Mark II research reactor.

Irradiations were done in ITU TRIGA Mark II research reactor central irradiation channel at 250 kW power for 6 hours and 207 kW power for 4 hours. Several MS Excel programs were prepared to determine the element concentrations and evaluate the quality of the results with relative method. The aim was to make faster analyses in routine studies and to minimize the data entry errors. k_0 standardization was carried out by k_0 -IAEA (version 7.16) and Kayzero for Windows (version 3.05) programs. Besides, Kragten method was used for determination of neutron spectrum parameters and their uncertainties.

In relative standardization As, Ce, Co, Cr, Cs, Fe, K, La, Na, Rb, Sb, Sc, Th, U and Zn were determined in soil samples. According to the results, the major uncertainty contribution is due to statistical counting.

In k_0 standardization, the bare triple-monitor method, using Au and Zr monitors, was applied to determine neutron spectrum parameters and their uncertainties with k_0 -IAEA, Kayzero for Windows and Kragten method. The neutron spectrum parameters calculated with k_0 -IAEA, Kayzero for Windows and Kragten method were found to be in agreement. Taking into consideration low f values (<20), it can be said that the neutron spectrum was poorly thermalized and negative α values were calculated. The uncertainty range of α value was from 43% to 1700%.

In k_0 standardization Ag, As, Au, Ba, Br, Cd, Ce, Co, Cr, Cs, Eu, Fe, Hf, K, La, Na, Rb, Sb, Sc, Sm, Sr, Tb, Th, U, W, Yb, Zn and Zr were determined in soil and plant samples. The performance of the method was evaluated by analysing NIST standard reference materials (SRMs) 2711, 1633b and 1547. The relative expanded uncertainties ($k=2$) calculated with Kayzero for Windows are in the range of 7–33 % for NIST SRM 2711 and 7-25 % for NIST SRM 1547, and with k_0 -IAEA the above ranges are 17–90 % and 18-60 %, respectively. When comparing the results obtained by k_0 -IAEA and Kayzero for Windows, it was determined that the k_0 -IAEA results are associated with higher uncertainties compared to those obtained by Kayzero for Windows due to the different approaches used in their calculation. In k_0 -IAEA program, the uncertainties of neutron spectrum parameters, as well as other uncertainty components, are taken into account to calculate the uncertainty of element concentrations. However, in Kayzero for Windows the uncertainty of element concentrations are calculated by adding a 3.5 % systematic uncertainty to the counting statistics. Since the relative uncertainties of neutron spectrum parameters, especially for the α value, calculated with k_0 -IAEA program are high ($>100\%$), this fact explains the high uncertainties of the element concentrations determined.

The results obtained from this study showed that, the investigated elements were determined with high accuracy by relative standardization. However, 13 more elements were determined by k_0 standardization. Taking into consideration the irradiation and measurement conditions involved, plant samples that caused problems according to their matrix properties in relative standardization, could be analysed by k_0 standardization method.

As INAA is not used in routine analyses in Turkey, this study is important for being the first extensive application of the method in environmental samples and being the very first application of the k_0 standardization method by k_0 -IAEA and Kayzero for Windows program, which are used for routine analyses in NAA laboratories worldwide, at ITU TRIGA Mark II research reactor. It is anticipated that the future

studies with alternative neutron flux monitors, SRMs of different matrices, and suitable HPGGe detectors would improve the quality of k_0 -INAA results. Thus, the method can be applied to samples in various matrices for the determination of more elements and used for commercial purposes besides the scientific researches.

1. GİRİŞ

James Chadwick'in 1932 yılında nötronu keşfinden sonra 1934 yılında Frédéric Joliot ve Irène Curie hızlı alfa parçacıklarıyla aluminyumu ışınlayarak yapay uyarılmış radyoaktiviteyi keşfetmiştir. Bundan bir yıl sonra Enrico Fermi yapay radyonüklitlerin üretilmesinde ilk defa nötronları kullanmıştır. 1935 yılında George de Hevesy ve Hilde Levi'nin nadir toprak elementleri üzerinde yaptığı deneyler nötron aktivasyon analizi çalışmalarının başlangıcı olmuştur (Greenberg ve diğ., 2011). Nötron aktivasyon analizi (NAA) yönteminin potansiyeli, ilk olarak yayınlanan radyasyonun bozunma ve soğurulma özelliklerinin analizinin yapılmasıyla 1950 ve 1960'lı yıllarda keşfedilmiştir. 1960'lı yılların başında yarıiletken dedektörlerin kullanılmaya başlanması, gama ışını spektrometrisinde seçiciliği büyük oranda arttırarak herhangi bir kimyasal ayrıştırma işlemi uygulamadan radyonüklitlerin belirlenmesine olanak sağlamıştır. Bu gelişme tahribatsız bir analiz yöntemi olan Enstrümental Nötron Aktivasyon Analizi (INAA)'nin yaygın olarak uygulanmasının başlangıcı olmuştur. INAA örneklerin ışınlamadan önce veya sonra herhangi bir kimyasal işleme maruz kalmamasından dolayı çoğunlukla tercih edilen bir analiz yöntemidir.

1.1 Tezin Amacı

Bu tez çalışmasında, İTÜ TRIGA Mark II araştırma reaktöründe yürütülen INAA çalışmaları için bağıl ve k_0 standardizasyonlarının yapılması ve yöntemin toprak ve bitki matrislerindeki çevresel örneklere uygulanması amaçlanmıştır. INAA yönteminin İTÜ TRIGA Mark II araştırma reaktöründeki ışınlama ve ölçüm koşullarında bitki ve toprak örneklerine uygulanabilirliğinin ve örneklerdeki elementlerin belirleme limitlerinin incelenmesi çalışmanın temelini oluşturmaktadır. Bunun yanı sıra, topraktaki eser element ve/veya metal kirleticilerin giderilmesinde uygulanan fitoremediasyon çalışmalarında bitkilerin biyomonitör olarak kullanılabilirliğinin incelenmesi amacıyla İstanbul'da çeşitli bölgelerden toplanan

bitki ve toprak örneklerindeki element konsantrasyonlarının belirlenmesi de bu çalışmanın amaçlarından biridir.

INAA ülkemizde rutin analizlerde kullanılan bir yöntem olmadığı için, bu tez çalışması çevresel örneklerde bu yöntemin ilk defa kapsamlı uygulanması ve özellikle dünyadaki NAA laboratuvarlarında rutin analizlerde kullanılan k_0 standardizasyon yönteminin k_0 -IAEA ve Kayzero for Windows programları ile İTÜ TRIGA Mark II araştırma reaktöründe ilk defa uygulanması açısından önemlidir.

1.2 Literatür Araştırması

INAA'de standardizasyon yöntemleri bağıl, mutlak ve komparatör (karşılaştırmacı) standardizasyonu olmak üzere sınıflandırılabilir. Bağıl standardizasyon yöntemi örneğin içerdiği element miktarı, element içeriği bilinen bir standart ile karşılaştırılarak belirlendiği için yüksek doğrulukla element analizine olanak sağlamaktadır (Greenberg ve diğ., 2011). Bu yöntem bir elementi veya az sayıda birkaç elementi belirlemek için uygundur ancak kullanılan standartların hazırlanması ve ölçülmesi çoklu-element analizinde zorluk yaratmaktadır. Bunun yanısıra örneğin içerdiği elementlerin deneysel olarak belirlenen miktarları ışınlama konumundaki akıya bağlıdır. Bu nedenle örnek ve standart farklı konumlarda ışınlanırsa, konuma bağlı olarak nötron akısındaki değişim analiz sonuçlarının doğruluğunu ve kesinliğini etkilemektedir. Girardi ve diğ. (1964), standart kullanmadan sadece nötron akısının izlenmesi ve gama ışını sayımı yapılarak literatürden elde edilen nükleer parametrelerin kullanılmasıyla element miktarının belirlendiği mutlak standardizasyon yöntemi üzerinde çalışmışlardır. Ancak literatürden alınan nükleer parametrelerdeki, özellikle bozunma şemalarındaki ve tesir kesitlerindeki, belirsizliklerin yüksek sistematik hatalara neden olduğu ve analiz sonuçlarının bağıl yöntem ile karşılaştırılamayacak kadar düşük doğrulukta olduğu gözlenmiştir. Daha sonra elementlerin standartlarının seçilen tek bir komparatör ile ışınlanmasıyla elde edilen nükleer parametrelere bağlı faktörlerin (k-faktörü) deneysel olarak belirlendiği tek-komparatör standardizasyon yöntemi geliştirilmiştir (Girardi ve diğ., 1965). Tek-komparatör yönteminin bağıl standardizasyon kadar doğru sonuçlar verdiği gözlenmiştir. Deneysel olarak belirlenen k-faktörlerinin ışınlama ve ölçüm koşullarına göre normalize edilerek deneysel koşullara bağlılığın ortadan kaldırıldığı k_0 standardizasyon yöntemi ise Simonits ve diğ. (1975) tarafından ortaya

koyulmuştur. NAA'de k_0 yönteminin uygulanmaya başlanmasıyla 1992 yılında Kayzero for Windows programı piyasaya sürülmüştür (Van Sluijs ve diğ., 1992). Kayzero for Windows programı mevcut olan tek ticari programdır. k_0 standardizasyonunda kullanılan diğer bir program ise ücretsiz olarak erişilebilen k_0 -IAEA programıdır (Rossbach ve diğ., 2007).

Menezes ve Jaćimović (2006), TRIGA MARK I IPR-R1 reaktöründe seçilen beş ışınlama kanalında Kayzero for Windows programı ile k_0 standardizasyon yöntemini uygulamıştır. Çeşitli sertifikalı referans malzemelerin analizinden elde edilen sonuçlar sertifika değerleri ile uyumlu bulunmuştur.

Abugassa ve diğ. (2007), Tajura Nükleer Araştırma Merkezi'nde çeşitli sertifikalı referans malzemelerinin Kayzero for Windows programı ile analiz edilmesiyle k_0 standardizasyon yönteminin geçerliliği üzerine çalışmıştır. Elde edilen sonuçlar sertifika değerleri ile uyumlu bulunmuştur. Nötron akı parametreleri Au ve Zr monitör setleri ile belirlenmiştir.

Kubešová ve Kučera (2010), Řež NAA laboratuvarında Kayzero for Windows programı ile k_0 standardizasyon yönteminin geçerliliği üzerine çalışmıştır. Akı parametrelerinin izlenmesi için Au ve Zr monitör setlerinin kullanıldığı çıplak-üçlü monitör yöntemi kullanılmıştır. Bu çalışmada NIST SRM 1633b, 1571 ve 2704 ve çeşitli sentetik malzemeler analiz edilmiştir ve element sonuçlarının sertifika değerleriyle uyumu E_n sayısı ile belirlenmiştir. Böylece k_0 standardizasyon yönteminin Kayzero for Windows programı ile başarıyla uygulandığı gösterilmiştir.

Kubešová ve Kučera (2011), Řež NAA laboratuvarında Kayzero for Windows programı ile k_0 standardizasyon yönteminin başarıyla uygulanmasından sonra, Kayzero for Windows programının performansını k_0 -IAEA programı ile karşılaştırmışlardır. Akı parametreleri uzun süreli ışınlamada Au ve Zr monitör setleri kısa ışınlamada ise Au, Mn ve Rb monitör setleri kullanılarak belirlenmiştir. Her iki program ile belirlenen element miktarları uyumlu bulunmuştur, ancak element miktarlarındaki belirsizliklerde farklılıklar gözlenmiştir.

Baidoo ve diğ. (2013), Ghana Araştırma Reaktörü-1'de rutin uygulamalarda kullanmak amacıyla k_0 -IAEA programı ile k_0 standardizasyon yöntemini uygulamıştır. Nötron spektrumu parametreleri Au, Zr ve Fe monitörlerin kullanıldığı

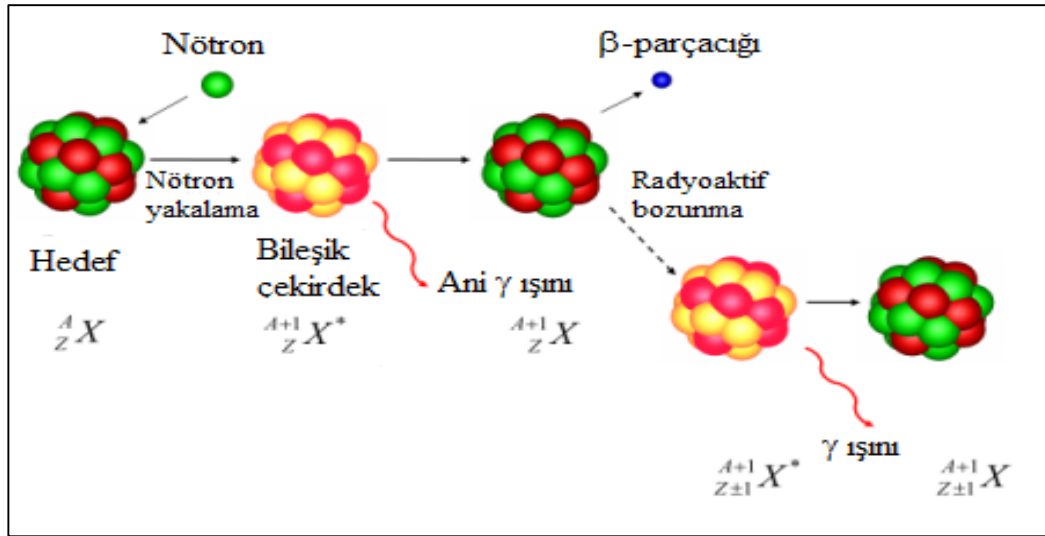
ıplak-oklu monit3r y3ntemi ile belirlenmiřtir. Bitki, sediment ve jeolojik malzemeleri temsil eden eřitli sertifikalı referans malzemelerin analiziyle k_0 standardizasyon y3nteminin k_0 -IAEA programı geerlilięi onaylanmıřtır.

Bounouira ve dię. (2014), Moroccan TRIGA Mark II arařtırma reakt3r3nde k_0 standardizasyon y3ntemini uygulamak ve geerli kılmak amacıyla k_0 -IAEA programını kullanmıřtır. N3tron spektrumu parametreleri Au, Zr ve Ni monit3rlerin kullanıldıęı ıplak-oklu monit3r y3ntemi ile belirlenmiřtir. eřitli sertifikalı referans malzemelerin analiziyle k_0 -IAEA programı ile k_0 standardizasyon y3nteminin uygulanmasının geerli olduęu sonucuna varılmıřtır.

2. NÖTRON AKTİVASYON ANALİZİ

2.1 Amaç

NAA elementlerin nitel ve nicel olarak belirlenmesinde kullanılan bir yöntemdir (Url-1). Yöntem kararlı çekirdeğin nötronlarla ışınlanması sonucunda bir nötron yakalayarak radyonüklite dönüşmesine ve yayınlanan radyasyonun ölçülmesine dayanmaktadır. Işınlama sırasında kararlı atom çekirdeğinin (A_ZX) nötron ile reaksiyona girmesiyle, ömrü yaklaşık 10^{-12} - 10^{-14} s olan ve ani gama ışınları yayınlayan bileşik çekirdek (${}^{A+1}_Z X^*$) oluşmaktadır. Eğer oluşan çekirdek (${}^{A+1}_Z X$) kararsız ise kararlı hale gelene kadar β^- -bozunumu, β^+ -bozunumu, elektron yakalama, veya iç dönüşüm yapmakta, çoğu durumda bu bozunumları takiben gecikmiş γ -ışını yayınlanmaktadır (Şekil 2.1).



Şekil 2.1 : (n,γ) reaksiyonun şematik gösterimi (Url-1).

2.2 Nötron Aktivasyon Analizi Yöntemleri

Element analizinde yaygın olarak kullanılan NAA yöntemleri aşağıda açıklanmıştır (IAEA, 2001).

2.2.1 Enstrümental nötron aktivasyon analizi (INAA)

INAA örneğin herhangi kimyasal işleme maruz kalmadığı tahribatsız bir NAA yöntemidir. Birçok örnek matrisi için en kolay uygulanan yöntem olduğundan aynı zamanda en yaygın kullanılan NAA yöntemidir. Kimyasal işlemlerden kaynaklanabilecek kirlilik ve element kayıpları elimine edildiğinden, INAA yüksek doğrulukta analiz sonuçları sağlamaktadır.

2.2.2 Radyokimyasal nötron aktivasyon analizi (RNAA)

RNAA'de bir veya birkaç elementi analiz etmek veya girişim yapan radyonüklitleri elimine etmek için ışınlamadan sonra örneğe radyokimyasal ayırma işlemleri uygulanmaktadır.

2.2.3 Epitermal nötron aktivasyon analizi (ENAA)

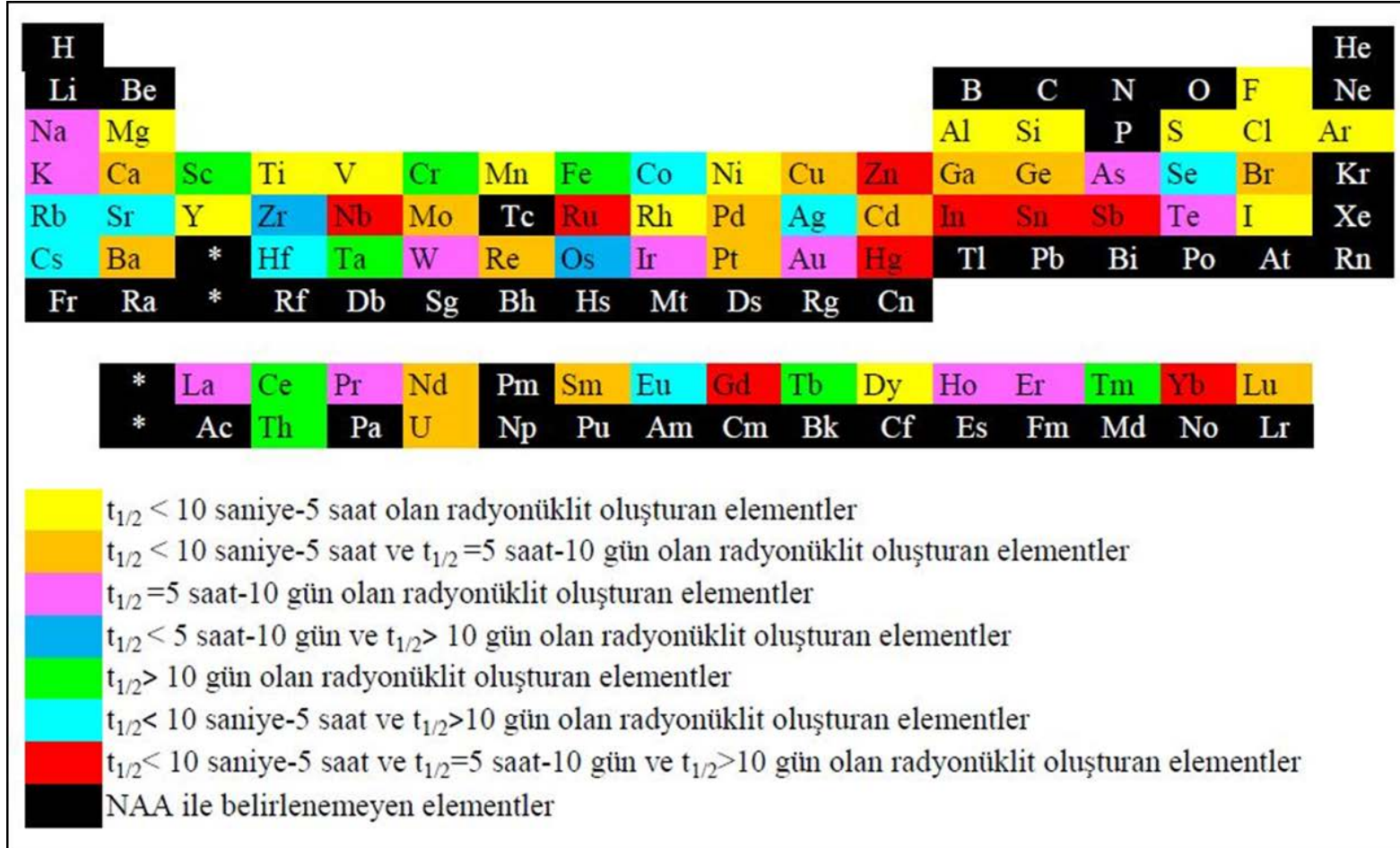
ENAA epitermal tesir kesiti oranı yüksek olan elementlerin analizinde tercih edilmektedir. Analizlenecek örnek kadmiyum kılıfla kaplanmaktadır veya bor içeren kapsülün içine yerleştirilmektedir. Böylece termal nötronlar soğurularak 0,55 eV'dan daha yüksek enerjili epitermal nötronlar ile ışınlama yapılmaktadır.

2.2.4 Ani gama nötron aktivasyon analizi (PGNAA)

PGNAA'de ışınlama esnasında bileşik çekirdekten yayınlanan ani gama ışınları ölçülmektedir. Yöntemin uygulanabilmesi reaktörde özel ölçüm sisteminin bulunmasını gerektirmektedir. Diğer NAA yöntemleriyle belirlenemeyen veya kolaylıkla ölçülemeyen H, B, C, N, P, S, Cd, Pb ve bazı nadir toprak elementlerinin analizinde kullanılmaktadır (Şekil 2.2).

2.2.5 Döngüsel nötron aktivasyon analizi (CNAA)

CNAA genellikle kısa-ömürlü radyonüklitlerin analizinde kullanılmaktadır. Bu yöntemde örnek art arda aktive edilmekte ve her ışınlamadan sonra ölçülen gama ışını spektrumları toplanmaktadır. Burada amaç kısa-ömürlü radyonüklitlerin fotopiklerindeki sayım istatistiğini arttırmaktır.



Şekil 2.2 : NAA ile belirlenebilen elementler (Url-2).

2.3 Nötron Aktivasyon Analizinin Avantajları ve Dezavantajları

NAA yönteminin avantajları ve dezavantajları aşağıda açıklanmıştır. (IAEA, 2001).

2.3.1 Avantajları

- Farklı örnek matrislerine uygulanabilmesi
- Düşük belirleme sınırı sağlaması (10^{-6} mg·kg⁻¹)
- Girişim ve matris etkilerinden bağımsız olması
- Tahribatsız analiz yapılabilmesi (INAA)
- Radyonüklit özelliklerine bağlı olarak yüksek seçicilik sağlaması
- Diğer analitik yöntemlerden farklı olarak elementin elektron yapısına bağlı olmamasıdır.

2.3.2 Dezavantajları

- Çoğunlukla nükleer araştırma reaktörü gereksinimi
- Radyoaktif malzemelerle çalışılması
- Endüstriyel uygulamaların yaygın olmaması
- Nötronlarla reaksiyon sonucunda uygun özelliklerde radyonüklit oluşturmayan bazı toksik elementlerin (Pb gibi) belirlenememesi (Şekil 2.2)
- Uzun ömürlü radyonüklit oluşturan elementler için analiz süresinin uzun olmasıdır (yaklaşık 4-6 hafta) (Şekil 2.2).

2.4 Nötron Aktivasyon Analizinin Uygulama Alanları

NAA bilimin ve teknolojinin birçok alanında kullanılmaktadır. Bir elementin ve/veya farklı matrislerde birkaç farklı elementin belirlenmesinde bağıl standardizasyon yöntemi, benzer matrislerde çok sayıda elementin belirlendiği panoramik analizde ise k_0 standardizasyonu yaygın olarak uygulanmaktadır. Son yıllarda farklı NAA yöntemlerinin uygulamaları hakkında birçok araştırma yapılmıştır.

2.4.1 Ekoloji ve çevre bilimleri

Çevre kirliliğinin izlenmesi NAA'nin yaygın olarak kullanıldığı uygulama alanlarındandır (Miyamoto ve diğ., 2007; Hirabayashi ve diğ., 2008; Shtangeeva, 2010). Bu amaçla farklı biyomonitörler üzerinde analizler yapılmaktadır. En çok kullanılan biyomonitörler yosunlar, çeşitli bitkiler ve topraklardır. Bunun yanı sıra, algler ve çeşitli su bitkileri de su kirliliğinin izlenmesinde kullanılmaktadır (Anawar ve diğ., 2012; Thinova ve diğ., 2014).

2.4.2 Tıp, biyoloji, antropoloji ve adli bilimler

NAA insanlar dâhil olmak üzere çeşitli organizmalardaki eser elementlerin belirlenmesinde kullanılmaktadır (Brockman ve Lance, 2012; Zamboni ve diğ., 2012; Zaichick, 2013). Organizmalarda eser elementlerin eksik veya fazla olması durumunda ortaya çıkabilecek hastalıklar ile ilgili çalışmalarda kan, idrar, tırnak ve saç örnekleri analiz edilmektedir. Antropoloji çalışmalarında ise ayrıca kemik ve diş örnekleri kullanılmaktadır.

2.4.3 Gıda bilimleri

Majör, minör ve eser elementlerin birçoğu vücudumuza beslenme yoluyla girmektedir. Bu nedenle NAA özellikle gıdalarda ve içeceklerde toksik eser elementlerin belirlenmesinde kullanılmaktadır (Datta ve diğ., 2012; Moon ve diğ., 2012; Paul, 2012).

2.4.4 Jeoloji, jeokimya ve malzeme bilimleri

NAA maden araştırmalarında önemli rol oynamaktadır. Jeolojik yapıların oluşumunun ortaya çıkarılması amacıyla çeşitli elementlerarası korelasyonların belirlenmesinde NAA yaygın olarak kullanılmaktadır (Alnour ve diğ., 2014; Gméling ve diğ., 2014). Bunun yanı sıra meteoritlerin element karakterizasyonlarında NAA'nin önemli bir yöntem olduğu ortaya konmuştur (Takeda ve diğ., 2007; Oura ve diğ., 2011; Latif ve diğ., 2013). NAA'nin belirleme limitlerinin çok düşük olması nedeniyle yarı iletken malzemeler ile ilgili araştırmalarda da NAA tercih edilmektedir (Macdonald ve diğ., 2005; Hampel ve diğ., 2011).

2.4.5 Tarih ve arkeoloji

INAA tahribatsız bir yöntem olması nedeniyle nadir bulunan arkeolojik buluntuların elementel karakterizasyonunun yapılmasında tercih edilmektedir. Çeşitli çanak, dekoratif malzeme ve kıyafet gibi örneklerin element analizinin yapılması geçmişte insanların nasıl yaşadığı ve ticari ilişkileri gibi konularda tarihçilerin araştırmalarına yardımcı olmaktadır (Meloni ve diğ., 2000; Bedregal ve diğ., 2012; Popelka-Ficoff ve diğ., 2012; Bedregal ve diğ., 2014).

2.4.6 Referans malzemeler

NAA standart referans malzemelerin (SRM) hazırlanmasında önemli rol oynamaktadır (Zeisler ve diğ., 2008; Moreira ve diğ., 2013; Carioni ve diğ., 2014). SRM'lerin kullanım alanları kalibrasyon, analitik yöntemlerin optimizasyonu ve kalite kontrol testleridir.

2.5 Aktivasyon

Çekirdeğin nötronlarla ışınlaması ile çekirdek başına (n, γ) reaksiyon hızı aşağıdaki denklem ile hesaplanmaktadır (De Corte, 1987).

$$R = \int_0^{\infty} n(v) \cdot v \cdot \sigma(v) \cdot dv \quad (2.1)$$

Burada v nötron hızı ($m \cdot s^{-1}$), $\sigma(v)$ v hızındaki nötronların (n, γ) reaksiyonu tesir kesiti (m^2), $n(v) \cdot dv$ v ile $v+dv$ hızları arasındaki nötron yoğunluğudur (m^{-3}).

Birim v hızı başına nötron akısı $\phi(v)$ ($m^{-2} \cdot s^{-1}$), nötron yoğunluğuna ve v nötron hızına bağlı olarak aşağıdaki gibi tanımlanmaktadır (De Corte, 1987).

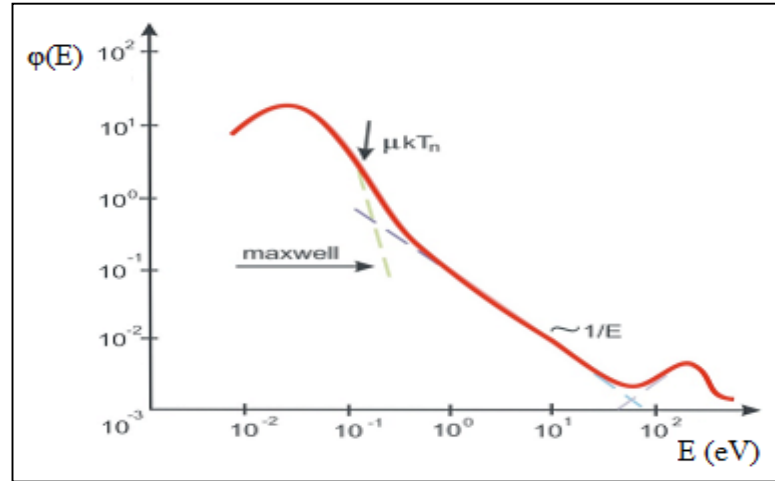
$$\phi(v) = n(v) \cdot v \quad (2.2)$$

Tesir kesiti ve nötron akısı nötron enerjisine bağlıdır. Nükleer araştırma reaktörlerinde nötronlar enerjisine göre üçe ayrılır (Greenberg ve diğ., 2011).

- Hızlı nötronlar: ^{235}U 'in fisyonu ile açığa çıkan, enerjisi 100 keV ile 25 MeV aralığında değişen ve 2 MeV'de maksimum dağılıma sahip olan nötronlardır.

- Epitermal nötronlar: Hızlı nötronların moderatör atomları ile çarpışmaları sonucu yavaşlayan nötronlardır. Enerjileri 0,5 eV ve 100 keV arasında değişmektedir.
- Termal nötronlar: Moderatör atomları ile termal dengede olan nötronlardır. Maxwell-Boltzmann enerji dağılımına sahip olup, bu dağılıma göre 20°C'de en olası hızı 0,025 eV enerjiye karşılık gelen 2200 m·s⁻¹'dir.

Nükleer araştırma reaktörlerinde nötron akısı genellikle 10¹⁶-10¹⁸ m⁻²·s⁻¹'dir. Şekil 2.3'de görüldüğü gibi termal nötronlar en yüksek akıya sahiptir. Epitermal ve hızlı nötron akıları reaktörün aktif çekirdeğine ve moderatöre bağlıdır. Moderatör olarak hafif su kullanılan reaktörlerde epitermal nötronlar genellikle termal nötronlardan 40-50 kat daha düşük akıya sahiptirler. Termal nötronlar için (n,γ) ve (n,f) reaksiyonları en yüksek tesir kesitine sahiptir ve genellikle 0,1-100 b seviyesindedir. Hızlı nötronlar ile gerçekleşen (n,p), (n,α), (n,n') ve (n,2n) reaksiyonlarının tesir kesitleri ise 2-3 kat daha düşüktür.



Şekil 2.3 : Nükleer reaktörlerde nötron enerjisine göre akı dağılımı (Url-2).

Termal nötronların tesir kesiti genellikle nötron hızıyla ters orantılıdır. Buna 1/v davranışı denir. Bu davranış birçok (n,γ) reaksiyonu için geçerlidir. Sadece birkaç (n,γ) reaksiyonu 1/v davranışından sapma gösterir. Bu durumlar için Westcott g(T_n) faktörünün kullanıldığı Westcott formalizasyonu geliştirilmiştir (Westcott, 1955). Westcott g(T_n) faktörü, termal nötron aktivasyon tesir kesitinin 1/v reaksiyonundan sapmasının bir ölçüsüdür ve nötron sıcaklığına bağlıdır.

Epitermal bölgede ayrık enerjili (rezonans pik enerjisi) nötronlar için nötron tesir kesiti çok yüksek olabilir. Tesir kesitinin ve nötron akısının nötron enerjisine

bağlılığı denklem 2.1'de nötron spektrumunun kadmiyum kesme enerjisinden ($E_{Cd}=0,55$ eV) termal ve epitermal bölgeye ayrılmasıyla hesaba katılmaktadır. Bu yaklaşım Høgdahl konvansiyonu olarak bilinmektedir (Høgdahl, 1962).

$$R = \int_0^{v_{Cd}} n(v) \cdot v \cdot \sigma(v) \cdot dv + \int_{v_{Cd}}^{\infty} n(v) \cdot v \cdot \sigma(v) \cdot dv \quad (2.3)$$

0,025 eV enerjili termal nötronların tesir kesiti σ_0 ve 20°C 'de en olası nötron hızı v_0 olmak üzere tesir kesiti $\sigma(v)$ aşağıdaki gibi yazılmaktadır.

$$\sigma(v) = \frac{\sigma_0 \cdot v_0}{v} \quad (2.4)$$

Bu denklem dikkate alınarak denklem 2.3'deki birinci terim aşağıdaki gibi integre edilmektedir.

$$\int_0^{v_{Cd}} n(v) \cdot v \cdot \sigma(v) \cdot dv = v_0 \cdot \sigma_0 \int_0^{v_{Cd}} n(v) \cdot dv = v_0 \cdot \sigma_0 \cdot n \quad (2.5)$$

Burada n termal nötron yoğunluğudur (m^{-3}).

$$n = \int_0^{v_{Cd}} n(v) \cdot dv \quad (2.6)$$

Termal nötronlar için nötron akısı ϕ_t ($\text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$) aşağıdaki gibi tanımlanmaktadır.

$$\phi_t = n \cdot v_0 \quad (2.7)$$

Epitermal nötron akısı nötron enerjisi ile ters orantılı bir davranış gösterir. Genelde ideal epitermal nötron spektrumu $1/E$ spektrumu olarak adlandırılır. Denklem 2.3'de epitermal bölgeyi temsil eden ikinci terim nötron hızı yerine nötron enerjisine bağlı olarak tekrar formüle edilmektedir (De Corte, 1987).

$$\int_{v_{Cd}}^{\infty} n(v) \cdot v \cdot \sigma(v) \cdot dv = \phi_e \cdot \int_{E_{Cd}}^{E_{\max}} \frac{\sigma(E) \cdot dE}{E} \quad (2.8)$$

Burada φ_e epitermal nötron akısıdır ($m^{-2}\cdot s^{-1}$). Epitermal nötronlar için toplam tesir kesitini ifade eden I_0 rezonans integrali (m^2) ise aşağıdaki gibi tanımlanmaktadır (De Corte, 1987).

$$I_0 = \int_{E_{Cd}}^{E_{max}} \sigma(E) \cdot \frac{dE}{E} \quad (2.9)$$

Bu durumda denklem 2.8 aşağıdaki gibi yazılmaktadır.

$$\int_{v_{Cd}}^{\infty} n(v) \cdot v \cdot \sigma(v) \cdot dv = \varphi_e \cdot \int_{E_{Cd}}^{E_{max}} \frac{\sigma(E) \cdot dE}{E} = \varphi_e \cdot I_0 \quad (2.10)$$

Ancak pratikte nükleer reaktör uygulamalarında epitermal nötron akısı ideal $1/E$ davranışından sapma göstermektedir. Gerçek epitermal nötron spektrumu $1/E^{1+\alpha}$ yaklaşımıyla ifade edilmektedir. α gerçek epitermal nötron spektrumunun $1/E$ ideal epitermal nötron spektrumundan sapmasını gösteren epitermal akı dağılım parametresi olarak tanımlanmaktadır (De Corte, 1987).

$$I_0(\alpha) = \int_{E_{Cd}}^{E_{max}} \frac{\sigma(E) \cdot dE}{E^{1+\alpha}} \quad (2.11)$$

Epitermal akı dağılım parametresi nötron enerjisinden bağımsızdır, sadece nötron ışınlama sisteminin özelliklerine bağlıdır ve pozitif veya negatif değer alabilir.

Böylece denklem 2.1'de verilen reaksiyon hızı aşağıdaki gibi tekrar ifade edilmektedir.

$$R = \varphi_t \cdot \sigma_0 + \varphi_e \cdot I_0(\alpha) \quad (2.12)$$

Nötron öz-soğurma düzeltme faktörlerinin uygulanması ile reaksiyon hızı aşağıdaki denklem ile hesaplanmaktadır (De Corte, 1987).

$$R = G_t \cdot \varphi_t \cdot \sigma_0 + G_e \cdot \varphi_e \cdot I_0(\alpha) \quad (2.13)$$

Burada G_t termal nötron öz-soğurma düzeltme faktörü, G_e epitermal nötron öz-soğurma düzeltme faktörüdür.

Termal-epitermal akı oranı (f) ve epitermal-termal tesir kesiti oranı (Q_0) sırasıyla aşağıdaki gibi tanımlanmakta ve etkin tesir kesiti (σ_{eff}) tanımı yapılmaktadır (Greenberg ve diğ., 2011).

$$f = \frac{\varphi_t}{\varphi_e} \quad (2.14)$$

$$Q_0(\alpha) = \frac{I_0(\alpha)}{\sigma_0} \quad (2.15)$$

$$\sigma_{eff} = \sigma_0 \cdot \left(1 + \frac{Q_0 \cdot (\alpha)}{f} \right) \quad (2.16)$$

Bu tanımların yapılması ile denklem 2.12 ile verilen reaksiyon hızı daha basit bir şekilde aşağıdaki gibi yazılmaktadır.

$$R = \varphi_t \cdot \sigma_{eff} \quad (2.17)$$

2.6 Radyoaktivite Ölçümü

Radyonüklit, aktivasyon süresince denklem 2.1 ile verilen reaksiyon hızına bağlı olarak üretilirken, radyonüklite özgü karakteristik yarı ömrüne bağlı olarak bozunma yapmaktadır (Parry, 1991). Böylece radyoaktif çekirdeklerin oluşum hızı aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır (De Corte, 1987).

$$\frac{dN}{dt} = R \cdot N_0 - \lambda \cdot N \quad (2.18)$$

Burada N radyoaktif çekirdek sayısı, N_0 hedef çekirdek sayısı, R reaksiyon hızı, λ bozunma sabitidir (s^{-1}).

Hedef çekirdek sayısı N_0 aşağıdaki gibi tanımlanmaktadır.

$$N_0 = \frac{N_A \cdot \theta \cdot w}{M} \quad (2.19)$$

Burada N_A Avogadro sayısı (mol^{-1}), θ izotopik bolluk, w element miktarı (kg), M elementin atomik kütesidir ($\text{kg} \cdot \text{mol}^{-1}$).

Işınlama bittiğinde oluşan radyonüklitin aktivitesi aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır.

$$A(t_{ir}) = N(t_{ir}) \cdot \lambda = R \cdot N_0 \cdot (1 - e^{-\lambda \cdot t_{ir}}) \quad (2.20)$$

Burada A aktivite (Bq), t_{ir} ışınlama süresidir (s).

Ölçümün başlangıcında aktive edilmiş çekirdeklerin sayısı aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır.

$$N(t_{ir}, t_d) = \frac{R \cdot N_0}{\lambda} \cdot (1 - e^{-\lambda \cdot t_{ir}}) \cdot e^{-\lambda \cdot t_d} \quad (2.21)$$

Burada t_d ışınlamanın bitiminden ölçümün başlangıcına kadar geçen bozunma süresidir (s).

Ölçüm süresince bozunan çekirdeklerin sayısı aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır.

$$\Delta N(t_{ir}, t_d, t_m) = R \cdot N_0 \cdot (1 - e^{-\lambda \cdot t_{ir}}) \cdot e^{-\lambda \cdot t_d} \cdot \frac{(1 - e^{-\lambda \cdot t_m})}{\lambda \cdot t_m} = R \cdot N_0 \cdot S \cdot D \cdot C \quad (2.22)$$

Burada t_m ölçüm süresi (s), S saturasyon faktörü, D bozunma faktörü ve C ölçüm faktörü olmak üzere sırasıyla aşağıdaki gibi tanımlanmaktadır.

$$S = (1 - e^{-\lambda \cdot t_{ir}}) \quad (2.23)$$

$$D = e^{-\lambda \cdot t_d} \quad (2.24)$$

$$C = \frac{(1 - e^{-\lambda \cdot t_m})}{\lambda \cdot t_m} \quad (2.25)$$

Ölçülen gama ışını spektrumundan, radyonüklitin ilgilenilen enerjisinden aktivitesi aşağıdaki denklem ile hesaplanmaktadır (De Corte, 1987).

$$\Delta N = \frac{N_p}{t_m \cdot \gamma \cdot \varepsilon \cdot COI} \quad (2.26)$$

Burada N_p ilgilenilen enerjideki net fotopik sayımı, t_m ölçüm süresi (s), ε ilgilenilen enerjinin fotopik verimi, γ ilgilenilen enerjinin gama ışını yayınlanma olasılığı ve COI koinsidans düzeltme faktörüdür. Yayınlanma olasılığı, radyoaktif bozunmanın belirli bir enerjideki gama ışını yayınlanması ile devam etme olasılığıdır. Koinsidans

olayı çekirdekten neredeyse aynı anda yayınlanan gama ışınlarının çakışmasından kaynaklanır (Gilmore, 2008). Karışık bozunma şemasına sahip radyonüklitlerin gama ışını spektrumlarının ölçüldüğü durumlarda COI düzeltmesi yapılmalıdır, aksi takdirde koinsidans olayı ölçüm sonucunda hataya neden olmaktadır.

Denklem 2.19 ve 2.26 kullanılarak denklem 2.22 yeniden düzenlenirse reaksiyon hızı aşağıdaki gibi elde edilmektedir.

$$R = \frac{N_p \cdot M}{t_m \cdot S \cdot D \cdot C \cdot w \cdot COI} \quad (2.27)$$

Radyonüklitin spesifik aktivitesi A_{sp} ise aşağıdaki gibi tanımlanmaktadır.

$$A_{sp} = \frac{N_p}{t_m \cdot S \cdot D \cdot C \cdot w \cdot COI} \quad (2.28)$$

Bu durumda denklem 2.13, 2.27 ve 2.28 kullanılarak radyonüklitin spesifik aktivitesi

$$A_{sp} = \frac{N_A \cdot \theta \cdot \gamma}{M} \cdot [G_t \cdot \phi_t \cdot \sigma_0 + G_e \cdot \phi_e \cdot I_0(\alpha)] \cdot \varepsilon \quad (2.29)$$

ile hesaplanmaktadır (De Corte, 1987).

2.7 Standardizasyon

Standardizasyon, örneğin içerdiği element miktarıyla ölçülen gama ışını spektrumunda radyonüklitin gama ışını enerjisindeki net fotopik sayımını deneysel koşullar altında ilişkilendiren faktörün belirlenmesidir (Greenberg ve diğ., 2011).

$$F = \frac{N_p}{w} \quad (2.30)$$

Burada N_p gama ışını enerjisindeki net fotopik sayımı ve w element miktarıdır (kg).

Teorik olarak ilgilenilen elementin miktarı denklem 2.28 ve 2.29 kullanılarak aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır (De Corte, 1987).

$$w = \frac{M}{N_A \cdot \theta \cdot \gamma} \cdot \frac{N_p}{t_m \cdot S \cdot D \cdot C \cdot COI} \cdot \frac{1}{[G_t \cdot \varphi_t \cdot \sigma_0 + G_e \cdot \varphi_e \cdot I_0(\alpha)] \cdot \varepsilon} \quad (2.31)$$

Burada w ilgilenilen elementin miktarı (kg), M ilgilenilen elementin atomik kütlesi ($\text{kg} \cdot \text{mol}^{-1}$), N_A Avogadro sayısı (mol^{-1}), θ ilgilenilen elementin izotopik bolluğu, γ ilgilenilen enerjideki gama ışını yayınlanma olasılığı, N_p ilgilenilen enerjideki net fotopik sayımı, t_m ölçüm süresi (s), S saturasyon faktörü, D bozunma faktörü ve C ölçüm faktörü, COI koinsidans düzeltme faktörü, G_t termal nötron öz-soğurma düzeltme faktörü, φ_t termal nötron akısı ($\text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$), σ_0 termal nötron tesir kesiti (m^2), G_e epitermal nötron öz-soğurma düzeltme faktörü, φ_e epitermal nötron akısı ($\text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$), I_0 rezonans integrali (m^2) ve ε ilgilenilen enerjinin fotopik verimidir.

İlgilenilen elementin örnekteki konsantrasyonu ise aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır.

$$c = \frac{w}{W} \cdot 10^6 \quad (2.32)$$

Burada c element konsantrasyonu ($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$), w ilgilenilen elementin miktarı (kg), W örneğin miktarıdır (kg).

NAA ile element analizinde uygulanacak olan standardizasyon yöntemi önceden belirlenmelidir. Standardizasyon yöntemleri mutlak, bağıl ve komparator olmak üzere üçe ayrılır. Denklem 2.31 ve 2.32 bütün standardizasyon yöntemlerinin temelini oluşturmaktadır.

2.7.1 Mutlak standardizasyon

Teorik olarak örneğin içerdiği element konsantrasyonu denklem 2.33'den elde edilmektedir.

$$c = \frac{N_p}{t_m \cdot S \cdot D \cdot C \cdot COI} \cdot \frac{M}{N_A \cdot \theta \cdot \gamma} \cdot \frac{1}{[G_t \cdot \varphi_t \cdot \sigma_0 + G_e \cdot \varphi_e \cdot I_0(\alpha)] \cdot \varepsilon} \cdot 10^6 \quad (2.33)$$

Burada c element konsantrasyonudur ($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$). Denklem 2.33 ışınlama sırasında hedef çekirdek sayısındaki değişimin ihmal edildiği ve α , φ_t ve φ_e değerlerinin sabit kaldığı durumda geçerlidir. Bu nedenle ışınlama sırasında nötron akısının kararlılığı

izlenmelidir. Bu amaçla bir monitör kullanıldığı durumda denklem 2.33 aşağıdaki gibi tekrar düzenlenmektedir (De Corte, 1987).

$$c = \frac{N_p}{t_m \cdot S \cdot D \cdot C \cdot COI} \cdot \frac{M_a \cdot \theta_m \cdot \gamma_m \cdot \sigma_{0,m}}{M_m \cdot \theta_a \cdot \gamma_a \cdot \sigma_{0,a}} \cdot \frac{G_{t,m} \cdot f + G_{e,m} \cdot Q_{0,m}(\alpha)}{G_{t,a} \cdot f + G_{e,a} \cdot Q_{0,a}(\alpha)} \cdot \frac{\varepsilon_m}{\varepsilon_a} \cdot 10^6 \quad (2.34)$$

Burada a ve m alt indisleri sırasıyla elementi ve monitörü belirtmektedir.

Mutlak standardizasyon yöntemi deneysel olarak basit olmasına rağmen M, θ , γ , σ_0 , $I_0(\alpha)$, λ , φ_t ve φ_e parametrelerinin hem ilgilenilen element hem de monitör için bilinmesini gerektirir. Teorik olarak M, θ , γ , σ_0 , $I_0(\alpha)$ ve λ parametreleri literatürde vardır, ancak bazı nüklitler için belirsizlikleri yüksektir. φ_t , φ_e ve α parametreleri ise deneysel olarak belirlenmelidir. Azalan önem sırasına göre φ_t , φ_e , σ_0 , $I_0(\alpha)$, λ ve θ önemli ölçüde sistematik hata ve ölçüm belirsizliği kaynaklarıdır. Bu nedenle bu yöntem ile elde edilen element miktarları yüksek sistematik hataya sahiptir (De Corte, 1987).

2.7.2 Bağlı standardizasyon

Bağlı standardizasyon yönteminde örnek ve ilgilenilen element içeriği bilinen bir standart birlikte ışınlanır ve aynı deneysel koşullarda ölçülür. Denklem 2.31 ve 2.32 hem örnek hem de standart için yazılıp tekrar düzenlenirse örneğin içerdiği element miktarı aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır (De Corte, 1987).

$$c_a = \frac{\left(\frac{N_p}{t_m \cdot D \cdot C \cdot W} \right)_a}{\left(\frac{N_p}{t_m \cdot D \cdot C \cdot W} \right)_s} \cdot \frac{G_{t,s} \cdot f + G_{e,s} \cdot Q_{0,s}(\alpha)}{G_{t,a} \cdot f + G_{e,a} \cdot Q_{0,a}(\alpha)} \cdot \frac{\varepsilon_s}{\varepsilon_a} \cdot 10^6 \quad (2.35)$$

Burada c element konsantrasyonudur ($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$). Denklemde a ve s alt indisleri sırasıyla örnek ve standardı belirtmektedir. Örneğin ve standardın ışınlama tüpündeki konumuna göre akı değişimi, örnek ve standartın matris özelliklerine bağlı olarak farklı gama soğurulması meydana gelebileceği için de fotopik verimindeki değişim hesaba katılabilir. Ayrıca aşağıdaki koşullarda denklem 2.35'deki f parametresi elimine edilmektedir.

- $G_{e,s} \cdot Q_{0,s}(\alpha) \ll G_{t,s} \cdot f$ ve $G_{e,a} \cdot Q_{0,a}(\alpha) \ll G_{t,a} \cdot f$

veya

- $G_{t,s} = G_{t,a} = G_{e,s} = G_{e,a} = 1$

İkinci koşul sağlandığında ve $\epsilon_a = \epsilon_s$ olduğunda örneğin içerdiği element konsantrasyonu aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır.

$$c_a = \frac{\left(\frac{N_p}{t_m \cdot D \cdot C \cdot W} \right)_a}{\left(\frac{N_p}{t_m \cdot D \cdot C \cdot w} \right)_s} \cdot 10^6 \quad (2.36)$$

Burada c element konsantrasyonudur ($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$). Örnek ve standart aynı örnekdedektör mesafesinde ölçüldüğü için net pik alanlarının koincidans etkileri için düzeltilmesine gerek yoktur (De Corte, 1987).

Bağıl standardizasyon yönteminin en büyük avantajı ışınlama sırasında nötron spektrumunda meydana gelebilecek değişiklikler örneği ve standardı aynı şekilde etkileyeceğinden nötron akı parametrelerinin izlenmesine gerek olmamasıdır.

Bağıl standardizasyon yönteminde standart olarak tek elementli veya çok elementli standartlar kullanılabilir. Element miktarının ölçülen belirsizliği standartın içerdiği element miktarındaki belirsizlikten daha küçük olamaz. Uygun koşullar altında element miktarındaki ölçülen belirsizlik %0,01 mertebesine kadar düşmektedir. Bu yöntem element miktarının belirlenmesinde diğer yöntemlere göre en yüksek doğruluğu sağlamaktadır. Ancak çoklu-element analizinde bu yöntemin bazı dezavantajları vardır (Simonits ve diğ., 1975):

- İlgilenilen elementler için çok sayıda standartın hazırlanması, ışınlanması ve ölçülmesi zaman alıcıdır ve genellikle hata kaynaklarının artmasına neden olur.
- Standartlar ışınlama tüpünde fazla yer kaplayabilir.
- İlgilenilen elementler dışında örnekte belirlenen bazı beklenmeyen elementler standartta olmadığı için nicel olarak analiz edilemez.

- Bazı durumlarda ışınlama tüpü boyunca oluşacak akı değişimi nedeniyle standartlar ve örnekler için aynı ışınlama koşulları sağlanamayabilir.

2.7.3 Tek-komparatör standardizasyonu

Tek-komparatör (tek-monitörle karşılaştırma) yönteminde her bir elementin standardı seçilen tek bir komparatör ile birlikte ışınlanır ve her element için deneysel k-faktörü belirlenir (Girardi ve diğ., 1965).

$$k_c(s) = \frac{A_{sp,s}}{A_{sp,c}} \quad (2.37)$$

Burada c ve s alt indisleri sırasıyla komparatörü ve standardı belirtmektedir. Standartın ve komparatörün spesifik aktiviteleri denklem 2.29'a göre yazılırsa belirli bir element için k-faktörü aşağıdaki gibi yeniden tanımlanmaktadır.

$$k_c(s) = \frac{M_c \cdot \theta_s \cdot \gamma_s \cdot \sigma_{0,s} \cdot G_{t,s} \cdot f + G_{e,s} \cdot Q_{0,s}(\alpha) \cdot \varepsilon_s}{M_s \cdot \theta_c \cdot \gamma_c \cdot \sigma_{0,c} \cdot G_{t,c} \cdot f + G_{e,c} \cdot Q_{0,c}(\alpha) \cdot \varepsilon_c} \quad (2.38)$$

Standart kullanılarak element için k-faktörü belirlendikten sonra örneğin içerdiği bir elementin konsantrasyonu örnek ve tek-komparatörün birlikte ışınlanmasıyla aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır.

$$c_a = \frac{\left(\frac{N_p}{t_m \cdot S \cdot D \cdot C \cdot W} \right)_a \cdot 10^6}{A_{sp,c} \cdot k_c(s)} \quad (2.39)$$

Burada c element konsantrasyonudur ($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$). Denklem 2.39 aşağıdaki koşullarda geçerlidir (De Corte, 1987).

- Örnek ve standart için izotopik bolluğun aynı olması.
- Işınlama koşullarında örnek-komparatör ve standart-komparatör için nötron öz-soğurma faktörlerinin aynı olması.
- Akı parametrelerinin (ϕ_t , f ve α) örnek-komparatör ve standart-komparatör ışınlamaları süresince sabit olması.
- Fotopik verimlerinin oranının örnek-komparatör ve standart-komparatör için aynı olması.

k-faktörlerinin belirlenmesi zorlu bir deneysel çalışma gerektirse de, yöntem k-faktörleri belirlendikten sonra birçok benzer örneğin rutin analizinin yapılacağı durumlarda kolaylık sağlar. Bağlı standardizasyon yönteminde olduğu gibi net pik alanlarının koinsidans etkileri için düzeltilmesine gerek yoktur.

Yöntemin doğruluğu k-faktörlerinin sabit kalmasına bağlıdır. k-faktörlerinin belirlendiği zaman ile örneğin analiz edildiği zaman arasında geçen sürede denklem 2.38'deki parametrelerde değişiklik olmamalıdır. Bu nedenle k-faktörleri sadece belirli bir ışınlama ve ölçüm koşulu için geçerlidir (De Corte, 1987).

2.7.4 k_0 standardizasyonu

k-faktörlerinin ışınlama ve ölçüm koşullarından bağımsız hale getirilmesi amacıyla Girardi ve diğ. (1965)'nin tek-komparatör yöntemi geliştirilerek k_0 yöntemi ortaya koyulmuştur (Simonits ve diğ., 1975).

Deneysel olarak belirlenen k-faktörleri ışınlama (f , α) ve ölçüm koşullarına (ε) göre normalize edilerek denklem 2.37'dan k_0 -faktörü elde edilmektedir.

$$\begin{aligned} k_{0,c}(s) &= k_c(s) \cdot \frac{G_{t,c} \cdot f + G_{e,c} \cdot Q_{0,c}(\alpha)}{G_{t,s} \cdot f + G_{e,s} \cdot Q_{0,s}(\alpha)} \cdot \frac{\varepsilon_c}{\varepsilon_{p,s}} \\ &= \frac{A_{sp,s}}{A_{sp,c}} \cdot \frac{G_{t,c} \cdot f + G_{e,c} \cdot Q_{0,c}(\alpha)}{G_{t,s} \cdot f + G_{e,s} \cdot Q_{0,s}(\alpha)} \cdot \frac{\varepsilon_c}{\varepsilon_{p,s}} \end{aligned} \quad (2.40)$$

Denklem 2.38 dikkate alındığında k_0 -faktörü bileşik bir nükleer sabit olarak tanımlanmaktadır.

$$k_{0,c}(s) = \frac{M_c \cdot \theta_s \cdot \gamma_s \cdot \sigma_{0,s}}{M_s \cdot \theta_c \cdot \gamma_c \cdot \sigma_{0,c}} \quad (2.41)$$

Standart $k_{0,c}(m)$ -faktörleri belirlenmiş bir monitör ile birlikte ışınlandığında aşağıdaki dönüşüm kullanılmaktadır.

$$k_{0,m}(s) = \frac{k_{0,c}(s)}{k_{0,c}(m)} \quad (2.42)$$

Daha sonra incelenecek örnek monitör ile birlikte ışınlanırsa ve $k_{0,c}(s) = k_{0,c}(a)$ kabul edilirse örneğin içerdiği element konsantrasyonu aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır .

$$c_a = \frac{\left(\frac{N_p}{t_m \cdot S \cdot D \cdot C \cdot W \cdot COI} \right)_a \cdot k_{0,c}(m) \cdot \frac{G_{t,m} \cdot f + G_{e,m} \cdot Q_{0,m}(\alpha)}{G_{t,a} \cdot f + G_{e,a} \cdot Q_{0,a}(\alpha)} \cdot \frac{\varepsilon_m}{\varepsilon_a} \cdot 10^6}{A_{sp,m}} \quad (2.43)$$

Burada c element konsantrasyonudur (mg·kg⁻¹). a, c ve m alt indisleri sırasıyla elementi, komparatörü ve monitörü belirtmektedir. Denklem örnek ve standart için izotopik bolluğun aynı olduğu durumda geçerlidir.

Denklem 2.43'deki f, α ve ε parametreleri yöntemin deneysel koşullarını belirtmektedir. Bu nedenle k_0 standardizasyonu ışınlama ve ölçüm koşullarına göre değiştirilebilir tek-komparatör standardizasyonu olarak adlandırılabilir.

Mutlak standardizasyon yönteminde denklem 2.34'deki $[M_m \cdot \theta_a \cdot \gamma_a \cdot \sigma_{0,a} / M_a \cdot \theta_m \cdot \gamma_m \cdot \sigma_{0,m}]$ nükleer parametresi yerine $k_{0,m}(a)$ bileşik nükleer parametresi yerleştirilirse, örneğin içerdiği element konsantrasyonu aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır.

$$c_a = \frac{\left(\frac{N_p}{t_m \cdot S \cdot D \cdot C \cdot W \cdot COI} \right)_a \cdot \frac{1}{k_{0,m}(a)} \cdot \frac{G_{t,m} \cdot f + G_{e,m} \cdot Q_{0,m}(\alpha)}{G_{t,a} \cdot f + G_{e,a} \cdot Q_{0,a}(\alpha)} \cdot \frac{\varepsilon_m}{\varepsilon_a} \cdot 10^6}{A_{sp,m}} \quad (2.44)$$

Burada c element konsantrasyonudur (mg·kg⁻¹). a, c ve m alt indisleri sırasıyla elementi, komparatörü ve monitörü belirtmektedir. Denklemdeki $k_{0,m}(a)$ -faktörü aşağıdaki gibi tanımlanmaktadır.

$$k_{0,m}(a) = \frac{k_{0,c}(a)}{k_{0,c}(m)} \quad (2.45)$$

Bu yaklaşım hedef çekirdek sayısının ve nötron spektrumu parametrelerinin (ϕ_t , f ve α) ışınlama süresince sabit olduğu veya önemli miktarda değişmediği durumda geçerlidir.

k_0 standardizasyon yöntemi mutlak nükleer parametrelerin yerine deneysel olarak belirlenen k_0 -faktörlerinin kullanıldığı mutlak standardizasyon yöntemi olarak

tanımlanabilir. Böylece nükleer parametrelerin belirsizliklerinin neden olduğu sistematik hatalar elimine edilir (Simonits ve diğ., 1975).

2.7.4.1 k_0 -faktörleri

NAA'de analitik olarak kullanışlı radyonüklitler ve gama enerjileri için k_0 -faktörleri ve ilgili nükleer parametreler Kolotov ve De Corte (2004) tarafından elektronik veri tabanı olarak sunulmuştur. Veri tabanı 130'dan fazla izotop için yüksek doğrulukla belirlenmiş deneysel k_0 -faktörlerini içerir.

İlk olarak, k_0 -faktörleri INW, Gent (Thetis reaktörü) ve KFKI, Budapeşte (WWR-M reaktörü)'daki deneysel çalışmalar ile belirlenmiştir. Daha sonra Risø DTU (DR-3 reaktörü), Sacavém (RPI reaktörü), Lubliyan (TRIGA reaktörü), Jülich (FRJ-2 reaktörü) and Viyana (TRIGA reaktörü) laboratuvarlarının katkılarıyla veri tabanı genişletilmiştir.

Temelde k_0 -faktörleri iki kategoriye ayrılmıştır.

- Önerilen faktörler: En az iki reaktörde gerçekleştirilen ölçümler sonucunda elde edilen ve belirsizliği %2'den düşük olan faktörlerdir.
- Geçici faktörler: Sadece 1 reaktörde gerçekleştirilen ölçümler sonucunda elde edilen ve belirsizliği %5'den iyi olan faktörlerdir.

2.7.5 k_0 standardizasyonunun uygulanması

k_0 standardizasyonu ışınlama sırasındaki nötron spektrumu parametrelerinin ve ölçüm koşullarında fotopik veriminin ve koinsidans etkilerinin bilinmesini gerektirir. Bu nedenle dedektörün ve nötron spektrumunun kalibrasyonları yapılmalıdır.

2.7.5.1 HPGe dedektör kalibrasyonları

k_0 standardizasyonunda kullanılacak HPGe dedektör kalibrasyonu, pik-şekil (FWHM) kalibrasyonunu, referans ölçüm konumundaki fotopik verimi kalibrasyonunu ve ölçümlerde kullanılacak bütün ölçüm geometrilerindeki pik/toplam oranı kalibrasyonlarını içermektedir.

Pik-şekil kalibrasyonu

Pik-şekil kalibrasyonu dedektör ayırma gücünün bilinmesi için gereklidir. Kalibrasyon, enerjisi bilinen kalibrasyon kaynağının spektrumunun ölçülmesi ve ölçülen pik pozisyonunun (kanal) enerji ile karşılaştırılmasıyla yapılır. Kalibrasyonda kullanılacak kaynakların enerjileri düşük enerjiden yüksek enerji bölgesine kadar spektrometrenin kullanılacağı enerji aralığını kapsamalıdır. İlgilenilen enerji aralığında kalibrasyon noktaları elde edildikten sonra enerji-kanal numarası eğrisi çizilerek kalibrasyon yapılır. Pik-şekil kalibrasyonu eğrisi ölçüm geometrisinden bağımsızdır.

Verim kalibrasyonu

Gama spektrometresinde amaç belirli bir enerjide ölçülen net fotopik sayımını ilgili radyonüklit miktarı ile ilişkilendirmektir. Bunun için fotopik veriminin bilinmesi gerekir. Fotopik verimi belirli bir enerjideki net fotopik sayımının kaynaktan yayınlanan gama ışını sayısına oranıdır ve kaynak-dedektör geometrisine bağlıdır (Gilmore, 2008).

$$\varepsilon = \frac{N_p}{t_m \cdot A \cdot \gamma} \quad (2.46)$$

Burada ε belirli bir enerjideki fotopik verimi, N_p ilgilenilen enerjideki net fotopik sayımı, t_m ölçüm süresi (s), A kalibrasyon kaynağının ölçüm tarihindeki aktivitesi (Bq) ve γ ilgilenilen enerjinin gama ışını yayınlanma olasılığıdır.

Belirli bir enerji aralığında fotopik verimleri belirlendikten sonra verim kalibrasyonu enerjiye bağlı olarak elde edilen deneysel verim değerlerinin

$\log \varepsilon = \sum_{i=0}^n a_i \cdot \log^i (E)$ şeklinde bir eğriye uyarlanmasıyla yapılmaktadır (Gilmore, 2008).

Pik/Toplam oranı kalibrasyonu

Pik/Toplam oranı (P/T) fotopik sayımının spektrumdaki toplam sayıya oranıdır (Gilmore, 2008). P/T'nin bilinmesi belirli bir hacime sahip örneklerde koinsidans etkilerinin düzeltilmesi için gereklidir (Genie, 2006). P/T belirli bir dedektör için

gama ışını enerjisine, kaynak dedektör mesafesine, kaynak geometrisine bağlı olarak ölçülen bir parametredir. P/T kalibrasyonunda ^{241}Am , ^{109}Cd , ^{57}Co , ^{113}Sn , ^{137}Cs ve ^{65}Zn gibi tek enerjili nokta kaynaklar kullanılır. P/T denklem 2.47 ile hesaplanmaktadır.

$$\varepsilon_T = \frac{\varepsilon}{P/T} \quad (2.47)$$

Burada ε_T toplam verim, ε belirli bir enerjideki fotopik verimi, P/T ilgilenilen enerjinin Pik/Toplam oranıdır.

2.7.5.2 Nötron spektrumu kalibrasyonu

k_0 standardizasyonunda kullanılacak nötron spektrumu kalibrasyonu, α , f ve $F_{c,Au}$ nötron spektrumu parametrelerinin belirlenmesini içerir (De Corte, 1987).

α parametresinin belirlenmesi

α parametresi $\log T_i - \log(\bar{E}_{r,i} / 1 \text{ eV})$ eğrisinin eğiminden ($-\alpha$) elde edilebilir. Bu eğriden elde edilen sonuç aşağıdaki denklemin çözümünden elde edilen ile aynıdır.

$$\alpha + \frac{\sum_{i=1}^p \left\{ \left[\log \bar{E}_{r,i} - \sum_{i=1}^p \frac{\log \bar{E}_{r,i}}{p} \right] \cdot \left[\log T_i - \sum_{i=1}^p \frac{\log T_i}{p} \right] \right\}}{\sum_{i=1}^p \left[\log \bar{E}_{r,i} - \sum_{i=1}^p \frac{\log \bar{E}_{r,i}}{p} \right]^2} = 0 \quad (2.48)$$

Denklemden \bar{E}_r etkin rezonans enerjisi, p birlikte ışınlanan monitör sayısıdır.

Nötron akısının ve spektrum parametrelerinin kararsız olduğu reaktörlerde α parametresinin belirlenmesinde monitörlerin örnek ile birlikte ışınlanabildiği çıplak çoklu-monitör yöntemi tercih edilebilir ve T_i aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır.

$$T_i = \left(\bar{E}_{r,i} \right)^{-\alpha} \cdot \frac{\frac{A_{sp,i}}{k_{0,Au}(i) \cdot \varepsilon_i} - \frac{A_{sp,P+1}}{k_{0,Au}(P+1) \cdot \varepsilon_{P+1}}}{\frac{Q_{0,i}(\alpha) \cdot G_{e,i}}{G_{t,i}} - \frac{Q_{0,N+1}(\alpha) \cdot G_{e,P+1}}{G_{t,P+1}}} \quad (2.49)$$

Çıplak çoklu-monitör yönteminde en az üç monitör ($p+1=3$) kullanılmalıdır.

Denklem 2.49'deki $Q_0(\alpha)$ aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır.

$$Q_0(\alpha) = \left[\frac{Q_0 - 0.429}{\bar{E}_r^\alpha} + \frac{0.429}{E_{Cd}^\alpha (2 \cdot \alpha + 1)} \right] \quad (2.50)$$

Burada E_{Cd} (=0,55 eV) Cd kesme enerjisidir.

Denklem 2.50'deki \bar{E}_r aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır.

$$\ln \bar{E}_r = \frac{\sum_i x_i \cdot \ln \bar{E}_{r,i}}{\sum_i x_i} \quad (2.51)$$

Denklem 2.51'deki x terimi ise aşağıdaki gibi tanımlanmaktadır.

$$x = \frac{g \cdot \Gamma_y \cdot \Gamma_n}{\Gamma} \quad (2.52)$$

Burada g istatistiksel ağırlık faktörü, Γ_y radyatif rezonans genişliği, Γ_n nötron rezonans genişliği ve Γ toplam rezonans genişliğidir.

Çıplak üçlü-monitör yöntemine göre α , aşağıdaki denklemin çözümü ile belirlenmektedir.

$$(a - b) \cdot Q_{0,1}(\alpha) \cdot \frac{G_{e,1}}{G_{t,1}} - a \cdot Q_{0,2}(\alpha) \cdot \frac{G_{e,2}}{G_{t,2}} + b \cdot Q_{0,3}(\alpha) \cdot \frac{G_{e,3}}{G_{t,3}} = 0 \quad (2.53)$$

Denklem 2.53'deki a ve b katsayıları aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır.

$$a = \left\{ 1 - \frac{A_{sp,2}}{A_{sp,1}} \cdot \frac{k_{0,Au}(1)}{k_{0,Au}(2)} \cdot \frac{\varepsilon_1}{\varepsilon_2} \right\}^{-1} \quad (2.54)$$

$$b = \left\{ 1 - \frac{A_{sp,3}}{A_{sp,1}} \cdot \frac{k_{0,Au}(1)}{k_{0,Au}(3)} \cdot \frac{\varepsilon_1}{\varepsilon_3} \right\}^{-1} \quad (2.55)$$

Çıplak üçlü-monitör yönteminde monitör olarak ^{198}Au , ^{95}Zr ve ^{97}Zr 'nin kullanılması önerilmektedir. Denklemde 1 alt indisi ile $^{97}\text{Zr}/^{97\text{m}}\text{Nb}$ (743,3 keV), 2 alt indisi ile ^{95}Zr (724,2 ve 756,7 keV) ve 3 alt indisi ile ^{198}Au (411,8 keV) belirtilmektedir. $^{197}\text{Au}(n,\gamma)$ için $G_t=G_e=1$, $^{94}\text{Zr}(n,\gamma)$ için $G_t=1$, $G_e=0,983$ ve $^{96}\text{Zr}(n,\gamma)$ için $G_t=1$,

$G_e=0,973$ 'tür. Au ve Zr'un ilgili gama enerjileri (^{198}Au : 411,8 keV, ^{95}Zr : 724,2 ve 756,7 keV, $^{97}\text{Zr}/^{97\text{m}}\text{Nb}$: 743,3 keV) için koinsidans etkisinin olmaması ve \bar{E}_r değerlerinin birbirinden farklı olması (^{197}Au : 5,65 eV, ^{94}Zr : 6260 eV, ^{96}Zr : 338 eV) Au ve Zr monitörlerini bu yöntem için uygun kılmaktadır.

f parametresinin belirlenmesi

Zr'un kullanıldığı çıplak ikili-monitör yöntemine göre f aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır.

$$f = \frac{G_{e,1} \cdot \frac{k_{0,Au}(1) \cdot \varepsilon_1}{k_{0,Au}(2) \cdot \varepsilon_2} \cdot Q_{0,1}(\alpha) - G_{e,2} \cdot \frac{A_{sp,1}}{A_{sp,2}} \cdot Q_{0,2}(\alpha)}{G_{t,2} \cdot \frac{A_{sp,1}}{A_{sp,2}} - G_{t,1} \cdot \frac{k_{0,Au}(1) \cdot \varepsilon_1}{k_{0,Au}(2) \cdot \varepsilon_2}} \quad (2.56)$$

Denklemden 1 alt indisi ile $^{97}\text{Zr}/^{97\text{m}}\text{Nb}$ (743,3 keV), 2 alt indisi ile ^{95}Zr (724,2 ve 756,7 keV) belirtilmiştir.

$F_{c,Au}$ parametresinin belirlenmesi

Literatürde k_0 -faktörleri altın komparatör için verilmektedir. Ancak örnek ile birlikte ışınlanan monitörün her zaman altın, $^{197}\text{Au}(n,\gamma) ^{198}\text{Au}$, olması gerekmez. Altından farklı bir komparatör kullanıldığında komparatör faktörünün ($F_{c,Au}$) tanımlanması gerekir.

$$F_{c,Au} = \frac{A_{sp,m} \cdot 10^{-6}}{k_{0,Au} \cdot (m) \cdot \varepsilon_m} \cdot \frac{1}{G_{t,m} \cdot f + G_{e,m} \cdot Q_{0,m}(\alpha)} \quad (2.57)$$

Bu durumda denklem 2.43 aşağıdaki gibi yazılmaktadır.

$$c_a = \frac{\left(\frac{N_p}{t_m \cdot S \cdot D \cdot C \cdot w \cdot COI} \right)_a}{F_{c,Au}} \cdot \frac{1}{k_{0,Au}(a)} \cdot \frac{1}{G_{t,a} \cdot f + G_{e,a} \cdot Q_{0,a}(\alpha)} \cdot \frac{1}{\varepsilon_a} \cdot 10^6 \quad (2.58)$$

Burada c element konsantrasyonudur ($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$). a ve c alt indisleri sırasıyla elementi ve komparatörü belirtmektedir.

Denklem 2.57 aynı zamanda aşağıdaki gibi ifade edilebilir.

$$F_{c,Au} = \frac{N_A \cdot \theta_{Au} \cdot \sigma_{0,Au} \cdot \gamma_{Au}}{M_{Au}} \cdot \varphi_e \cdot 10^{-6} = \frac{\varphi_t}{f \cdot 3.47 \cdot 10^{10}} \quad (2.59)$$

Bu denklemden anlaşıldığı gibi $F_{c,Au}$ hem k_0 standardizasyonunda element konsantrasyonunun hesaplanmasında kullanışlı bir ara parametre, hem de nötron spektrumu ve dedektör kalibrasyonlarının doğruluğunun bir göstergesidir.

2.7.5.3 k_0 standardizasyonunda kullanılan bilgisayar programları

INAA'de k_0 yöntemi Kayzero for Windows ve k_0 -IAEA programları ile uygulanmaktadır.

Kayzero for Windows programı

Bu programda reaksiyon hızının ve k_0 -faktörlerinin Høgdahl konvansiyonuna dayanan klasik k_0 standardizasyonu kullanılmaktadır (Ryves, 1969; Kolotov ve De Corte, 2003; De Corte ve Simonits, 2003; Kolotov ve De Corte, 2004).

Kayzero for Windows programında k_0 -faktörleri aşağıdaki gibi kodlanmıştır (De Corte ve Simonits, 1994):

- 1: önerilen faktörler.
- 2: geçici faktörler.
- 3: teorik olarak hesaplanan faktörler, spektrum girişim düzeltmeleri için kullanılır.
- 4: tek kaçış piklerinin faktörleri.
- 5: çift kaçış piklerinin faktörleri.

Tek ve çift kaçış pikleri, spektrumdaki piklerin tanımlanmasına yardımcı olması için kullanılır ve bu piklere ait k_0 -faktörlerinin element konsantrasyonunun hesaplanmasında bir fonksiyonu yoktur. Eğer radyonüklitin önerilen bir k_0 -faktörü yoksa veya Westcott $g(T_n)$ faktörü 1'den sapıyorsa radyonüklit "*" sembolü ile işaretlenmiştir.

k_0 -IAEA programı

Bu program k_0 denklemlerinden Cd kesme enerjisinin kaldırıldığı alternatif bir konvansiyona dayanmaktadır (Blaauw ve diğ., 1991). Bu yöntemde nötronların iki kısma ayrılması yerine, nüklitin tesir kesiti iki kısma ayrılmakta ve denklem 2.1 aşağıdaki gibi yazılmaktadır.

$$R = \int_0^{\infty} \frac{\sigma_0 \cdot v_0}{v} \cdot \varphi(v) \cdot dv + \int_0^{\infty} \left\{ \sigma(v) - \frac{\sigma_0 \cdot v_0}{v} \right\} \cdot \varphi(v) \cdot dv \quad (2.60)$$

Alternatif rezonans integrali aşağıdaki gibi tanımlanmaktadır.

$$I_0''(\alpha) = \int_0^{\infty} \left\{ \sigma(E) - \frac{\sigma_0 \cdot v_0}{v} \right\} \frac{dE}{E^{1+\alpha}} \quad (2.61)$$

Westcott faktörü, $g(T_n) = 1$ olan nüklitler için aşağıdaki eşitlik geçerlidir.

$$I_0''(0) = I_0(0) - 0.429 \cdot \sigma_0 \quad (2.62)$$

Denklem 2.61'in kullanılmasıyla denklem 2.59'da sağ taraftaki integral aşağıdaki gibi yazılmaktadır.

$$\int_0^{\infty} \left\{ \sigma(v) - \frac{\sigma_0 \cdot v_0}{v} \right\} \cdot \varphi(v) \cdot dv = \varphi_e \cdot I_0''(\alpha) \quad (2.63)$$

Böylece denklem 2.1'de verilen reaksiyon hızı uygulanan alternatif konvansiyon ile aşağıdaki gibi tekrar ifade edilmektedir.

$$R = \varphi_t \cdot \sigma_0 + \varphi_e \cdot I_0''(\alpha) \quad (2.64)$$

Klasik k_0 standardizasyonunda kullanılan uyarlanmış Høgdahl konvansiyonunda denklem 2.14 ve denklem 2.15 ile verilen termal-epitermal akı oranı ve epitermal-termal tesir kesiti oranı alternatif konvansiyonda sırasıyla aşağıdaki gibi tanımlanmaktadır (Url-3).

$$f' = \frac{\varphi_t}{\varphi_e} \quad (2.65)$$

$$Q_0'(\alpha) = \frac{I_0''(\alpha)}{\sigma_0} \quad (2.66)$$

Bu durumda aşağıdaki eşitlik matematiksel olarak doğru olmaktadır.

$$f + Q_0(\alpha) = f' + Q_0'(\alpha) \quad (2.67)$$

3. ÖLÇÜMÜN KALİTE KONTROLÜ

Herhangi bir analitik yöntemde ölçüm sonucunun kalitesinin belirlenmesi önemlidir. Elde edilen sonucun kalitesi, analizin doğrulanmış yöntemler ile yapılması, tanımlanmış kalite kontrol yöntemlerinin kullanılması ve yeterlilik testlerine (YT) katılım gibi süreçlerle test edilebilir. Bunun yanı sıra ölçüm belirsizliği ve belirleme sınırı de ölçüm sonucunun kalitesinin belirlenmesinde kullanılır.

3.1 Ölçüm Belirsizliği

Ölçüm belirsizliği, ölçüm sonucu ile ilişkili bir parametredir ve ölçülen büyüklüğün alabileceği değerlerin dağılımını tanımlamaktadır (EURACHEM, 2012). Ölçüm belirsizliğinin hesaplanması olası bütün belirsizlik kaynaklarının değerlendirilmesini gerektirir. Her bir belirsizlik kaynağı belirsizlik bileşeni olarak adlandırılır. Analitik yöntemlerde genel olarak belirsizlik kaynakları örnek matrisi etkileri ve girişimleri, çevresel koşullar, örnek miktarının belirlenmesinde kullanılan cihazlar, referans değerler, ölçüm yönteminde kullanılan yaklaşımlar, varsayımlar ve süreçler ile rasgele değişimlerdir.

Herhangi bir ölçüm sonucu için bileşik standart belirsizlik, hesaplamada kullanılan her bir bileşenin belirsizliğinden aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır (EURACHEM, 2012).

$$u_c(y(x_1, x_2, \dots)) = \sqrt{\sum_{i=1, n} \left(\frac{\partial y}{\partial x_i} \right)^2 \cdot u(x_i)^2} = \sqrt{\sum_{i=1, n} u(y, x_i)^2} \quad (3.1)$$

Burada y ölçülen değer, $u_c(y)$ ölçülen değer için bileşik standart belirsizliği, x_i ölçülen değeri hesaplamada kullanılan bağımsız parametreler ve $u(x_i)$ bu parametrelerin belirsizliğidir.

Analitik yöntemlerde ölçülen değerin belirsizliği genellikle genişletilmiş belirsizlik, U , ile verilir. Genişletilmiş belirsizlik, ölçülen değerin daha yüksek bir güven seviyesindeki aralıkta bulunmasını sağlar ve bileşik standart belirsizliğin bir genişletme faktörü ile çarpılmasıyla hesaplanmaktadır.

$$U = k \cdot u_c(y) \quad (3.2)$$

Bu denklemde k genişletme faktörüdür. k faktörü istenilen güven seviyesine bağlı olarak seçilir. Yaygın olarak %95 güven seviyesi için $k=2$ kullanılmaktadır (EURACHEM, 2012).

3.1.1 Enstrümental nötron aktivasyon analizinde ölçüm belirsizliği

Elementin belirlenmesinde atom çekirdeğinin özelliklerine göre oluşan radyoaktif izotopun kullanıldığı nükleer analitik yöntemlere özgü belirsizlik kaynaklarının ayrıca tanımlanması gereklidir (IAEA, 2004). Nükleer yöntemlerde veriler, parçacık ve/veya radyasyon yayınlanmasıyla meydana gelen bozunma sonucu elde edilen sayıların toplanmasıyla elde edilir. Radyoaktif bozunma Poisson dağılımı ile tanımlanır, bu nedenle bozunmayla ilişkili belirsizlik Poisson dağılımının standart sapmasından türetilebilir. Sayımın yeterince büyük olduğu durumda ise normal dağılım kullanılabilir. Radyoaktif bozunmanın doğası nedeniyle, ölçülen nicelikler zaman içerisinde sabit değildir, bu nedenle bozunma için uygun düzeltmelerin uygulanması gereklidir. Düzeltme faktörleri, bozunma sabiti ve zamanın bir fonksiyonudur. Nükleer yöntemlerde ölçümler genellikle kalibrasyon kaynakları ile çeşitli kalibrasyonların yapılmasını gerektirir. Kalibrasyonla ilişkili belirsizlik bileşenleri referans malzemelerden, kalibrasyon kaynaklarından ve deneysel verilerden uyarlanan kalibrasyon eğrilerinden kaynaklanır. Nükleer yöntemlerde örneklerin aktivasyonu nükleer reaktör, hızlandırıcı veya radyoaktif kaynak gibi ışınlama cihazları ile yapılır. Bu cihazların karmaşık yapılarından dolayı radyasyon şiddetinin tekrarlanabilirliğinin sağlanamaması da diğer bir belirsizlik kaynağıdır. Tüm belirsizlik kaynakları hesaba katılarak analizin belirsizlik bütçesi oluşturulabilir.

3.1.1.1 Bağıl standardizasyonda ölçüm belirsizliği

Bağıl standardizasyonda belirsizlik kaynakları örneğin hazırlanması, ışınlama ve gama ışını ölçümü olmak üzere üç aşamada incelenebilir (Greenberg ve diğ., 2011). Her bir grubun içerdiği belirsizlik bileşenleri Çizelge 3.1’de verilmiştir (Kučera ve diğ., 2004).

Denklem 2.35 kullanılarak element konsantrasyonunun belirlendiği durumda, hesaplamada kullanılan parametrelerle ilişkili belirsizlik bileşenleri hesaba katılarak bileşik belirsizlik hesaplanır.

Çizelge 3.1 : Bağıl standardizasyonda belirsizlik bileşenleri.

| Aşama | Belirsizlik bileşeni |
|------------------------------------|---|
| Örnek hazırlama, u_1 | Örnek miktarının belirlenmesi, u_{1a} |
| | Standart miktarının belirlenmesi, u_{1b} |
| | Örnek miktarının belirlenmesi sırasında örneğin nem kapması sonucu miktardaki değişim, u_{1c} |
| | Standartın element içeriği, u_{1d} |
| | Hedef izotopun bolluğu, u_{1e} |
| | Örnek paketinin element içeriğindeki değişim, u_{1f} |
| Işınlama, u_2 | Işınlama geometrisindeki farklılıklar, u_{2a} |
| | Nötron öz-soğurmasındaki farklılıklar, u_{2b} |
| | Işınlama süresi, u_{2c} |
| | Nükleer reaksiyonlardaki girişimler, u_{2d} |
| | Nötron spektrumundaki değişimler, u_{2e} |
| | Işınlama sırasında buharlaşmadan kaynaklanan kayıplar, u_{2f} |
| Gama-ışını ölçümü, u_3 | Sayım istatistiği, u_{3a} |
| | Sayım geometrisindeki farklılıklar, u_{3b} |
| | Puls yığılması kayıpları, u_{3c} |
| | Koinsidans, u_{3d} |
| | Ölü zaman etkisi, u_{3e} |
| | Bozunma etkisi, u_{3f} |
| | Sayım süresi, u_{3g} |
| | Gama ışını öz-soğurma etkisi, u_{3h} |
| Gama ışını girişimleri, u_{3i} | |
| Pik belirlenmesi yöntemi, u_{3j} | |
| Doğal fon düzeltilmesi, u_{3k} | |

3.1.1.2 k_0 standardizasyonunda ölçüm belirsizliği

Kayzero for Windows programında ölçüm belirsizliği

Kayzero for Windows programında De Corte (1987) tarafından önerilen orijinal yaklaşım kullanılmaktadır. Bu yaklaşımda ölçüm belirsizliği sayım istatistiğinin ve yaklaşık bir sistematik belirsizliğin bileşiminden aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır.

$$u_c = \sqrt{u(N_p)^2 + u(s)} \quad (3.3)$$

Denklemden u_c analiz sonucunun bağıl bileşik belirsizliği (%), $u(N_p)$ net fotopik sayımının bağıl belirsizliği (%), $u(s)$ ise %3,5 ile verilen sistematik bağıl belirsizliktir. Sistematik belirsizlik Çizelge 3.2’de verilen bileşenlerin katkılarını içermektedir (De Corte ve Simonits, 1994).

Çizelge 3.2 : Kayzero for Windows programında sistematik belirsizlik bileşenleri.

| Bileşen | Katkı (%) |
|----------------|-----------|
| k_0 -faktörü | ~1 |
| Q_0 | ~1 |
| α | ~1,5 |
| f | ~1 |
| ϵ_p | ~2 |
| COI | ~1,5 |
| Toplam | ~3,5 |

Programda kullanıcının tercihine göre belirsizlik sonuçları %68 ($k=1$) veya %95 ($k=2$) güven seviyesinde rapor edilmektedir.

k_0 -IAEA programında ölçüm belirsizliği

k_0 -IAEA programında analiz sonucunun ölçüm belirsizliği, rasgele ve sistematik belirsizlik kaynaklarının katkısıyla hesaplanmaktadır ve %68 ($k=1$) güven aralığında rapor edilmektedir (Url-3). Analiz sonucunun bileşik belirsizliğine katkısı olan bileşenler Çizelge 3.3’de verilmektedir.

Çizelge 3.3 : k_0 -IAEA analiz sonuçlarındaki belirsizlik bileşenleri (Url-3).

| Bileşen | Katkı | Tür |
|----------------|--|------------|
| N_p | Ak ₁ , element konsantrasyonu, fotopik verimi | Rasgele |
| k_0 -faktörü | Ak ₁ , element konsantrasyonu | Sistematik |
| φ_t | Element konsantrasyonu | Rasgele |
| f | Ak ₁ , element konsantrasyonu | Sistematik |
| α | Ak ₁ , element konsantrasyonu | Sistematik |
| W | Ak ₁ , element konsantrasyonu | Rasgele |
| Kuru kütle | Ak ₁ , element konsantrasyonu | Rasgele |

Kragten-NPI yöntemi ile nötron spektrumu parametrelerinin belirsizliği

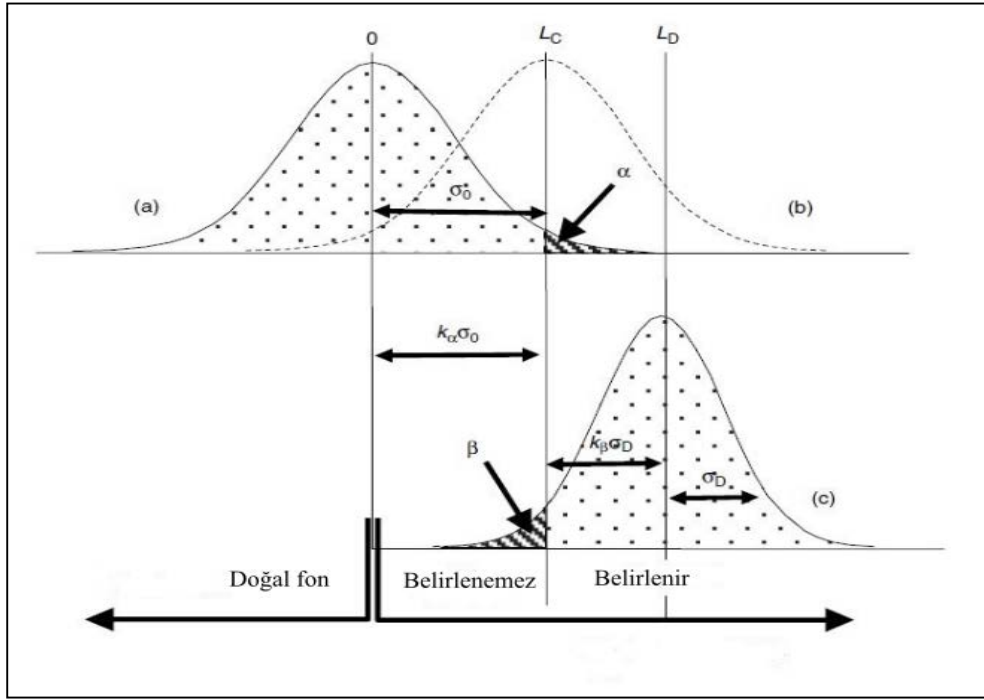
Kayzero for Windows ve k_0 -IAEA programlarından bağımsız olarak k_0 standardizasyonunda nötron spektrumu parametrelerinin ve belirsizliklerinin değerlendirilmesi için Kragten yöntemi uygulanmıştır. Robouch ve diğ. (2000) k_0 standardizasyonunda belirsizlik bütçesinin, Kragten (1994) tarafından geliştirilen “evrensel olarak uygulanabilen e-tablo tekniği” ile değerlendirilmesini önermişlerdir ve k_0 standardizasyonunda ölçüm belirsizliğinin hesaplanması için bir yazılım geliştirmişlerdir (Younes ve Robouch, 2003). Kubešová ve Kučera (2012), Kayzero for Windows ve k_0 -IAEA programları ile yaptıkları çalışmalarda analiz sonuçlarındaki belirsizliklerinin farklı olduğunu belirlemişlerdir ve bu nedenle nötron akı parametreleri ile belirsizliklerinin Kragten (1994) yöntemine göre hesaplandığı ve Kragten-NPI olarak adlandırılan bir e-tablo yöntemi geliştirmişlerdir. Bu yöntemde hazırlanan e-tablolara denklem 2.28, 2.50, 2.53, 2.54, 2.55, 2.56 ve 2.57 yerleştirilerek α , f ve $F_{c,Au}$ parametreleri ve belirsizlikleri ile kullanılan parametrelerin belirsizliğe katkısı % olarak hesaplanmaktadır.

3.2 Element Belirleme Sınırı

Element belirleme sınırı (LOD), bir sayım sisteminde belirli şartlarda yapılan ölçümde güvenilir olarak elde edilebilecek en küçük element miktarıdır. Element miktarının çok düşük olduğu durumlarda, ölçüm belirsizliği element miktarının “sıfır” değerinden ayrılmasını zorlaştırabilir.

Element belirleme sınırının hesaplanmasında kullanılan yaklaşımlardan biri Currie (1968)’nin önerdiği yaklaşımdır. Currie’nin yaklaşımı, kritik seviye (L_c) ve belirleme

sınırı (L_D) olarak tanımlanan ve sayım olarak hesaplanan iki önemli kavrama dayanmaktadır (Şekil 3.1).



Şekil 3.1 : Kritik seviye ve belirleme sınırı (Gilmore (2008)'den uyarlanmıştır).

3.2.1 Kritik seviye

Kritik seviye (L_c), ölçülen gama spektrumundaki bir fotopik için belirlenen sayımın istatistiksel olarak anlamlı olup olmadığını göstermektedir. Buna göre eğer fotopik net sayımı denklem 3.4 ile hesaplanan kritik seviyeden büyükse istatistiksel olarak anlamlı, küçükse anlamsızdır (Gilmore, 2008).

$$L_c = k_\alpha \cdot \sigma_0 \quad (3.4)$$

Denklemden k_α faktörü önceden belirlenen güven seviyesine göre seçilmektedir ve yaygın olarak %95 güven seviyesinde normal dağılım fonksiyonundaki tek taraflı güven katsayısına karşılık gelen $k_\alpha=1,645$ kullanılmaktadır. σ_0 ise fotopik net sayımının sıfır olduğu durumda ($N_p=0$) standart sapmadır.

Spektrumda ilgilenilen enerjideki net fotopik sayımı aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır (Gilmore, 2008).

$$N_p = G - B \quad (3.5)$$

Denklemden G toplam sayım ve B doğal fon sayımıdır. Birçok durumda bir fotopik için doğal fon sayımı basit olarak Compton sürekliliğidir. Net fotopik sayımının varyansı

$$\text{var}(N_p) = N_p + B + \text{var}(B) \quad (3.6)$$

denklemleri ile hesaplanmaktadır (Gilmore, 2008). Net fotopik sayımının varyansı σ_0^2 , $N_p=0$ ve doğal fon sayımının varyansı $\text{var}(B)=B$ olduğu durumda aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır.

$$\text{var}(N_p = 0) = \sigma_0^2 = B + \text{var}(B) = 2 \cdot B \quad (3.7)$$

Bu durumda %95 güven seviyesinde kritik seviye denklem 3.8 ile verilmektedir.

$$L_C = 2,33 \cdot \sqrt{B} \quad (3.8)$$

3.2.2 Belirleme sınırı

Belirleme sınırı (L_D), bir sayım sisteminde belirli şartlarda yapılan ölçümde güvenilir olarak elde edilebilecek en küçük sayım miktarıdır ve aşağıdaki denklem ile hesaplanmaktadır (Gilmore, 2008).

$$L_D = L_C + k_\beta \cdot \sigma_D \quad (3.9)$$

Denklemden $k_\beta=1,645$ 'dir. Net fotopik sayımı belirleme sınırına eşit kabul edilirse ($N_p=L_D$), net fotopik sayımının varyansı σ_D^2 , aşağıdaki gibi hesaplanmaktadır.

$$\text{var}(N_p) = \sigma_D^2 = L_D + \sigma_0^2 \quad (3.10)$$

Bu durumda %95 güven seviyesinde belirleme sınırı denklem 3.11 ile verilmektedir.

$$L_D = 2,706 + 4,653 \cdot \sqrt{B} \quad (3.11)$$

Belirleme sınırı sayım cinsinden hesaplandıktan sonra denklem 2.36 ve 2.44'de net fotopik sayımı yerine hesaplanan belirleme sınırı kullanılarak element belirleme sınırı (LOD) hesaplanmaktadır.

3.3 Yeterlilik Testi

Yeterlilik testi laboratuvarında uygulanan yöntemin performansının belirlenmesi ve sürdürülebilirliğinin izlenmesi için uygulanmaktadır. Yeterlilik testinde analiz edilen malzemeler rutin test malzemeleri ile benzerlik gösterdiğinden, elde edilen veriler aynı zamanda ölçüm belirsizliğinin değerlendirilmesinde de faydalı bilgi sağlamaktadır. Yeterlilik testinde yöntemin performansı z-skoru veya E_n sayısı ile değerlendirilmektedir (EURACHEM, 2011).

3.3.1 z-skoru

Bir test malzemesinin laboratuvarında ölçülen değeri x , atanmış değeri X ve standart sapma σ olmak üzere z-skoru

$$z = \frac{|x - X|}{\sigma} \quad (3.12)$$

denklemleri ile hesaplanmaktadır. Eğer $z \leq 2$ ise performans başarılı, $2 < z < 3$ ise performans sorgulanabilir ve $z \geq 3$ ise performans başarısızdır.

3.3.2 E_n sayısı

Bir test malzemesinin laboratuvarında ölçülen değeri x , atanmış değeri X , u_{lab} ölçülen değer genişletilmiş belirsizliği ve u_{ref} atanmış değerin genişletilmiş belirsizliği olmak üzere E_n sayısı

$$E_n = \frac{|x - X|}{\sqrt{u_{lab}^2 + u_{ref}^2}} \quad (3.13)$$

ile hesaplanmaktadır. Eđer $E_n \leq 1$ ise performans başarılı, $E_n > 1$ ise performans başarısızdır. E_n sayısı ölçüm belirsizliğinin yeterli değeriendirilemediđi durumlarda kullanılmalıdır.

4. MATERYAL VE YÖNTEM

Deneysel çalışmalar, İstanbul Teknik Üniversitesi Enerji Enstitüsü İTÜ TRIGA Mark II araştırma reaktöründe çevresel örnekler için INAA standardizasyon çalışmalarını kapsamaktadır.

Farklı matrise ve element içeriğine sahip standart referans malzemeler ve yeterlilik testi malzemeleri İTÜ Enerji Enstitüsü Malzeme Üretim ve Hazırlama Laboratuvarı'nda hazırlanmış, İTÜ TRIGA Mark II araştırma reaktöründe ışınlanmış, İTÜ Enerji Enstitüsü Düşük Seviyeli Radyoaktivite Ölçümleri Laboratuvarında (DSROL) gama spektrumları ölçülmüştür. TÜBİTAK 2214-A Yurt Dışı Araştırma Burs Programı ile 01.02–30.07.2015 tarihleri arasında CAS NPI'da yürütülen çalışmalar kapsamında, DSROL'de bulunan ORTEC GammaVision-32 yazılımı ile toplanan gama ışını spektrumlarının analizleri CAS NPI'da bulunan Canberra Genie 2000 yazılımı ile yapılmıştır. MS Excel, k_0 -IAEA ve CAS NPI izni ile kullanılan Kayzero for Windows programı ile element konsantrasyonları, belirsizlikleri ve belirleme sınırları hesaplanmıştır. Bunun yanı sıra yine CAS NPI izni ile kullanılan Kragten-NPI programı ile k_0 standardizasyonundaki belirsizlikler değerlendirilmiştir.

4.1 Örnekler

4.1.1 Standart referans malzemeler

k_0 standardizasyonunda uygulanan yöntemin geçerliliğini test etmek için, bağlı standardizasyonda ise örneğin içeriğindeki element miktarının belirlenmesinde standart referans malzemeler kullanılmıştır. Kullanılan standart referans malzemeler NIST SRM 1633b, NIST SRM 2702, NIST SRM 2711 ve NIST SRM 1547'dir (Url-4).

NIST SRM 1633b kömür uçucu külünün veya benzer matrislerin içeriğindeki elementlerin belirlenmesinde kullanılan analitik yöntemlerin değerlendirilmesinde kullanılmaktadır. NIST SRM 2702 deniz sedimentinin veya benzer matrislerin içeriğindeki elementlerin belirlenmesinde kullanılan analitik yöntemlerin değerlendirilmesinde kullanılmaktadır. NIST SRM 2711 toprak, sediment veya benzer matrislerin içeriğindeki elementlerin belirlenmesinde kullanılan analitik yöntemlerin değerlendirilmesinde kullanılmaktadır. NIST SRM 1547 bitkisel malzemelerin, tarımsal gıda ürünlerinin veya benzer matrislerin içeriğindeki elementlerin belirlenmesinde kullanılan analitik yöntemlerin değerlendirilmesinde kullanılmaktadır.

4.1.2 Yeterlilik testi malzemeleri

Uygulanan yöntemlerin performansının belirlenmesi için çeşitli içeriklerde toprak (T) ve bitki (B) malzemelerinden oluşan The Wageningen Evaluating Programmes for Analytical Laboratories yeterlilik testi (YT) malzemeleri kullanılmıştır (Çizelge 4.1) (Url-5).

Çizelge 4.1 : Yeterlilik testi malzemeleri.

| | Malzeme türü | Ülke | Kod |
|--------|------------------------------|------------|-------|
| Toprak | Kil | Hollanda | YT-T1 |
| | Kumlu toprak | Hollanda | YT-T2 |
| | Kumlu toprak | Hollanda | YT-T3 |
| | Kil | Hollanda | YT-T4 |
| | Kil | Afrika | YT-T5 |
| Bitki | Ot / Poaceae | Hollanda | YT-B1 |
| | Biber / Capsicum sp. | Hollanda | YT-B2 |
| | Taflan / Prunus laurocerasus | Hollanda | YT-B3 |
| | Pirinç / Oryza sativa | Filipinler | YT-B4 |

4.1.3 Monitörler

Nötron spektrumu parametrelerinin belirlenmesinde Au ve Zr monitörler kullanılmıştır. Bağlı standardizasyon yönteminde filtre kâğıdına hazırlanmış Au monitörler, k_0 standardizasyon yönteminde ise Au ve Zr folyolar kullanılmıştır.

4.2 Örneklerin Hazırlanması

Bu çalışmada NAA için örneklerin (standart referans malzemeler, yeterlilik testi malzemeleri ve monitörler) hazırlanması örnek miktarlarının belirlenmesini, paketlenmesini ve ışınlama tüpüne yerleştirilmesini içermektedir.

4.2.1 k_0 standardizasyonunda kullanılan örneklerin hazırlanması

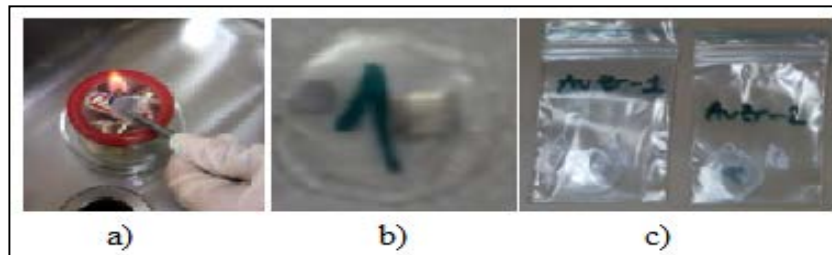
4.2.1.1 Au ve Zr monitör setlerinin hazırlanması

k_0 standardizasyonunda Au ve Zr elementlerinden oluşan monitör setleri kullanılmıştır. %99,8 Zr (Goodfellow UK, ZR000260 foil) ve %0,1 Au-Al (IRMM Belgium, IRMM-530a) folyolarının ölçülen kütleleri Çizelge 4.2’de verilmiştir.

Çizelge 4.2 : Au ve Zr monitör verileri.

| Monitör | Element | Kütle (μg) |
|---------|---------|-------------------------|
| AuZr-1 | Au | 2,82 |
| | Zr | 10990 |
| AuZr-2 | Au | 2,82 |
| | Zr | 11000 |
| AuZr-3 | Au | 2,84 |
| | Zr | 11030 |
| AuZr-4 | Au | 2,90 |
| | Zr | 10820 |

Birer adet Au ve Zr folyo, disk şeklindeki polietilen paketin içine yerleştirilmiştir. Polietilen paketin açık kısmı alev ve maşa kullanılarak kapatılmıştır (Şekil 4.1a,b). Paket tamamen kapatıldıktan sonra alkole batırılarak temizlenmiş ve sızdırmazlığı kontrol edilmiştir. Paket kurularak üzerine kalıcı kalem ile ışınlama tüpündeki sıralamasına göre örnek numarası yazılmıştır. Hazırlanan polietilen paket, meydana gelebilecek kirliliği engellemek amacıyla ışınlamadan sonra içinde ölçüleceği dikdörtgen şeklindeki polietilen poşete alınmıştır (Şekil 4.1c). Bu şekilde ışınlamalarda kullanılacak sayıda Au ve Zr monitör setleri hazırlanmıştır.



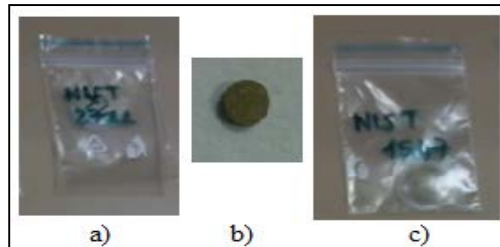
Şekil 4.1 : Monitörlerin hazırlanması a-b) ışınlama paketi c) ölçüm poşeti.

4.2.1.2 Toprak örneklerinin hazırlanması

Disk şeklindeki polietilen paket tartılarak darası alınmıştır. Paketin içine toz halindeki toprak örneğinden aktararak örneğin miktarı ölçülmüştür. Polietilen paketin açık kısmı alev ve maşa kullanılarak kapatılmıştır. Paket tamamen kapatıldıktan sonra alkole batırılarak temizlenmiş ve sızdırmazlığı kontrol edilmiştir. Paket kurularak üzerine kalıcı kalem ile ışınlama tüpündeki sıralamasına göre örnek numarası yazılmıştır. Hazırlanan polietilen paket, meydana gelebilecek kirliliği engellemek amacıyla ışınlamadan sonra içinde ölçüleceği dikdörtgen şeklindeki polietilen poşete alınmıştır (Şekil 4.2a). Diğer toprak örnekleri de aynı şekilde hazırlanmıştır. Bu şekilde 100 mg–250 mg arasında değişen miktarlarda yeterlilik testi toprak örnekleri ve standart referans malzemeler hazırlanmıştır.

4.2.1.3 Bitki örneklerinin hazırlanması

Bitki örneklerinin yoğunluğu düşük olduğundan dolayı örnek paketi içinde daha az yer kaplaması için örnekler pelet halinde hazırlanmıştır (Şekil 4.2b). Disk şeklindeki polietilen paket tartılarak darası alınmıştır. Paketin içine pelet halindeki bitki örneği yerleştirilerek örneğin miktarı ölçülmüştür. Polietilen paketin açık kısmı alev ve maşa kullanılarak kapatılmıştır. Paket tamamen kapatıldıktan sonra alkole batırılarak temizlenmiş ve sızdırmazlığı kontrol edilmiştir. Paket kurularak üzerine kalıcı kalem ile ışınlama tüpündeki sıralamasına göre örnek numarası yazılmıştır. Hazırlanan polietilen paket, meydana gelebilecek kirliliği engellemek amacıyla ışınlamadan sonra içinde ölçüleceği dikdörtgen şeklindeki polietilen poşete alınmıştır (Şekil 4.2c). Bu şekilde 40 mg–150 mg arasında değişen miktarlarda yeterlilik testi bitki örnekleri ve standart referans malzemeler hazırlanmıştır.



Şekil 4.2 : Örnekler a) toprak b) bitki peleti c) bitki.

4.2.1.4 Boş örneğin hazırlanması

Boş örnek, içine herhangi bir malzeme koyulmadan polietilen paketin kapatılmasıyla hazırlanmıştır. Boş paket tartılarak miktarı belirlenmiştir. Paketin üzerine kalıcı kalem ile ışınlama tüpündeki sıralamasına göre örnek numarası yazılmıştır. Hazırlanan polietilen paket, meydana gelebilecek kirliliği engellemek amacıyla ışınlamadan sonra içinde ölçüleceği dikdörtgen şeklindeki polietilen poşete alınmıştır (Şekil 4.3).



Şekil 4.3 : Boş örnek.

4.2.2 Bağlı standardizasyonda kullanılan örneklerin hazırlanması

4.2.2.1 Au monitörlerin hazırlanması

Bağlı standardizasyonda kullanılan Au monitörler $AuCl_4H \cdot 3H_2O$ bileşiğinden (% 99,5 saflık, Merck) hazırlanmıştır. 1 g bileşik, distile suda çözülmüştür ve 1 L distile su ile seyreltilerek 2,54 mM Au çalışma çözeltisi elde edilmiştir. Elde edilen çalışma çözeltisinden, kalibre edilmiş mikropipet ile 30 μL 'lik çözeltiler alınarak filtre kâğıdına damlatılmış ve kızılötesi lamba altında kurutulmuştur. Kurutma işleminden sonra filtre kâğıtları polietilen paketlere yerleştirilip etiketlenerek kapatılmıştır ve ışınlamaya hazır hale getirilmiştir.

4.2.2.2 Toprak örneklerinin hazırlanması

Dikdörtgen şeklindeki alüminyum paketler tartılarak darası alınmıştır. Paketlerin içine toz halindeki örneklerden yaklaşık 250 mg aktarılmıştır. Paketler tamamen kapatıldıktan sonra üzerine kalıcı kalem ile ışınlama tüpündeki sıralamasına göre örnek numarası yazılmıştır.

4.2.3 Örneklerin kuru kütlelerinin belirlenmesi

Örneklerin kuru kütle tayini gravimetrik yöntem ile yapılmıştır (ASTM, 1999). İlk olarak boş vezin kaplarının kütleleri belirlenmiştir. Yaklaşık 1 g yaş kütledeki örnekler tartılarak vezin kaplarına alınmıştır. Yaş örnek içeren kaplar etüve yerleştirilerek 105°C'de 24 saat kurutulmuştur. Etüvden çıkartılan kaplar, atmosferden nem kapmalarını engellemek için desikatöre alınmıştır ve oda sıcaklığına gelmeleri için beklenmiştir. Kurutulmuş örnekleri içeren kaplar tartılmıştır.

Örneklerin kuru kütleleri denklem 4.1 ile hesaplanmıştır.

$$f_{dm} = \frac{m_{ds} - m_c}{m_{ws} - m_c} \cdot 100 \quad (4.1)$$

Denklemde, m_c boş vezin kabının kütlesi (g), m_{ds} vezin kabının ve kuru örneğin toplam kütlesi (g) ve m_{ws} vezin kabının ve yaş örneğin toplam kütlesidir (g).

Kuru kütle miktarı toprak örnekleri için %97-%99 arasında, bitki örnekleri için ise %90 olarak belirlenmiştir.

4.3 İncelenen Elementler

Bu çalışmada toprak ve bitki örneklerinde bağıl standardizasyon yöntemi ile As, Ce, Co, Cr, Cs, Fe, K, La, Na, Rb, Sb, Sc, Th, U ve Zn elementleri (Çizelge 4.3); k_0 standardizasyon yöntemi ile Ag, As, Au Ba, Br, Cd, Ce, Co, Cr, Cs, Eu, Fe, Hf, K, La, Na, Rb, Sb, Sc, Sm, Sr, Tb, Th, U, W, Yb, Zn ve Zr elementleri (Çizelge 4.4) incelenmiştir.

Bağıl standardizasyonda, birden fazla enerjide gama ışını yayınlayan radyonüklitlerin analizinde ölçülen gama ışını spektrumlarında belirlenebilen ve fotopik sayımı belirsizliği düşük olan enerjiler kullanılmıştır.

Çizelge 4.3 : Bağlı standardizasyon yöntemi ile belirlenen elementlerin nükleer özellikleri (Url-6).

| Element | Hedef nüklit | Radyonüklit | $t_{1/2}$ | E (keV) |
|---------|-------------------|-------------------|-----------|---------|
| As | ⁷⁵ As | ⁷⁶ As | 26,24 sa | 559,1 |
| Ce | ¹⁴⁰ Ce | ¹⁴¹ Ce | 32,51 g | 145,4 |
| Co | ⁵⁹ Co | ⁶⁰ Co | 1925,28 g | 1173,2 |
| Cr | ⁵⁰ Cr | ⁵¹ Cr | 27,7025 g | 1332,5 |
| Cr | ⁵⁰ Cr | ⁵¹ Cr | 27,7025 g | 320,1 |
| Cs | ¹³³ Cs | ¹³⁴ Cs | 2,0652 y | 604,7 |
| Cs | ¹³³ Cs | ¹³⁴ Cs | 2,0652 y | 795,9 |
| Fe | ⁵⁸ Fe | ⁵⁹ Fe | 44,495 g | 1099,2 |
| Fe | ⁵⁸ Fe | ⁵⁹ Fe | 44,495 g | 1291,6 |
| K | ⁴¹ K | ⁴² K | 12,321 sa | 1524,6 |
| La | ¹³⁹ La | ¹⁴⁰ La | 1,67855 g | 1596,2 |
| Na | ²³ Na | ²⁴ Na | 14,997 sa | 1368,6 |
| Rb | ⁸⁵ Rb | ⁸⁶ Rb | 18,642 g | 1077,0 |
| Sb | ¹²¹ Sb | ¹²² Sb | 2,7238 g | 564,2 |
| Sb | ¹²¹ Sb | ¹²² Sb | 2,7238 g | 889,3 |
| Sc | ⁴⁵ Sc | ⁴⁶ Sc | 83,79 g | 1120,6 |
| Th | ²³² Th | ²³³ Pa | 26,975 g | 311,9 |
| U | ²³⁸ U | ²³⁹ Np | 2,356 g | 277,6 |
| Zn | ⁶⁴ Zn | ⁶⁵ Zn | 243,93 g | 1115,5 |

k_0 standardizasyonunda element konsantrasyonunun hesaplanmasında kullanılan gama ışını enerjileri k_0 -IAEA ve Kayzero for Windows programlarında belirli koşullara göre seçilmiştir. k_0 -IAEA programında gama spektrumunun değerlendirilmesi ve element konsantrasyonlarının hesaplanması bütüncül (holistic) yaklaşım ile yapılmaktadır. Bu yaklaşım nicel analiz için kullanıcının pik seçimine izin vermemektedir. Programda bir radyonüklite ait bütün gama ışını enerjilerindeki fotopikler, eğer spektrumda fotopik gözlemlenirse ve net fotopik alanı belirlenirse, element konsantrasyonunun hesaplanmasında kullanılmaktadır. İlgili fotopiklerde eğer varsa spektrum girişimleri düzeltilmektedir. Sadece önceden tanımlanan kurşun X-ışınları ve 511 keV'deki anihilasyon piki analiz için kullanılmamaktadır (Url-3). Kayzero for Windows element konsantrasyonunun belirlenmesinde kullanıcının gama ışını enerjisini seçmesine olanak sağlamaktadır. Bu nedenle, spektrumda gözlenen ve net fotopik alanı belirlenen fotopikler arasından önerilen k_0 -faktörlerine sahip (Kod 1), spektrum girişimi olmayan ve/veya girişim düzeltilmesi %100 yapılabilen, 90 keV'den yüksek enerjiye sahip fotopikler element konsantrasyonlarının belirlenmesinde kullanılmıştır. Çizelge 4.4'te birden fazla gama ışını enerjisine sahip radyonüklitler için bu koşulları sağlayan gama ışını enerjileri verilmiştir.

Çizelge 4.4 : k_0 standardizasyon yönteminde ilgilenilen elementlerin nükleer özellikleri (Url-7).

| Element | Hedef nüklit | θ (%) | σ_0 (b) | I_0 (b) | Q_0 | \bar{E}_r (eV) | Ürün radyonüklit | $t_{1/2}$ | E (keV) | γ (%) | k_0 -faktörü |
|---------|-------------------|--------------|----------------|-----------|-------|------------------|---------------------------|-----------|--|--|--|
| Ag | ^{109}Ag | 51,83 | 3,94 | 65,8 | 16,7 | 6,08 | $^{110\text{m}}\text{Ag}$ | 249,8 g | 657,8 | 94,51 | $3,50 \times 10^{-2}$ |
| As | ^{75}As | 100 | 3,85 | 52,4 | 13,6 | 106 | ^{76}As | 26,24 sa | 559,1 657,1 | 45 6,17 | $4,83 \times 10^{-2}$ $6,61 \times 10^{-3}$ |
| Au | ^{197}Au | 100 | 98,7 | 1550 | 15,7 | 5,65 | ^{198}Au | 2,70 g | 411,8 123,8 | 95,56 29 | 1 $3,90 \times 10^{-5}$ |
| Ba | ^{130}Ba | 0,106 | 8,5 | 211,5 | 24,8 | 69,9 | ^{131}Ba | 11,5 g | 216,1 373,3 496,3 554,3 619,1 698,4 | 19,7 14 46,8 70,8 43,4 28,5 | $2,75 \times 10^{-5}$ $1,92 \times 10^{-5}$ $6,48 \times 10^{-5}$ $2,38 \times 10^{-2}$ $1,45 \times 10^{-2}$ $9,38 \times 10^{-3}$ |
| Br | ^{81}Br | 49,31 | 2,59 | 50 | 19,3 | 152 | ^{82}Br | 35,3 sa | 776,5 827,8 1044 1317,5 1474,9 | 83,5 24 27,2 26,5 16,3 | $2,76 \times 10^{-2}$ $7,99 \times 10^{-3}$ $9,14 \times 10^{-3}$ $8,91 \times 10^{-3}$ $5,42 \times 10^{-3}$ |
| Cd | ^{114}Cd | 28,72 | 0,321 | 10,4 | 32,4 | 207 | $^{115\text{m}}\text{In}$ | 4,486 sa | 336,2 | 63,674 | $7,73 \times 10^{-4}$ |
| Ce | ^{140}Ce | 88,48 | 0,575 | 0,48 | 0,83 | 7200 | ^{141}Ce | 32,51 g | 145,4 | 48,2 | $3,66 \times 10^{-3}$ |
| Co | ^{59}Co | 100 | 37,1 | 73,9 | 1,993 | 136 | ^{60}Co | 1925,3 g | 1173,2 1332,5 | 99,9 99,982 | 1,32 1,32 |
| Cr | ^{50}Cr | 4,35 | 15,1 | 8 | 0,53 | 7530 | ^{51}Cr | 27,7 g | 320,1 | 10,08 | $2,62 \times 10^{-3}$ |

Çizelge 4.4 (devam): k_0 standardizasyon yönteminde ilgilenilen elementlerin nükleer özellikleri (Url-7).

| Element | Hedef nüklit | θ (%) | σ_0 (b) | I_0 (b) | Q_0 | \bar{E}_r (eV) | Ürün radyonüklit | $t_{1/2}$ | E (keV) | γ (%) | k_0 -faktörü |
|---------|-------------------|--------------|----------------|-----------|-------|------------------|-------------------|-----------|---------|--------------|-----------------------|
| Cs | ^{133}Cs | 100 | 30,8 | 391,1 | 12,7 | 9,27 | ^{134}Cs | 2,065 y | 563,2 | 8,38 | $4,14 \times 10^{-2}$ |
| | | | | | | | | | 569,3 | 15,43 | $7,34 \times 10^{-2}$ |
| | | | | | | | | | 604,7 | 97,56 | $4,76 \times 10^{-1}$ |
| Eu | ^{151}Eu | 47,86 | 6767 | 8459 | 1,537 | 0,448 | ^{152}Eu | 13,54 y | 795,9 | 85,44 | $4,15 \times 10^{-1}$ |
| | | | | | | | | | 244,7 | 7,638 | 3,44 |
| | | | | | | | | | 778,9 | 12,655 | 5,70 |
| Fe | ^{58}Fe | 0,28 | 1,28 | 1,25 | 0,975 | 637 | ^{59}Fe | 44,5 g | 1099,3 | 56,1 | $7,77 \times 10^{-5}$ |
| | | | | | | | | | 1291,6 | 43,6 | $5,93 \times 10^{-5}$ |
| Hf | ^{180}Hf | 35,22 | 13,5 | 34 | 2,52 | 115 | ^{181}Hf | 42,39 g | 133 | 41,7 | $2,37 \times 10^{-2}$ |
| | | | | | | | | | 482,2 | 82,8 | $4,56 \times 10^{-2}$ |
| K | ^{41}K | 6,73 | 1,39 | 1,34 | 0,87 | 2960 | ^{42}K | 12,36 sa | 312,7 | 0,319 | $1,59 \times 10^{-5}$ |
| | | | | | | | | | 1524,7 | 17,9 | $9,46 \times 10^{-4}$ |
| La | ^{139}La | 99,91 | 9,39 | 11,6 | 1,24 | 76 | ^{140}La | 1,678 g | 815,8 | 22,9 | $3,32 \times 10^{-2}$ |
| | | | | | | | | | 1596,2 | 95,4 | $1,34 \times 10^{-1}$ |
| Na | ^{23}Na | 100 | 0,512 | 0,302 | 0,59 | 3380 | ^{24}Na | 14,96 sa | 1368,6 | 99,994 | $4,68 \times 10^{-2}$ |
| Rb | ^{85}Rb | 72,17 | 0,502 | 7,43 | 14,8 | 839 | ^{86}Rb | 18,63 g | 1077 | 8,78 | $7,65 \times 10^{-4}$ |
| Sb | ^{121}Sb | 57,3 | 6,31 | 208 | 33 | 13,1 | ^{122}Sb | 2,274 g | 564,2 | 70,55 | $4,38 \times 10^{-2}$ |
| | | | | | | | | | 602,7 | 97,89 | $2,96 \times 10^{-2}$ |
| Sb | ^{123}Sb | 42,7 | 4,02 | 115,8 | 28,8 | 28,2 | ^{124}Sb | 60,2 g | 722,8 | 10,8 | $3,19 \times 10^{-3}$ |
| | | | | | | | | | 889,3 | 99,984 | 1,22 |
| Sc | ^{45}Sc | 100 | 26,3 | 11,3 | 0,43 | 5130 | ^{46}Sc | 83,83 g | 1120,5 | 99,987 | 1,22 |

Çizelge 4.4 (devam): k_0 standardizasyon yönteminde ilgilenilen elementlerin nükleer özellikleri (Url-7).

| Element | Hedef nüklit | θ (%) | σ_0 (b) | I_0 (b) | Q_0 | \bar{E}_r (eV) | Ürün radyonüklit | $t_{1/2}$ | E (keV) | γ (%) | k_0 -faktörü |
|---------|-------------------|--------------|----------------|-----------|-------|------------------|---|-----------|---------|--------------|-----------------------|
| Sm | ^{152}Sm | 26,6 | 202 | 2909 | 14,4 | 8,53 | ^{153}Sm | 46,5 sa | 103,2 | 28,3 | $2,31 \times 10^{-1}$ |
| Sr | ^{84}Sr | 0,56 | 0,716 | 9,45 | 13,2 | 469 | ^{85}Sr | 64,84 g | 514,0 | 99,27 | $9,15 \times 10^{-5}$ |
| | | | | | | | | | 298,6 | 26,64 | $8,25 \times 10^{-2}$ |
| Tb | ^{159}Tb | 100 | 24 | 430 | 17,9 | 18,1 | ^{160}Tb | 72,3 g | 879,4 | 30,35 | $9,42 \times 10^{-2}$ |
| | | | | | | | | | 1271,9 | 7,505 | $2,35 \times 10^{-2}$ |
| Th | ^{232}Th | 10 | 7,34 | 84,4 | 11,5 | 54,4 | ^{233}Pa | 26,97 g | 311,9 | 38,6 | $2,52 \times 10^{-2}$ |
| U | ^{238}U | 99,28 | 2,68 | 277 | 103,4 | 16,9 | ^{239}Np | 2,357 g | 277,6 | 14,2 | $3,40 \times 10^{-3}$ |
| | | | | | | | | | | 134,2 | $1,13 \times 10^{-2}$ |
| | | | | | | | | | | 479,6 | $2,97 \times 10^{-2}$ |
| W | ^{186}W | 28,64 | 41,8 | 573 | 13,7 | 20,5 | ^{187}W | 23,72 sa | 134,2 | 551,5 | $6,91 \times 10^{-3}$ |
| | | | | | | | | | | 618,3 | $8,65 \times 10^{-3}$ |
| | | | | | | | | | | 685,7 | $3,71 \times 10^{-2}$ |
| | | | | | | | | | | 772,9 | $5,61 \times 10^{-3}$ |
| Yb | ^{174}Yb | 31,83 | 63,4 | 29,2 | 0,46 | 602 | ^{175}Yb | 4,185 g | 282,5 | 3 | $1,46 \times 10^{-2}$ |
| | | | | | | | | | 396,3 | 6,5 | $3,12 \times 10^{-2}$ |
| Zn | ^{64}Zn | 48,6 | 0,728 | 1,39 | 1,908 | 2560 | ^{65}Zn | 244,3 g | 1115,5 | 50,7 | $5,72 \times 10^{-3}$ |
| | | | | | | | | | 724,2 | 44,1 | $8,90 \times 10^{-5}$ |
| Zr | ^{94}Zr | 17,28 | 0,051 | 0,271 | 5,31 | 6260 | ^{95}Zr | 64,02 g | 756,7 | 54,5 | $1,10 \times 10^{-4}$ |
| | ^{96}Zr | 2,76 | 0,0197 | 4,96 | 251,6 | 338 | $^{97}\text{Zr}/^{97\text{m}}\text{Nb}$ | 16,74 sa | 743,4 | 97,9 | $1,24 \times 10^{-5}$ |

4.3.1 Microsoft Excel programlarının oluşturulması

Bağıl ve k_0 standardizasyonu ile element belirlenmesi ve sonuçların kalite kontrolünün değerlendirilmesi için çeşitli MS Excel programları hazırlanmıştır. Hazırlanan programlar ile rutin çalışmalarda analizin, analistten bağımsız olarak aynı standartta daha hızlı yapılması ve veri girişinden kaynaklanabilecek hataların en aza indirilmesi amaçlanmıştır.

4.3.1.1 Bağıl standardizasyon MS Excel programları

Bağıl standardizasyon ile bir örneğin içeriğindeki element miktarının, ölçüm belirsizliğinin ve belirleme sınırının belirlenmesi için denklem 2.36 ve denklem 3.11'deki parametrelerin ve her bir parametrenin standart belirsizliklerinin bilinmesi gerekir. Bir elementin miktarının belirlenmesinde kullanılan gama ışını enerjisi, yarı ömrü ve bozunma sabiti parametreleri sabit parametrelerdir ve literatürden alınır. Bunun yanı sıra örnek hazırlamaya, ışınlamaya ve ölçüme bağlı deneysel parametreler her seferinde değişmektedir. Bu koşullar dikkate alınarak ilgilenilen elementler için element miktarının belirlenmesi, belirsizlik bütçesinin oluşturulması ve analizin kalite kontrolü için MS Excel programları hazırlanmıştır.

Element miktarlarının belirlenmesi için hazırlanan program (Şekil A.1), "Veri" ve "Element" olmak üzere iki tür sayfa içermektedir. "Veri" sayfası bütün elementlerin miktarlarının belirlenmesinde kullanılan ve elementten elemente değişmeyen parametreleri, referans malzemenin ve örneğin miktarlarını ve belirsizliklerini, örneğin kuru kütlelerini, ışınlama tarihini, referans malzemenin ve örneğin ölçüm tarihlerini ve sürelerini ve termal nötron akısındaki belirsizlikleri, içermektedir. Bu parametrelerin "Veri" sayfasına girilmesi, element sayfalarına parametrelerin otomatik olarak alınmasını sağlamaktadır. "Element" sayfalarına ise elementten elemente değişen parametrelerin, ilgilenilen radyonüklitin enerjisi, yarı ömrü, bozunma sabiti, referans malzemenin içeriğindeki element miktarı ve belirsizliği, ilgilenilen gama ışını enerjisindeki net fotopik sayımı, belirsizliği ve doğal fon sayımı, girilmesi gerekmektedir. İlgilenilen radyonüklitlerin enerjileri, yarı ömürleri ve bozunma sabitleri literatürden alınarak programa girilmiştir.

Diğer veriler her analiz için analist tarafından girilmelidir. Bütün verilerin girişi tamamlandıktan sonra programa önceden tanımlanmış olan formüller ile element miktarları, belirsizlikleri ve belirleme sınırları hesaplanmaktadır.

Belirsizlik bütçesi için hazırlanan programa (Şekil A.2), referans malzemenin ve örneğin miktarından, referans malzemenin içerdiği element miktarından, kuru kütleden, termal nötron akısından ve net fotopik sayımından kaynaklanan belirsizlikler girilmektedir. Böylece her bir element için belirsizlik bütçesi oluşturulur ve her bir parametrenin ölçüm belirsizliğine katkısı belirlenmiş olur.

Ölçümün kalite kontrolü için hazırlanan programa (Şekil A.3), örneğin sertifika değeri ve belirsizliği ile deneysel değeri ve belirsizliği girilmektedir. Bu değerlerin girilmesiyle E_n sayısı ve deneysel değerlerin sertifika değerine oranı programa önceden tanımlanmış olan formüller ile hesaplanmaktadır.

4.3.1.2 k_0 standardizasyonu MS Excel programları

k_0 standardizasyonunda element miktarları ve belirsizlikleri k_0 -IAEA ve Kayzero for Windows programları ile hesaplanmaktadır. Bu nedenle sadece ölçümün kalite kontrolü için (Şekil A.4) program hazırlanmıştır. Örneğin sertifika değeri ve belirsizliği ile deneysel değeri ve belirsizliğinin programa girilmesiyle E_n sayısı ve deneysel değerlerin sertifika değerine oranı, programa önceden tanımlanmış olan formüller ile hesaplanmaktadır.

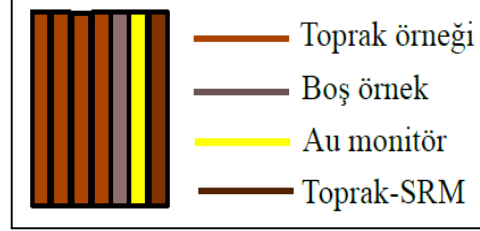
4.4 Işınlama

ITU TRIGA Mark II araştırma reaktöründe 13.03.2013 ve 19.07.2013 tarihlerinde 250 kW güç seviyesinde 6 saat ışınlama, 21.11.2014 tarihinde 207 kW güç seviyesinde 4 saat ışınlama yapılmıştır. Bütün deneylerde her türden tek örnekle çalışılmıştır.

4.4.1 13.03.2013 tarihli ışınlama

Bu ışınlama Çizelge 4.1'de bilgisi verilen YT-T1, YT-T2, YT-3, YT-T4 toprak örneklerinin element konsantrasyonlarının bağıl standardizasyon yöntemiyle belirlenmesi amacıyla yapılmıştır. Standart referans malzeme olarak NIST SRM

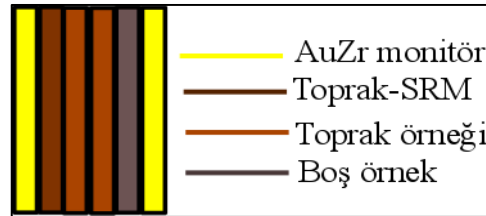
2702, akı monitörü olarak $AuCl_4H \cdot 3H_2O$ bileşiğinden filtre kâğıdına damlatılarak hazırlanan altın monitörler kullanılmıştır. Örnekler ve monitörler ışınlama tüpüne Şekil 4.4'deki sıralama ile yerleştirilmiştir.



Şekil 4.4 : 13.03.2013 ışınlamasında örneklerin ışınlama tüpündeki konumu.

4.4.2 19.07.2013 tarihli ışınlama

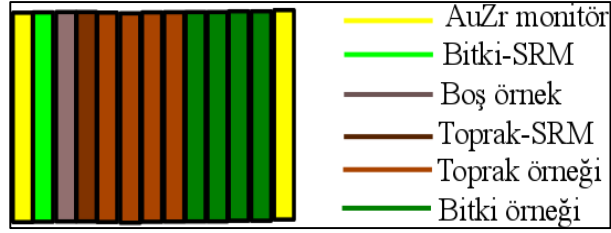
Bu ışınlama Çizelge 4.1'de bilgisi verilen YT-T3 ve YT-T5 toprak örneklerinin element konsantrasyonlarının bağıl ve k_0 standardizasyon yöntemleriyle belirlenmesi amacıyla yapılmıştır. Standart referans malzeme olarak NIST SRM 1633b, akı monitörü olarak Au ve Zr folyolardan oluşan monitör setleri (AuZr-1 ve AuZr-2) kullanılmıştır. Örnekler ve monitörler ışınlama tüpüne Şekil 4.5'deki sıralama ile yerleştirilmiştir.



Şekil 4.5 : 19.07.2013 ışınlamasında örneklerin ışınlama tüpündeki konumu.

4.4.3 21.11.2014 tarihli ışınlama

Bu ışınlama Çizelge 4.1'de bilgisi verilen YT-T1, YT-T2, YT-T3, YT-T4 toprak örneklerinin ve YT-B1, YT-B2, YT-B3, YT-B4 bitki örneklerinin element konsantrasyonlarının k_0 standardizasyon yöntemleriyle belirlenmesi amacıyla yapılmıştır. Yöntemin kalite kontrolü NIST SRM 2711 ve NIST SRM 1547 standart referans malzemeleri ile test edilmiştir. Akı monitörü olarak Au ve Zr folyolardan oluşan monitör setleri (AuZr-3 ve AuZr-4) kullanılmıştır. Örnekler ve monitörler ışınlama tüpüne Şekil 4.6'daki sıralama ile yerleştirilmiştir.

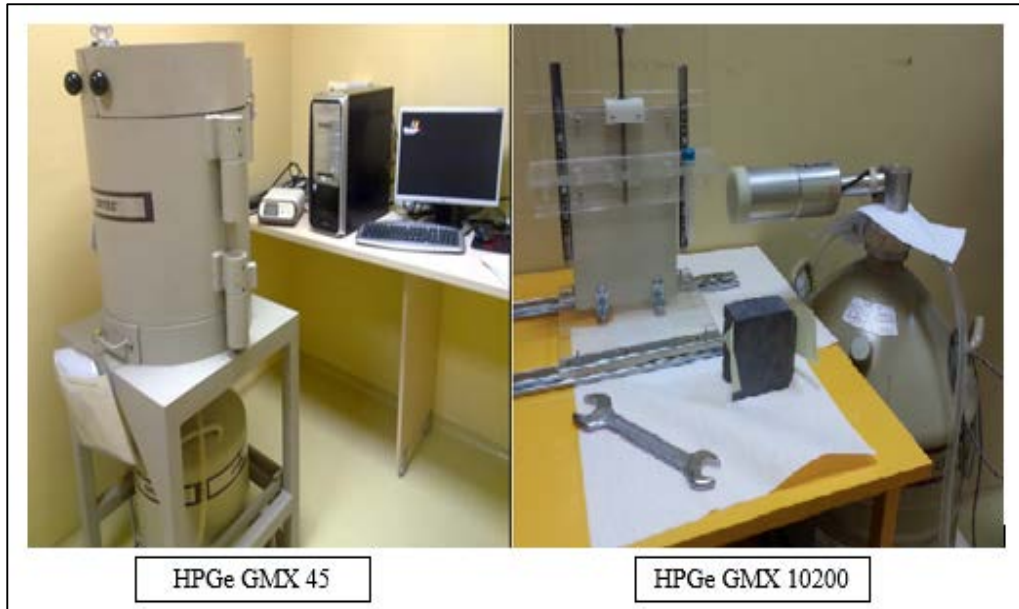


Şekil 4.6 : 21.11.2014 ışınlamasında örneklerin ışınlama tüpündeki konumu.

4.5 Gama Spektroskopisi Ölçüm Sistemi

4.5.1 HPGe dedektörler

Deneysel gamma ışını ölçümleri Düşük Seviyeli Radyoaktivite Ölçümleri Laboratuvarında (DSROL) bulunan GMX45 ve GMX10200 model yüksek saflıkta germanyum (HPGe) dedektörlerin kullanıldığı gama spektroskopisi sisteminde gerçekleştirilmiştir (Şekil 4.7). Gama spektroskopik ölçüm sistemi, dijital sinyal üreten entegre gama spektrometresi (DSPEC jr. 2.0), ORTEC Gamma Vision-32 spektrum analiz yazılımı ve bilgisayardan oluşmaktadır. Elektrik kesintilerinden etkilenmemesi için, sisteme kesintisiz güç kaynağı bağlanmıştır; laboratuvar ortam sıcaklığı klima sistemi ile sabit tutulmaktadır.



Şekil 4.7 : HPGe dedektörler.

4.5.1.1 GMX45 model HPGe dedektör

Dikey kriyostatlı, n-tipi, koaksiyel HPGe dedektörün kristali 61,5 mm çapında ve 71,1 mm uzunluğundadır. Dedektör soğurucu yüzeyinde 0,76 mm kalınlığında karbon fiber ve 0,3 µm kalınlığında aktif olmayan germanyum bulunmaktadır. Dedektör içi ince bakır tabakayla kaplı 10 cm kalınlığında kurşun zırh içine yerleştirilmiştir. Dedektörün performans özellikleri Çizelge 4.5’de verilmiştir.

Çizelge 4.5 : GMX45 HPGe dedektörün performans özellikleri.

| Özellik | Ölçülen değer | Darbe şekillendirme zamanı (µs) |
|--|---------------|---------------------------------|
| Enerji ayırma gücü (FWHM), 1,33 MeV ⁶⁰ Co | 1,84 keV | 6 |
| Pik-Compton oranı, 1,33 MeV ⁶⁰ Co | 66:1 | 6 |
| Bağıl verim, 1,33 MeV ⁶⁰ Co | % 45,7 | 6 |

4.5.1.2 GMX10200 model HPGe dedektör

Yatay kriyostatlı, n-tipi, koaksiyel HPGe dedektörün kristali 47,5 mm çapında ve 46,2 mm uzunluğundadır. Dedektör soğurucu yüzeyinde 0,5 mm kalınlığında berilyum ve 0,3 µm kalınlığında aktif olmayan germanyum bulunmaktadır. Dedektör kurşun bloklarla zırhlanmıştır. Dedektörün performans özellikleri Çizelge 4.6’da verilmiştir.

Çizelge 4.6 : GMX10200 HPGe dedektörün performans özellikleri.

| Özellik | Ölçülen değer | Darbe şekillendirme zamanı (µs) |
|--|---------------|---------------------------------|
| Enerji ayırma gücü (FWHM), 1,33 MeV ⁶⁰ Co | 1,74 keV | 6 |
| Pik-Compton oranı, 1,33 MeV ⁶⁰ Co | 46,2:1 | 6 |
| Bağıl verim, 1,33 MeV ⁶⁰ Co | % 14,4 | 6 |

4.5.2 Kalibrasyon kaynakları

Dedektörlerin enerji, verim ve Pik/Toplam oranı kalibrasyonlarında ²⁴¹Am, ¹³³Ba, ⁵⁷Co, ⁶⁰Co, ¹³⁷Cs, ¹⁵²Eu, ²⁰³Hg, ⁸⁸Y ve ⁶⁵Zn sertifikalı nokta kaynakları kullanılmıştır. Kaynakların özellikleri ve kullanılan gama ışını enerjileri Çizelge 4.7’de verilmiştir.

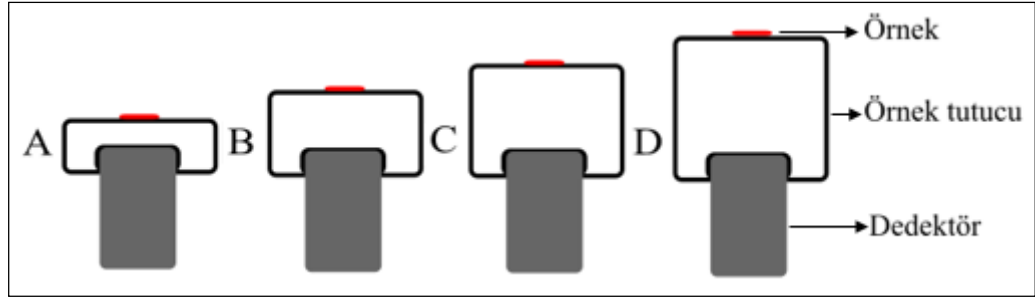
Çizelge 4.7 : Kalibrasyon kaynaklarının nükleer özellikleri (Url-6).

| Kaynak | Üretici | Referans tarihi | Aktivite (Bq) | Bileşik belirsizlik (%) | E (keV) | γ (%) |
|-------------------|----------|-----------------|---------------|-------------------------|---------|--------------|
| ²⁴¹ Am | CMI | 30.06.2014 | 16620 | 0,4 | 59,5 | 35,9 |
| | | | | | 53,2 | 2,14 |
| | | | | | 81,0 | 32,9 |
| ¹³³ Ba | CMI | 30.06.2014 | 3418 | 0,6 | 276,4 | 7,16 |
| | | | | | 302,9 | 18,34 |
| | | | | | 356,0 | 62,05 |
| | | | | | 383,9 | 8,94 |
| ⁵⁷ Co | CMI | 30.06.2014 | 6666 | 0,4 | 122,1 | 85,60 |
| | | | | | 136,5 | 10,68 |
| ⁶⁰ Co | CMI | 30.06.2014 | 10750 | 0,4 | 1173,2 | 99,85 |
| | | | | | 1332,5 | 99,9826 |
| ¹³⁷ Cs | CMI | 30.06.2014 | 17580 | 0,8 | 661,7 | 85,10 |
| ¹³⁷ Cs | Canberra | 15.11.2006 | 33000 | 5 | | |
| ¹⁵² Eu | CMI | 30.06.2014 | 35350 | 0,6 | 121,8 | 28,53 |
| | | | | | 244,7 | 7,55 |
| | | | | | 344,3 | 26,59 |
| | | | | | 411,1 | 2,237 |
| | | | | | 443,9 | 2,827 |
| ¹⁵² Eu | Canberra | 01.12.2006 | 40810 | 5 | 867,4 | 4,23 |
| | | | | | 964,1 | 14,51 |
| | | | | | 1085,8 | 10,11 |
| | | | | | 1112,1 | 13,67 |
| | | | | | 1408,0 | 20,87 |
| ²⁰³ Hg | CMI | 30.06.2014 | 8177 | 2,1 | 279,2 | 81,56 |
| ⁸⁸ Y | CMI | 30.06.2014 | 8127 | 1,0 | 898,0 | 93,7 |
| | | | | | 1836,1 | 99,2 |
| ⁶⁵ Zn | CMI | 30.06.2014 | 40650 | 0,6 | 1115,5 | 50,04 |

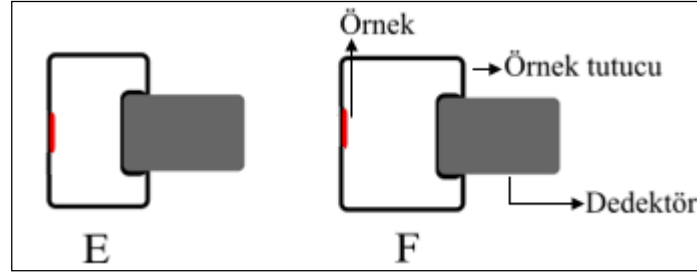
4.5.3 Gama ışını spektrumları ölçüm koşulları

4.5.3.1 k_0 standardizasyonu ölçüm geometrileri

k_0 standardizasyonu belirli örnek-dedektör geometrilerinde ölçüm yapmayı gerektirir. Bu çalışmada k_0 standardizasyonunda GMX45 HPGe dikey dedektör için dört adet ölçüm geometrisi, GMX10200 HPGe yatay dedektör için ise iki adet ölçüm geometrisi belirlenmiştir (Şekil 4.8-4.9).



Şekil 4.8 : GMX45 HPGe dedektör ölçüm geometrileri.



Şekil 4.9 : GMX10200 HPGe dedektör ölçüm geometrileri.

k_0 standardizasyonunda önceden belirlenmiş bir referans geometride dedektörün verim kalibrasyonu ve bütün ölçüm geometrilerinde pik/toplam kalibrasyonları yapılmalıdır (Çizelge 4.8-4.9).

Çizelge 4.8 : GMX45 HPGe dedektör k_0 standardizasyonu ölçüm geometrileri.

| Geometri | Örnek-dedektör mesafesi (mm) |
|----------|------------------------------|
| A | 32 |
| B | 87 |
| C | 135 |
| D | 190 |

Çizelge 4.9 : GMX10200 HPGe dedektör k_0 standardizasyonu ölçüm geometrileri.

| Geometri | Örnek-dedektör mesafesi (mm) |
|----------|------------------------------|
| E | 100 |
| F | 150 |

4.5.3.2 Bağlı standardizasyon ölçüm geometrileri

Bağlı standardizasyon örnek ve SRM'lerin aynı örnek-dedektör geometrisinde ölçülmesini gerektirir. Bu çalışmada GMX10200 HPGe dedektör ile yapılan bağlı standardizasyonda Çizelge 4.9'da verilen ölçüm geometrilerine ek olarak Şekil 4.6'daki gibi aynı geometride fakat farklı örnek-dedektör mesafesinde iki adet ölçüm geometrisi daha belirlenmiştir (Çizelge 4.10).

Çizelge 4.10 : Bağlı standardizasyonda kullanılan ölçüm geometrileri.

| Geometri | Örnek-dedektör mesafesi (mm) |
|----------|------------------------------|
| G | 80 |
| H | 160 |

4.5.3.3 Örneklerin gama ışını spektrumlarının ölçülmesi

13.03.2013, 19.07.2013 ve 21.11.2014 tarihinde ışınlanan örnekler farklı bozunma sürelerinden sonra sistemin ölü zamanı <%10 olacak şekilde belirlenen örnek-dedektör mesafelerinde ölçülmüştür (Çizelge 4.11).

Çizelge 4.11 : Örneklerin ölçüm koşulları.

| Işınlama tarihi | Ölçüm geometrisi | t _d (g) | t _m (s) |
|-----------------|------------------|--------------------|--------------------|
| 13.03.2013 | H | 6 | 1000 |
| | G | 19-20 | 3600 |
| 19.07.2013 | F | 5 | 1500-3600 |
| | E | 7 | 1500-2500 |
| 21.11.2014 | A, B ve C | 4-5 | 5400 |
| | A | 31-40 | 28800 |

5. DENEY SONUÇLARI VE İRDELEMELERİ

Bu bölümde, İTU TRIGA Mark II araştırma reaktöründe INAA bağıl ve k_0 standardizasyonu sonuçları ve öneriler yer almaktadır.

Bağıl standardizasyon 13.03.2013 ve 19.07.2013 tarihli ışınlamalarda, k_0 standardizasyonu ise 19.07.2013 ve 21.11.2014 tarihli ışınlamalarda uygulanmıştır.

19.07.2013 ışınlaması bağıl ve k_0 -IAEA (versiyon 7.16) programı ile yapılan k_0 standardizasyonu hesaplamalarında, 21.11.2014 ışınlaması k_0 standardizasyonunda k_0 -IAEA (versiyon 7.16) ve Kayzero for Windows (versiyon 3.05) programları ile yapılan hesaplamalarda her örnek için aynı spektrum analiz raporu kullanılmıştır. Böylece spektrum değerlendirmesinden kaynaklanabilecek farklılıkların analiz sonuçlarına etkisi önlenmiştir.

Ölçülen element konsantrasyonları kuru kütle bazında, element konsantrasyonlarının bileşik belirsizlikleri ise %95 güven seviyesinde ($k=2$) verilmiştir. Belirsizlikleri ile verilen ölçülen değerlerin rapor edilmesinde EK B'de verilen sayı yuvarlama kuralı uygulanmıştır (Url-7).

5.1 Bağıl Standardizasyon Sonuçları

13.03.2013 ve 19.07.2013 tarihli ışınlamalar ve GMX10200 HPGe dedektör ile yapılan ölçümler sonucu toprak örneklerinde elde edilen deney sonuçları aşağıda verilmiştir.

5.1.1 13.03.2013 tarihli ışınlama sonuçları

YT-T1, YT-T2, YT-T3, YT-T4 örneklerinde As, Ce, Co, Cr, Fe, K, La, Na, Sb, Sc ve Th elementleri incelenmiştir (Çizelge 5.1). Uygulanan bağıl standardizasyon yönteminin kalite kontrol testi ölçülen değerlerin sertifika değerine oranının ve E_n sayısının hesaplanması ile yapılmıştır (Şekil 5.1). Canberra Genie 2000 yazılımı ile analiz edilen örnek spektrum ve analiz raporu Şekil C.1 ve C.2'de görülebilir.

Çizelge 5.1 : 13.03.2013 tarihli ışınlama için bağıl standardizasyon sonuçları.

| Element (mg·kg ⁻¹) | YT-T1 | | | YT-T2 | | | YT-T3 | | | YT-T4 | | |
|-----------------------------------|------------------|-----------------------|------|------------------|-----------------------|------|------------------|-----------------------|------|------------------|-----------------------|-------|
| | Verilen değer | $x_{lab} \pm U_{lab}$ | LOD | Verilen değer | $x_{lab} \pm U_{lab}$ | LOD | Verilen değer | $x_{lab} \pm U_{lab}$ | LOD | Verilen değer | $x_{lab} \pm U_{lab}$ | LOD |
| As | 17,42±3,28 | 16,8±1,5 | 1,7 | 1,718±0,454 | - | 1,8 | 5,567±1,558 | 4,7±0,6 | 1,2 | 9,707±2,070 | 8,9±0,9 | 1,8 |
| Ce | 73,96±16,82 | 67±16 | 15 | 8,643±4,088 | - | 16 | 16,07±4,86 | 12,9±4,5 | 11 | 67,24±13,70 | 69±35 | 15 |
| Co | 14,78±2,00 | 13±5 | 8 | 0,9092±0,3152 | - | 9 | 1,12±0,38 | - | 2,9 | 8,763±1,608 | - | 9 |
| Cr | 98,3±18,1 | 124±24 | 27 | 36,06±13,12 | - | 42 | 45,69±14,98 | - | 55 | 79,91±15,32 | - | 90 |
| Fe | 33470±3220 | 39000±6000 | 4000 | 2541±608 | - | 4500 | 3972±836 | - | 5000 | 19380±2060 | - | 25000 |
| K | 19409±1938 | 27000±7000 | 8000 | 6382±662 | 8300±2700 | 4700 | 8848±1146 | 8700±2600 | 6000 | 15895±1756 | 18000±13000 | 9000 |
| La | 37,74±4,34 | 40,7±3,8 | 0,7 | 4,468±1,546 | 4,7±0,5 | 0,48 | 8,381±2,372 | 7,7±1,4 | 0,6 | 32,2±4,10 | 34,3±3,3 | 0,8 |
| Na | 6315±698 | 6190±350 | 60 | 2262±612 | 2810±180 | 32 | 3710±638 | 3810±230 | 35 | 6985±704 | 6930±380 | 60 |
| Sb | 1,171±0,190 | 1,30±0,16 | 0,29 | 0,3165±0,1104 | 0,38±0,10 | 0,19 | 0,6205±0,3272 | 0,67±0,10 | 0,22 | 0,8888±0,2636 | 0,95±0,12 | 0,30 |
| Sc | 11,57±1,36 | 12,2±0,9 | 0,6 | 0,8660±0,3386 | 1,18±0,09 | 0,32 | 1,493±0,232 | 1,89±0,41 | 0,40 | 7,139±1,144 | 8,3±0,7 | 0,6 |
| Th | 11,4±2,4 | 12,8±1,7 | 1,8 | 1,34±0,638 | - | 1,5 | 2,639±0,988 | 2,4±1,7 | 1,2 | 9,614±2,156 | 11,3±2,5 | 1,6 |

As için belirleme sınırı 1,2-1,8 mg·kg⁻¹, element konsantrasyonundaki belirsizlik %9-%13 aralığındadır. YT-T2 değeri, verilen belirleme sınırından düşüktür. Diğer örneklerin verilen ve ölçülen değerleri uyumludur ($E_n \leq 1$).

Ce için belirleme sınırı 11-15 mg·kg⁻¹, element konsantrasyonundaki belirsizlik %24-%51 aralığındadır. YT-T2 değeri, verilen belirleme sınırından düşüktür. Diğer örneklerin verilen ve ölçülen değerleri uyumludur ($E_n \leq 1$).

Co için belirleme sınırı 2,9-9 mg·kg⁻¹ aralığındadır. YT-T2, YT-T3, YT-T4 değerleri, verilen belirleme sınırlarından düşüktür. YT-T1 için element konsantrasyonundaki belirsizlik %38 olarak ölçülmüştür, verilen ve ölçülen değer uyumludur ($E_n \leq 1$).

Cr için belirleme sınırı 27-90 mg·kg⁻¹ aralığındadır. YT-T2, YT-T3, YT-T4 değerleri, verilen belirleme sınırlarından düşüktür. YT-T1 element konsantrasyonundaki belirsizlik %19 olarak ölçülmüştür, verilen ve ölçülen değer uyumludur ($E_n \leq 1$).

Fe için belirleme sınırı 4000-25000 mg·kg⁻¹ aralığındadır. YT-T2, YT-T3, YT-T4 değerleri verilen belirleme sınırından düşüktür. YT-T1 element konsantrasyonundaki belirsizlik %15 olarak ölçülmüştür ve verilen ve ölçülen değer uyumludur ($E_n \leq 1$).

K için belirleme sınırı 4700-9000 mg·kg⁻¹, element konsantrasyonundaki belirsizlik %26-%72 aralığındadır. Örneklerin verilen ve ölçülen değerleri uyumludur ($E_n \leq 1$).

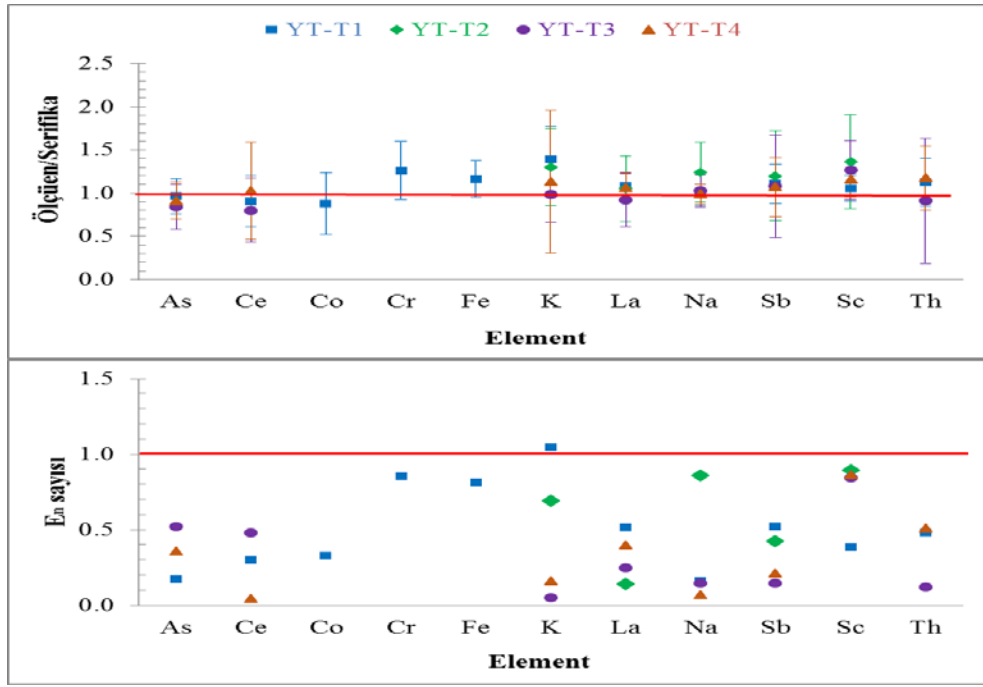
La için belirleme sınırı 0,48-0,8 mg·kg⁻¹, element konsantrasyonundaki belirsizlik %9-%18 aralığındadır. Örneklerin verilen ve ölçülen değerleri uyumludur ($E_n \leq 1$).

Na için belirleme sınırı 32-60 mg·kg⁻¹, element konsantrasyonundaki belirsizlik %5-%6 aralığındadır. Örneklerin verilen ve ölçülen değerleri uyumludur ($E_n \leq 1$).

Sb için belirleme sınırı 0,19-0,30 mg·kg⁻¹, element konsantrasyonundaki belirsizlik %12-%26 aralığındadır. Örneklerin verilen ve ölçülen değerleri uyumludur ($E_n \leq 1$).

Sc için belirleme sınırı 0,30-0,6 mg·kg⁻¹, element konsantrasyonundaki belirsizlik %7-%22 aralığındadır. Örneklerin verilen ve ölçülen değerleri uyumludur ($E_n \leq 1$).

Th için belirleme sınırı 1,2-1,8 mg·kg⁻¹ aralığında, element konsantrasyonundaki belirsizlik %13-%71 aralığındadır. YT-T2 değeri, verilen belirleme sınırından düşüktür. Diğer örneklerin verilen ve ölçülen değerleri uyumludur ($E_n \leq 1$).



Şekil 5.1 : 13.03.2013 tarihli ışınlamanın bağıl standardizasyon kalite kontrol testi.

5.1.2 19.07.2013 tarihli ışınlama sonuçları

YT-T3 ve YT-T5 örneklerinde As, Ce, Co, Cr, Cs, Fe, K, La, Na, Rb, Sb, Sc, Th, U ve Zn elementleri incelenmiştir (Çizelge 5.2). Uygulanan bağıl standardizasyon yönteminin kalite kontrol testi ölçülen değerlerin sertifika değerine oranının ve E_n sayısının hesaplanması ile yapılmıştır (Şekil 5.2).

Çizelge 5.2 : 19.07.2013 tarihli ışınlama için bağıl standardizasyon sonuçları.

| Element (mg·kg ⁻¹) | YT-T3 | | | YT-T5 | | |
|-----------------------------------|------------------|-----------------------|------|------------------|-----------------------|------|
| | Verilen değer | $x_{lab} \pm u_{lab}$ | LOD | Verilen değer | $x_{lab} \pm u_{lab}$ | LOD |
| As | 5,567±1,558 | 6,1±0,6 | 0,8 | 4,329±1,782 | 5,4±0,6 | 1,2 |
| Ce | 16,07±4,86 | 19,6±2,6 | 3,2 | 130,7±25,8 | 134±17 | 4,5 |
| Co | 1,12±0,38 | - | 3,3 | 28,81±4,40 | 29±6 | 6 |
| Cr | 45,69±14,98 | 57,0±4,5 | 7 | 113,8±17,2 | 128±10 | 8 |
| Cs | 1,343±0,286 | 1,5±0,5 | 0,8 | 7,373±1,398 | 7,4±1,4 | 1,3 |
| Fe | 3972±836 | - | 4500 | 60070±7240 | 62500±2900 | 1200 |
| K | 8848±1146 | 8300±1500 | 1100 | 19429±2398 | 18200±4100 | 1600 |
| La | 8,381±2,372 | 11,1±1,3 | 0,29 | 61,27±13,82 | 66±7 | 0,38 |
| Na | 3710±638 | 2820±90 | 7 | 4593±752 | 3450±110 | 11 |
| Rb | 37,23±5,74 | 36±10 | 22 | 200,0±27,2 | 207±33 | 26 |
| Sb | 0,6205±0,3272 | 0,94±0,13 | 0,10 | 0,5807±0,2704 | 0,76±0,10 | 0,14 |
| Sc | 1,493±0,232 | 1,71±0,15 | 0,11 | 19,20±4,36 | 20,7±1,5 | 0,16 |
| Th | 2,639±0,988 | 2,5±0,7 | 0,41 | 18,66±5,40 | 20,0±1,7 | 0,6 |
| U | 1,056±0,220 | - | 1,5 | 4,178±1,614 | 4,8±0,5 | 0,37 |
| Zn | 30,33±6,60 | - | 34 | 110,0±20,4 | 115±21 | 41 |

As için belirleme sınırı 0,8-1,2 mg·kg⁻¹, element konsantrasyonundaki belirsizlik %10-%11 aralığındadır. Verilen ve ölçülen değerler uyumludur ($E_n \leq 1$).

Ce için belirleme sınırı 3,2-4,5 mg·kg⁻¹ aralığında, element konsantrasyonundaki belirsizlik %13'tür. Verilen ve ölçülen değerler uyumludur ($E_n \leq 1$).

Co için belirleme sınırı 3,3-6 mg·kg⁻¹ aralığındadır. YT-T3 değeri belirleme sınırından düşüktür. YT-T5 için element konsantrasyonundaki belirsizlik %21 olarak ölçülmüştür, verilen ve ölçülen değer uyumludur ($E_n \leq 1$).

Cr için belirleme sınırı 7-8 mg·kg⁻¹ aralığındadır, element konsantrasyonundaki belirsizlik %8'dir, verilen ve ölçülen değerler uyumludur ($E_n \leq 1$).

Cs için belirleme sınırı 0,8-1,3 mg·kg⁻¹, element konsantrasyonundaki belirsizlik %19-%33 aralığındadır. Verilen ve ölçülen değerler uyumludur ($E_n \leq 1$).

Fe için belirleme sınırı 1200-4500 mg·kg⁻¹ aralığındadır. YT-T3 değeri belirleme sınırından düşüktür. YT-T5 element konsantrasyonundaki belirsizlik %5 olarak ölçülmüştür, verilen ve ölçülen değeri uyumludur ($E_n \leq 1$).

K için belirleme sınırı 1100-1600 mg·kg⁻¹, element konsantrasyonundaki belirsizlik %18-%23 aralığındadır, verilen ve ölçülen değerler uyumludur ($E_n \leq 1$).

La için belirleme sınırı 0,29-0,38 mg·kg⁻¹, element konsantrasyonundaki belirsizlik %11-%12 aralığındadır, verilen ve ölçülen değerler uyumludur ($E_n \leq 1$).

Na için belirleme sınırı 7-11 mg·kg⁻¹ aralığındadır, element konsantrasyonundaki belirsizlik %3'tür. Verilen ve ölçülen değerlerde uyumsuzluk gözlenmiştir ($E_n \leq 1$).

Rb için belirleme sınırı 22-26 mg·kg⁻¹, element konsantrasyonundaki belirsizlik %16-%28 aralığındadır. Verilen ve ölçülen değerler uyumludur ($E_n \leq 1$).

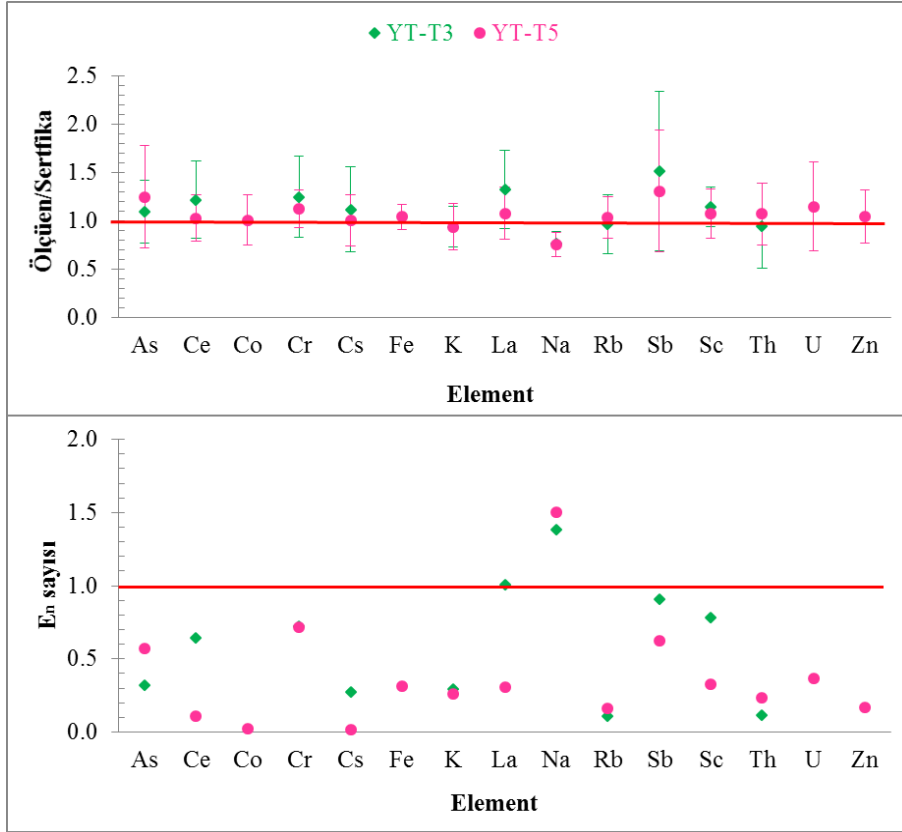
Sb için belirleme sınırı 0,10-0,14 mg·kg⁻¹, element konsantrasyonundaki belirsizlik %13-%14 aralığındadır. Verilen ve ölçülen değerler uyumludur ($E_n \leq 1$).

Sc için belirleme sınırı 0,11-0,16 mg·kg⁻¹, element konsantrasyonundaki belirsizlik %7-%9 aralığındadır. Verilen ve ölçülen değerler uyumludur ($E_n \leq 1$).

Th için belirleme sınırı 0,41-0,6 mg·kg⁻¹, element konsantrasyonundaki belirsizlik %9-%28 aralığındadır. Verilen ve ölçülen değerler uyumludur ($E_n \leq 1$).

U için belirleme sınırı 0,37-1,5 mg·kg⁻¹ aralığındadır. YT-T3 değeri belirleme sınırından düşüktür. YT-T5 için verilen ve ölçülen değer uyumludur ($E_n \leq 1$).

Zn için belirleme sınırı 34-41 mg·kg⁻¹ aralığındadır. YT-T3 değeri belirleme sınırından düşüktür. YT-T5 için verilen ve ölçülen değer uyumludur ($E_n \leq 1$).



Şekil 5.2 : 19.07.2013 tarihli ışınlamanın bağıl standardizasyon kalite kontrol testi.

5.1.3 Bağıl standardizasyonda ölçüm belirsizliğinin değerlendirilmesi

Uygulanan bağıl standardizasyon yönteminde element konsantrasyonunun belirsizliği örnek ve standart (SRM) miktarı, örneğin nem kapması sonucu örnek miktarındaki değişim, standartın element içeriği, ışınlama geometrisindeki farklılıklar ve sayım istatistiği bileşenlerinin belirsizlikleri kullanılarak denklem 3.1 ile hesaplanmıştır (Çizelge 5.3).

As, Cr, Fe, La, Na, Rb, Sb, Sc, U ve Zn için element konsantrasyonlarındaki belirsizlik %30'dan düşük hesaplanmıştır. En düşük belirsizliğe sahip element Na'dur.

Ce, Co, Cs, K ve Th için element konsantrasyonlarındaki belirsizlik %30'dan büyük hesaplanmıştır. K ve Th için toplam belirsizlik %71-%72 aralığına kadar çıkmıştır.

Yüksek belirsizlik değerleri özellikle belirleme sınırına yakın element konsantrasyonuna sahip örneklerde gözlenmiştir.

Çizelge 5.3'de verilen belirsizlik bütçesinden görülebileceği gibi toplam belirsizliğe en yüksek katkı sayım istatistiğinden gelmektedir. Diğer bileşenlerden gelen belirsizlik katkıları değiştirilemeyeceğinden, ölçüm sonucunun belirsizliğini düşürmek için sayım istatistiğinin iyileştirilmesinin gerektiği açıkça görülmektedir.

Sayım istatistiğinin iyileştirilmesi örnek-dedektör mesafesinin azaltılması ve/veya gama ışını spektrumlarının ölçüm sürelerinin arttırılmasıyla sağlanabilir. Örnek-dedektör mesafesinin azaltılması ölü zamanı arttıracaktır. %10'dan yüksek ölü zaman değeri darbe yığılması ve koincidans etkilerini arttıracığından hatalı fotopik analizine ve dolayısıyla element konsantrasyonunun hatalı belirlenmesine neden olacaktır. Bu nedenle sayım istatistiğinin iyileştirilmesi için ölçüm süresinin arttırılması tek çözüm olarak görünmektedir. Ancak bu durumda da rutin analizde çok sayıda örneğin art arda analiz edilmesi gerektiğinde ölçüm süresi kısıtlayıcı bir faktör olacaktır. Özellikle As, K, La ve Na gibi elementler kısa yarı ömürlü radyonüklitlerden belirlendiğinden, ölçüm sürelerinin arttırılmasıyla son ölçülen örneklerde yarı ömre bağlı olarak radyonüklitlerin aktivitesi azalacağından veri kaybı yaşanacak ve ilgili elementler belirlenemeyecektir.

Çizelge 5.3 : Bağıl standardizasyon belirsizlik bütçesi.

| Aşama | Belirsizlik Bileşeni | Belirsizlik Aralığı (%) | | | | | | | | | | | | | | |
|----------------------------|---|-------------------------|--------|--------|---------|--------|--------|---------|--------|---------|--------|--------|--------|---------|---------|--------|
| | | As | Ce | Co | Cr | Cs | Fe | K | La | Na | Rb | Sb | Sc | Th | U | Zn |
| Örnek hazırlama u_1 | Örnek miktarının belirlenmesi u_{1a} | | | | | | | | 0,02 | | | | | | | |
| | Standart miktarının belirlenmesi u_{1b} | | | | | | | | 0,02 | | | | | | | |
| | Örneğin nem kapması sonucu miktardaki değişim u_{1c} | | | | | | | | 0,02 | | | | | | | |
| | Standartın element içeriği u_{1d} | 1,9-4,0 | 4,7-10 | 2,1-10 | 2,4-6,3 | 10 | 3,0 | 1,5-3,5 | 5,7-10 | 1,5-2,9 | 10 | 4,3-10 | 4,2-10 | 4,7-5,1 | 4,1 | 10 |
| Işınlama u_2 | | | | | | | | | 0,5 | | | | | | | |
| Gama-ışını ölçümü u_3 | Sayım istatistiği u_{3a} | 2,0-12 | 5,0-45 | 20-34 | 4,9-15 | 6,1-31 | 3,3-15 | 16-68 | 1,9-17 | 1,0-4,7 | 5,7-25 | 3,2-25 | 1,5-22 | 4,3-71 | 3,6-9,7 | 9,8-12 |
| Toplam | | 9-13 | 13-51 | 21-38 | 8-19 | 19-33 | 5-15 | 18-72 | 9-18 | 3-6 | 16-28 | 12-26 | 7-22 | 9-71 | 10 | 18 |

5.2 k_0 Standardizasyonu Sonuçları

19.07.2013 tarihli ışınlama ve GMX10200 HPGe dedektör ile yapılan ölçümler sonucu toprak örneklerinde k_0 -IAEA ile elde edilen deney sonuçları ve 21.11.2014 tarihli ışınlama ve GMX45 HPGe dedektör yapılan ölçümler sonucu toprak ve bitki örneklerinde k_0 -IAEA ve Kayzero for Windows programları ile elde edilen deney sonuçları verilmiştir.

5.2.1 Dedektör kalibrasyonu sonuçları

5.2.1.1 GMX10200 HPGe dedektör kalibrasyonları

k_0 standardizasyonu için gerekli olan GMX10200 HPGe dedektör kalibrasyonları k_0 -IAEA programı ile yapılmıştır.

Pik-şekil kalibrasyonu

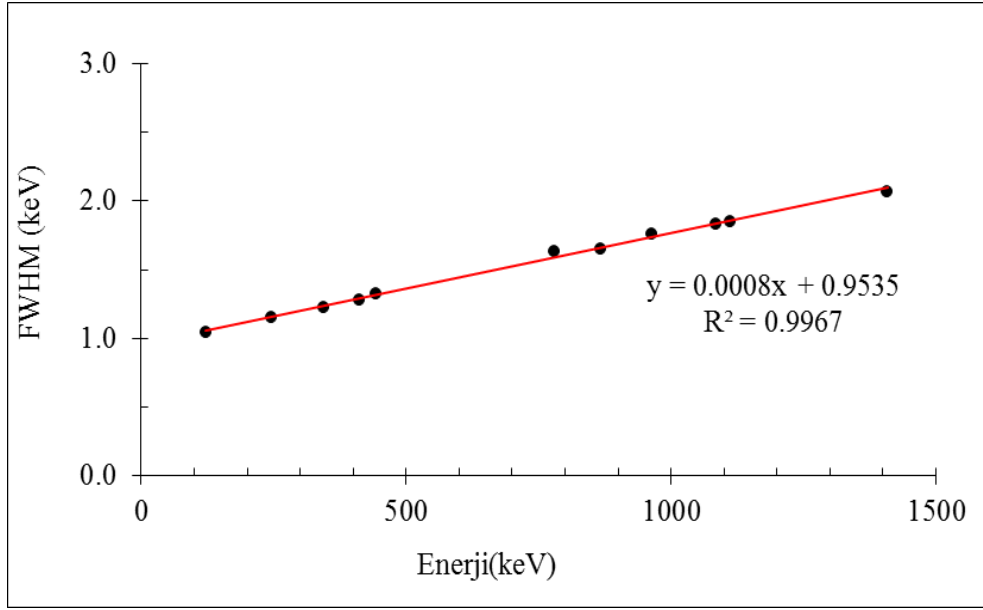
Çizelge 4.6'da nükleer özellikleri verilen sertifikalı ^{152}Eu (Canberra) nokta kaynağı referans ölçüm geometrisi olan E geometrisinde GMX10200 HPGe dedektör ile ölçülmüştür ve elde edilen spektrum k_0 -IAEA programı ile analiz edilerek pik-şekil kalibrasyonu yapılmıştır (Çizelge 5.4).

Çizelge 5.4 : GMX10200 HPGe dedektörü ölçülen FWHM değerleri.

| Nüklit | E (keV) | FWHM (keV) |
|-------------------|---------|------------|
| ^{152}Eu | 121,8 | 1,04 |
| ^{152}Eu | 244,7 | 1,15 |
| ^{152}Eu | 344,3 | 1,22 |
| ^{152}Eu | 411,1 | 1,28 |
| ^{152}Eu | 444,0 | 1,32 |
| ^{152}Eu | 778,9 | 1,63 |
| ^{152}Eu | 867,4 | 1,65 |
| ^{152}Eu | 964,1 | 1,76 |
| ^{152}Eu | 1112,0 | 1,83 |
| ^{152}Eu | 1408,0 | 2,07 |

Yüksek enerji bölgesinde (>1000 keV) ölçülen FWHM değerleri dedektörün sertifikasında 1,33 MeV'de rapor edilen (Çizelge 4.5) FWHM değerinden biraz daha yüksektir. Buradan anlaşılacağı gibi yüksek enerji bölgesinde dedektörün enerji ayırma gücünde bozulma gözlenmiştir. Buna rağmen kalibrasyon eğrisinin R^2

değerinin 1'e yakın çıkması dedektörün enerji kalibrasyonunun doğrulukla yapıldığını göstermektedir.



Şekil 5.3 : GMX10200 HPGe dedektör pik-şekil kalibrasyonu.

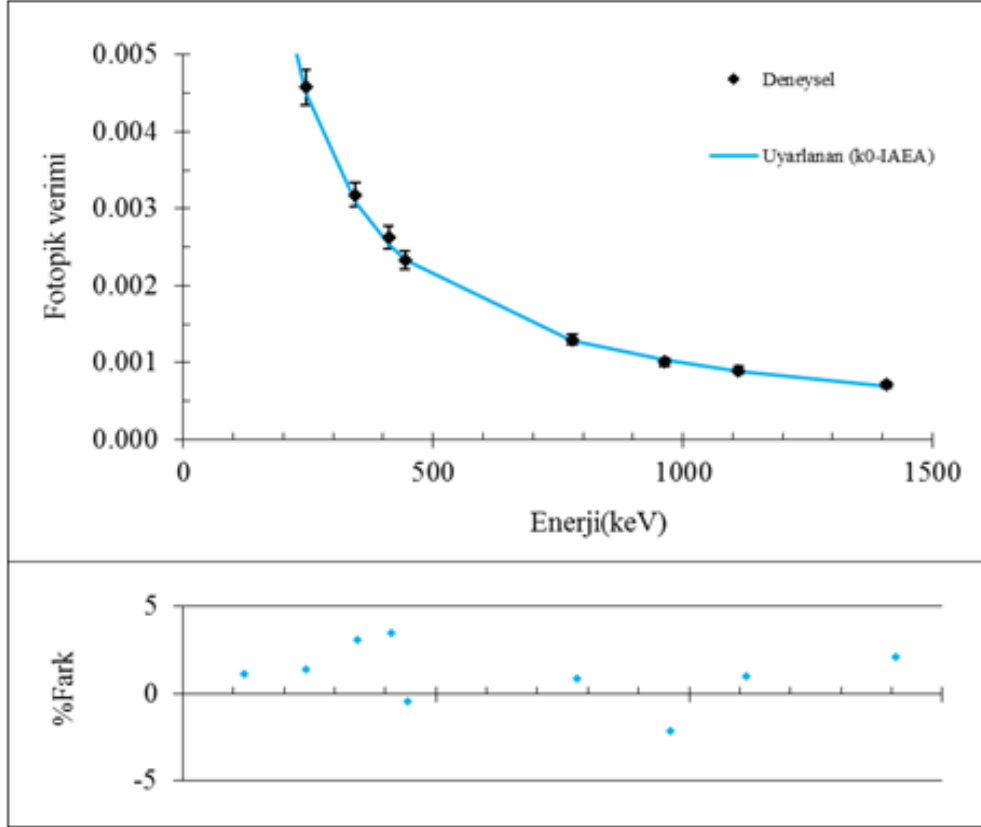
Verim kalibrasyonu

Çizelge 4.6'da nükleer özellikleri verilen sertifikalı ¹⁵²Eu (Canberra) nokta kaynağı kullanılarak GMX10200 HPGe dedektörün verim kalibrasyonu yapılmıştır. Referans ölçüm geometrisi olan E geometrisinde gerçekleştirilen ölçümden elde edilen spektrum *k₀*-IAEA programı ile analiz edilerek ilgili enerjilerde deneysel verim değerleri belirlenmiştir (Çizelge 5.5).

Çizelge 5.5 : GMX10200 HPGe dedektörü referans geometrideki verim değerleri ve belirsizlikleri (k=1).

| Nüklit | E (keV) | Deneysel fotopik verimi ($\epsilon \pm u(\epsilon)$) $\times 10^{-3}$ |
|-------------------|---------|--|
| ¹⁵² Eu | 121,8 | 8,01 \pm 0,40 |
| | 244,7 | 4,58 \pm 0,23 |
| | 344,3 | 3,18 \pm 0,16 |
| | 411,1 | 2,63 \pm 0,15 |
| | 444,0 | 2,33 \pm 0,11 |
| | 778,9 | 1,30 \pm 0,07 |
| | 964,1 | 1,01 \pm 0,05 |
| | 1112,0 | 0,90 \pm 0,05 |
| | 1408,0 | 0,712 \pm 0,038 |

k_0 -IAEA programında deneysel verim değerlerinin enerjiye bağlı eğrisi çizilerek verim kalibrasyonu yapılmıştır (Şekil 5.4). Deneysel değerler ve uyarlanan değerler arasındaki farkın %5'den düşük hesaplanması, verim kalibrasyonunun yüksek doğrulukla yapıldığını göstermektedir.



Şekil 5.4 : GMX10200 HPGe dedektör verim kalibrasyonu.

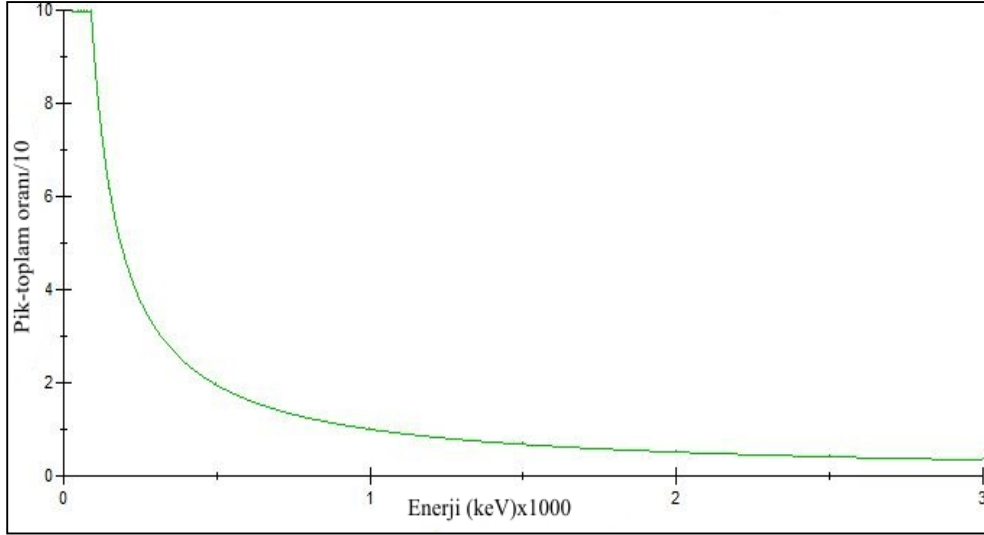
Pik/Toplam oranı kalibrasyonu

Çizelge 4.6'da nükleer özellikleri verilen sertifikalı ^{137}Cs (Canberra) nokta kaynağı referans ölçüm geometrisi olan E geometrisinde GMX10200 HPGe dedektör ile ölçülmüştür ve elde edilen spektrum k_0 -IAEA programı ile analiz edilerek P/T kalibrasyonu yapılmıştır (Çizelge 5.6).

Çizelge 5.6 : GMX10200 HPGe dedektörü referans geometrideki P/T değeri ve belirsizliği (k=1).

| Nüklit | E (keV) | Deneysel Pik/Toplam oranı P/T \pm u(P/T) |
|-------------------|---------|---|
| ^{137}Cs | 661,7 | 0,1510 \pm 0,0012 |

k_0 -IAEA programında deneysel P/T değerinin enerjiye bağlı eğrisi çizilerek P/T kalibrasyonu yapılmıştır (Şekil 5.5).



Şekil 5.5 : GMX10200 HPGe dedektör P/T kalibrasyonu.

5.2.1.2 GMX45 HPGe dedektör kalibrasyonları

k_0 standardizasyonu için gerekli olan GMX45 HPGe dedektör kalibrasyonları örneklerin içeriğindeki kısa ve uzun yarı ömürlü radyonüklitlerin belirlenmesi amacıyla gerçekleştirilen 1.ölçüm ve 2.ölçüm için ayrı ayrı yapılmıştır. 1. ölçümler sonucunda dedektörün garanti edilen enerji ayırma gücünün bozulduğu belirlenmiştir. Enerji ayırma gücünün iyileştirilmesi amacıyla dedektör tamire gönderilmiştir. Ancak tamirden sonra gerçekleştirilen 2.ölçümler sonucunda enerji ayırma gücünde bir iyileşme olmadığı gözlenmiştir. Çizelge 4.6'da verilen sertifikalı nokta kaynaklar aktivitelerine bağlı olarak ilgili enerjilerde iyi bir sayım istatistiği (~40000 sayım) elde etmek amacıyla 5 dakika ile 24 saat arasında değişen sürelerde ölçülmüştür. Elde edilen spektrumların pik analizleri Canberra Genie 2000 yazılımı ile yapılmıştır.

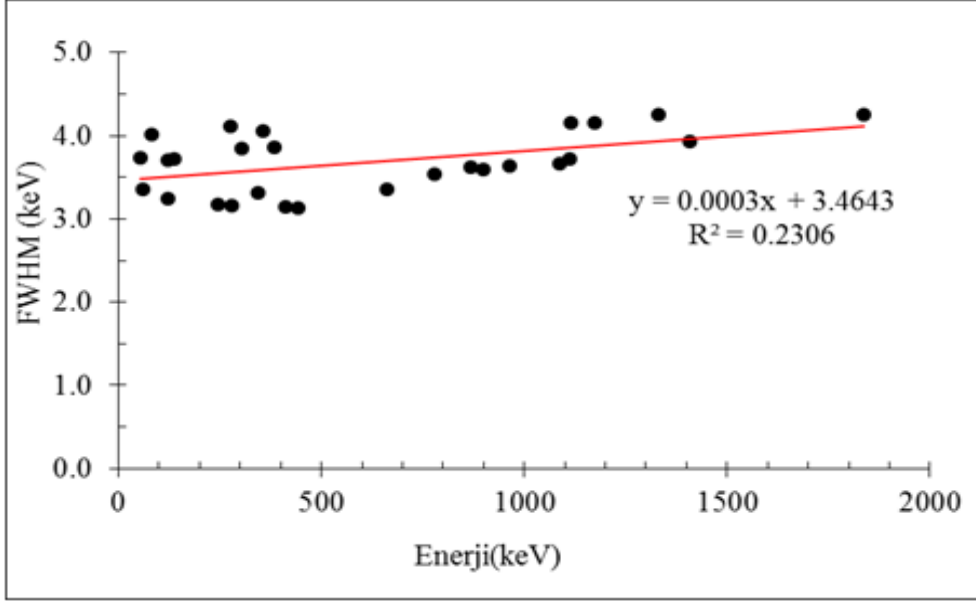
Pik-şekil kalibrasyonu

Referans ölçüm geometrisi olan D geometrisinde gerçekleştirilen ölçümlerden ilgilenilen enerjilerdeki FWHM değerleri belirlenmiştir (Çizelge 5.7). ^{60}Co 'ın 1,33 MeV enerjisinde ölçülen FWHM değerleri dedektörün sertifikasında verilen FWHM değerinin yaklaşık 2,5 katıdır. Bu durum dedektörün enerji ayırma gücünde bozulma meydana geldiğini göstermektedir.

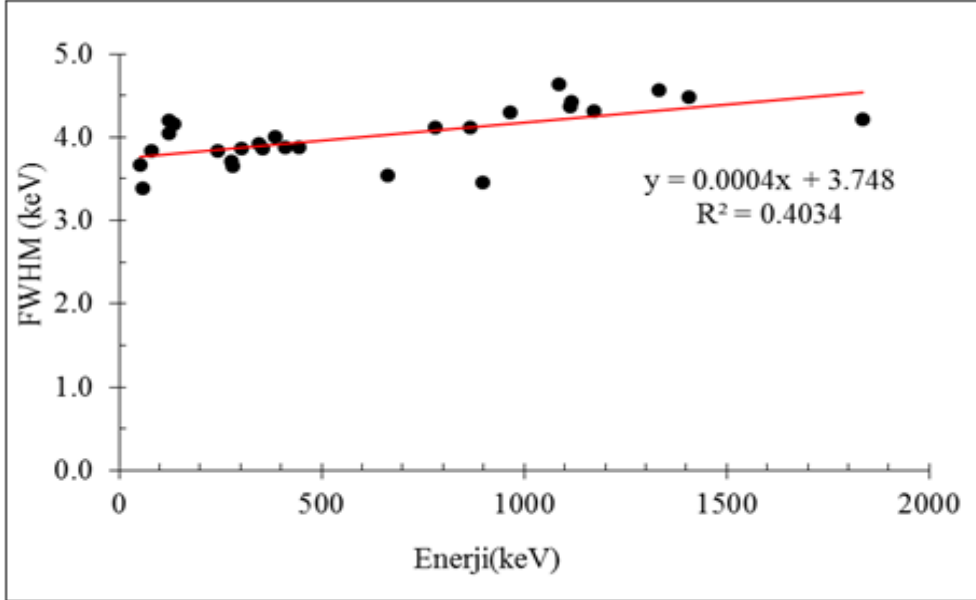
Çizelge 5.7 : GMX45 HPGe dedektörü ölçülen FWHM değerleri.

| Nüklit | E (keV) | FWHM (keV) | |
|-------------------|---------|------------|---------|
| | | 1.ölçüm | 2.ölçüm |
| ¹³³ Ba | 53,2 | 3,74 | 3,67 |
| ²⁴¹ Am | 59,5 | 3,35 | 3,39 |
| ¹³³ Ba | 81,0 | 4,01 | 3,83 |
| ¹⁵² Eu | 121,8 | 3,25 | 4,05 |
| ⁵⁷ Co | 122,1 | 3,70 | 4,20 |
| ⁵⁷ Co | 136,5 | 3,72 | 4,16 |
| ¹⁵² Eu | 244,7 | 3,17 | 3,84 |
| ¹³³ Ba | 276,4 | 4,11 | 3,71 |
| ²⁰³ Hg | 279,2 | 3,16 | 3,66 |
| ¹³³ Ba | 302,9 | 3,84 | 3,87 |
| ¹⁵² Eu | 344,3 | 3,32 | 3,92 |
| ¹³³ Ba | 356,0 | 4,06 | 3,87 |
| ¹³³ Ba | 383,9 | 3,86 | 4,00 |
| ¹⁵² Eu | 411,1 | 3,15 | 3,88 |
| ¹⁵² Eu | 444,0 | 3,13 | 3,88 |
| ¹³⁷ Cs | 661,7 | 3,35 | 3,54 |
| ¹⁵² Eu | 778,9 | 3,54 | 4,11 |
| ¹⁵² Eu | 867,4 | 3,62 | 4,11 |
| ⁸⁸ Y | 898,0 | 3,59 | 3,46 |
| ¹⁵² Eu | 964,1 | 3,64 | 4,30 |
| ¹⁵² Eu | 1085,9 | 3,66 | 4,64 |
| ¹⁵² Eu | 1112,0 | 3,72 | 4,37 |
| ⁶⁵ Zn | 1115,5 | 4,16 | 4,42 |
| ⁶⁰ Co | 1173,2 | 4,15 | 4,32 |
| ⁶⁰ Co | 1332,5 | 4,25 | 4,57 |
| ¹⁵² Eu | 1408,0 | 3,93 | 4,48 |
| ⁸⁸ Y | 1836,1 | 4,25 | 4,21 |

Ölçülen FWHM değerlerinin enerjiye bağlı eğrisinin çizilmesiyle elde edilen denklemlerin Kayzero for Windows programına yüklenmesiyle pik-şekil kalibrasyonları yapılmıştır (Şekil 5.6 ve Şekil 5.7). Kalibrasyon eğrilerinin R² değerlerinden dedektörün ayırma gücündeki bozulma görülmektedir.



Şekil 5.6 : GMX45 HPGe dedektör pik-şekil kalibrasyonu (1.ölçüm).



Şekil 5.7 : GMX45 HPGe dedektör pik-şekil kalibrasyonu (2.ölçüm).

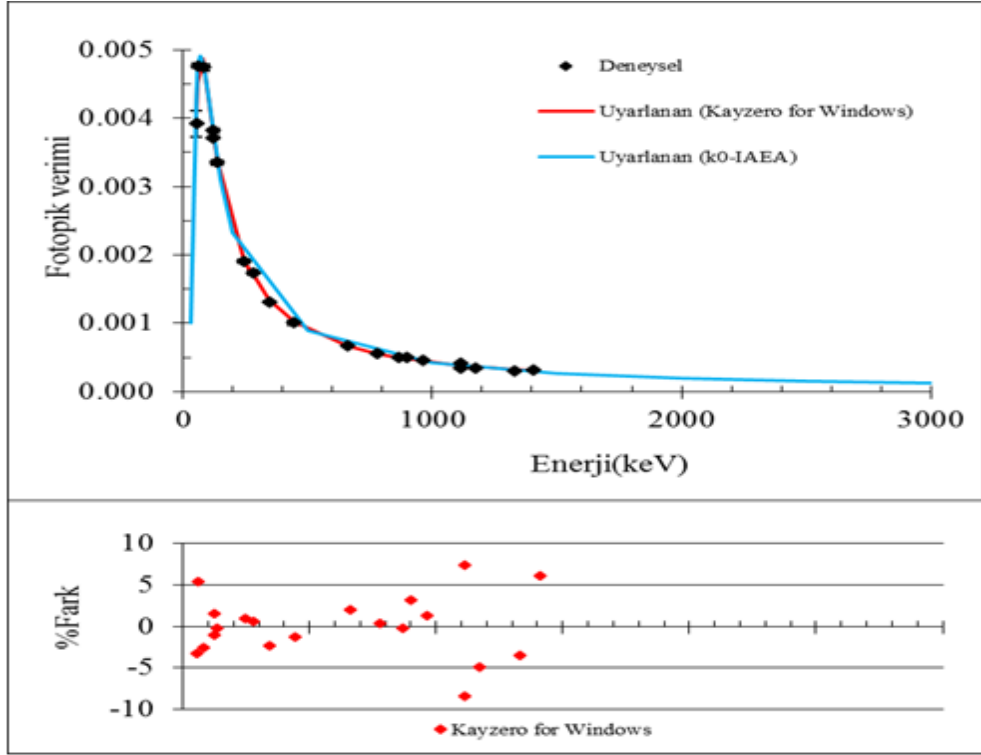
Verim kalibrasyonu

Referans ölçüm geometrisi olan D geometrisinde gerçekleştirilen ölçümlerden ilgili enerjilerde ölçülen net pik sayım hızları kullanılarak denklem 2.46'dan deneysel fotopik verimleri hesaplanmıştır (Çizelge 5.8). 1.ölçümde ^{133}Ba 'ün 302,9, 356,0 ve 383,9 keV enerjilerindeki ve ^{152}Eu 'nin 411,1 keV enerjisinde; 2.ölçümde ^{88}Y 'in 898,0 keV enerjisinde ölçülen verim değerleri kalibrasyon eğrisinde sapmaya neden olduğu için kalibrasyonda kullanılmamıştır.

Çizelge 5.8 : GMX45 HPGe dedektörü referans geometrideki verim değerleri ve belirsizlikleri (k=1).

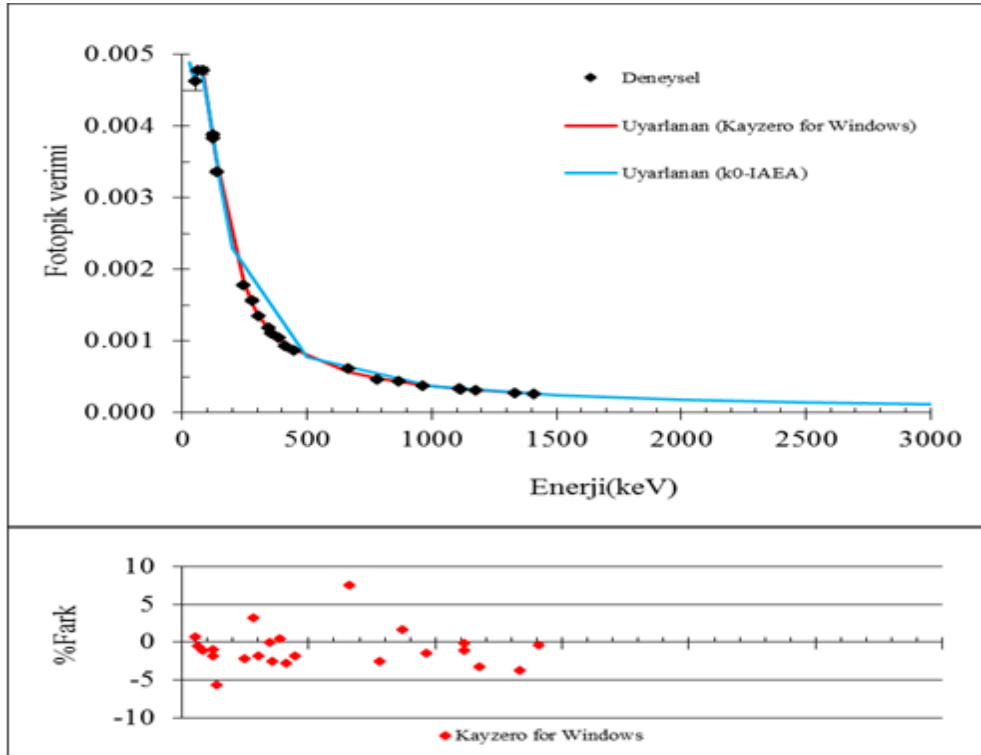
| Nüklit | E (keV) | Deneysel fotopik verimi ($\epsilon \pm u(\epsilon)$) $\times 10^{-3}$ | |
|-------------------|---------|--|---------------------|
| | | 1.ölçüm | 2.ölçüm |
| ¹³³ Ba | 53,2 | 3,92 \pm 0,20 | 4,63 \pm 0,13 |
| ²⁴¹ Am | 59,5 | 4,760 \pm 0,036 | 4,777 \pm 0,041 |
| ¹³³ Ba | 81,0 | 4,74 \pm 0,05 | 4,78 \pm 0,05 |
| ¹⁵² Eu | 121,8 | 3,819 \pm 0,032 | 3,878 \pm 0,031 |
| ⁵⁷ Co | 122,1 | 3,714 \pm 0,017 | 3,835 \pm 0,018 |
| ⁵⁷ Co | 136,5 | 3,350 \pm 0,032 | 3,360 \pm 0,033 |
| ¹⁵² Eu | 244,7 | 1,910 \pm 0,027 | 1,786 \pm 0,016 |
| ²⁰³ Hg | 279,2 | 1,739 \pm 0,037 | 1,565 \pm 0,033 |
| ¹³³ Ba | 302,9 | - | 1,348 \pm 0,013 |
| ¹⁵² Eu | 344,3 | 1,318 \pm 0,011 | 1,183 \pm 0,009 |
| ¹³³ Ba | 356,0 | - | 1,109 \pm 0,008 |
| ¹³³ Ba | 383,9 | - | 1,049 \pm 0,011 |
| ¹⁵² Eu | 411,1 | - | 0,941 \pm 0,012 |
| ¹⁵² Eu | 444,0 | 1,007 \pm 0,032 | 0,872 \pm 0,016 |
| ¹³⁷ Cs | 661,7 | 0,677 \pm 0,007 | 0,619 \pm 0,006 |
| ¹⁵² Eu | 778,9 | 0,560 \pm 0,008 | 0,472 \pm 0,005 |
| ¹⁵² Eu | 867,4 | 0,4980 \pm 0,0020 | 0,441 \pm 0,009 |
| ⁸⁸ Y | 898,0 | 0,497 \pm 0,005 | - |
| ¹⁵² Eu | 964,1 | 0,453 \pm 0,006 | 0,3841 \pm 0,0035 |
| ¹⁵² Eu | 1112,0 | 0,415 \pm 0,006 | 0,3380 \pm 0,0032 |
| ⁶⁵ Zn | 1115,5 | 0,3528 \pm 0,0028 | 0,3334 \pm 0,0030 |
| ⁶⁰ Co | 1173,2 | 0,3480 \pm 0,0019 | 0,3103 \pm 0,0024 |
| ⁶⁰ Co | 1332,5 | 0,3104 \pm 0,0016 | 0,2731 \pm 0,0018 |
| ¹⁵² Eu | 1408,0 | 0,3233 \pm 0,0033 | 0,2680 \pm 0,0022 |

Nokta kaynaklar için referans ölçüm geometrisinde hesaplanan deneysel verim değerleri hem k_0 -IAEA hem de Kayzero for Windows programlarına girilerek verim kalibrasyonu eğrileri elde edilmiştir. Her iki programda veri değerlendirmesinde farklı yaklaşımlar kullanıldığı için, elde edilen verim kalibrasyonu eğrileri farklılık göstermiştir (Şekil 5.8 ve Şekil 5.9). k_0 -IAEA programında uyarlanan verim değerleri 30-3000 keV arasında sadece belirli enerji değerleri için kullanıcıya sunulmaktadır. k_0 -IAEA programı verim kalibrasyonu denklemini ve kalibrasyonda kullanılan enerjilerde uyarlanan verim değerlerini kullanıcıya sunmadığı için, deneysel ve uyarlanan değerler arasındaki % fark hesaplanamamıştır. Kayzero for Windows programı ise verim kalibrasyonu denklemini ve kalibrasyonda kullanılan enerjilerde uyarlanan verim değerlerini kullanıcıya sunmaktadır.



Şekil 5.8 : GMX45 HPGe dedektör verim kalibrasyonu (1.ölçüm).

1.ölçümde özellikle yüksek enerji bölgesinde %5'den yüksek farklar hesaplanmıştır.
2. ölçümde hesaplanan % fark değerleri yüksek enerji bölgesinde 1.ölçüme göre daha düşüktür.



Şekil 5.9 : GMX45 HPGe dedektör verim kalibrasyonu (2.ölçüm).

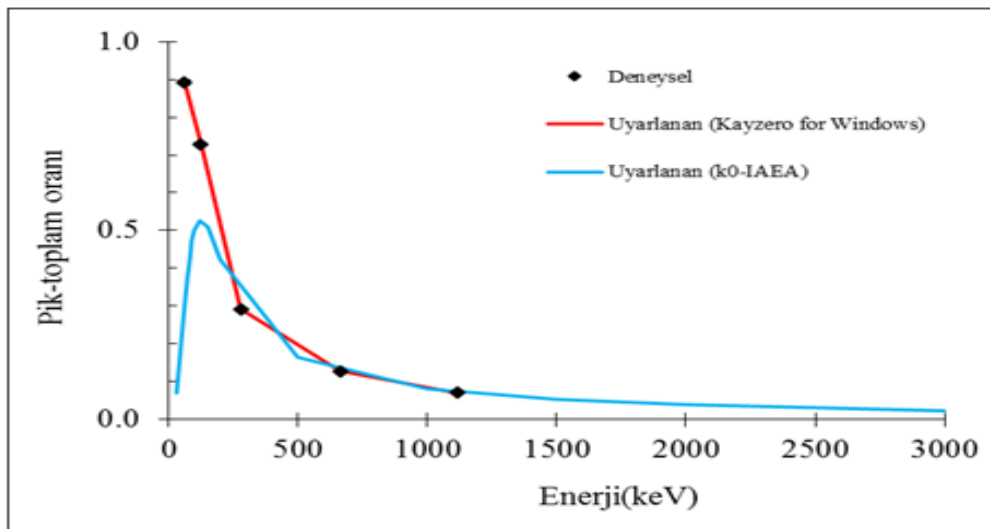
Pik/Toplam oranı kalibrasyonu

P/T kalibrasyonu ^{241}Am , ^{57}Co , ^{203}Hg , ^{137}Cs ve ^{65}Zn nokta kaynakları ile yapılmıştır. A, B, C ve D geometrilerinde ölçülen spektrumlar ve doğal fon spektrumu kullanılarak Canberra Genie 2000 yazılımı ile her bir geometride deneysel Pik/Toplam oranları hesaplanmıştır. Referans ölçüm geometrisi olan D geometrisinde ölçülen P/T değerleri Çizelge 5.9’da verilmiştir.

Çizelge 5.9 : GMX45 HPGe dedektörü referans geometrideki P/T değerleri ve belirsizlikleri (k=1).

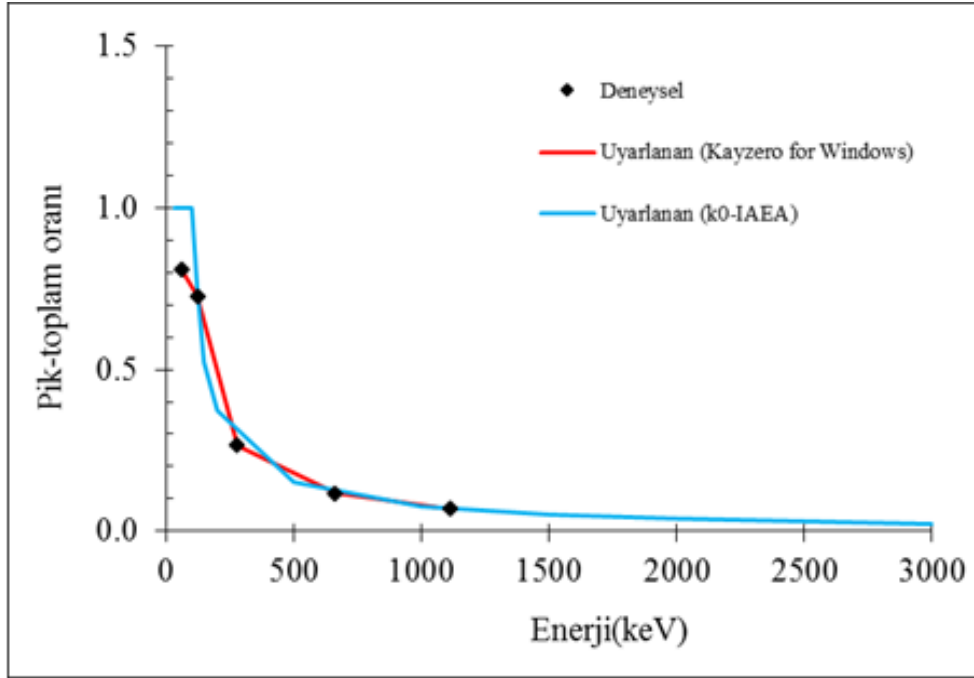
| Nüklit | E (keV) | Deneysel Pik/Toplam oranı | |
|-------------------|---------|---------------------------|-----------------|
| | | 1.ölçüm | 2.ölçüm |
| ^{241}Am | 59,5 | 0,892±0,005 | 0,8100±0,0014 |
| ^{57}Co | 122,1 | 0,7290±0,0013 | 0,7280±0,0016 |
| ^{203}Hg | 279,2 | 0,2910±0,0012 | 0,2660±0,0011 |
| ^{137}Cs | 661,7 | 0,1270±0,006 | 0,1160±0,0006 |
| ^{65}Zn | 1115,5 | 0,07000±0,00034 | 0,06800±0,00044 |

Deneysel P/T değerleri hem k_0 -IAEA hem de Kayzero for Windows programlarına girilmiştir. k_0 -IAEA ile sadece referans geometride, Kayzero for Windows ile bütün ölçüm geometrilerinde P/T oranı kalibrasyonu eğrileri elde edilmiştir. Her iki programda veri değerlendirmesinde farklı yaklaşımlar kullanıldığı için, elde edilen kalibrasyon eğrileri farklılık göstermiştir. Referans ölçüm geometrisindeki P/T kalibrasyonu eğrileri Şekil 5.10 ve Şekil 5.11’de verilmiştir.



Şekil 5.10 : GMX45 HPGe dedektör P/T kalibrasyonu (1.ölçüm).

Verim kalibrasyonunda olduğu gibi k_0 -IAEA programında uyarlanan P/T değerleri 30–3000 keV arasında sadece belirli enerji değerleri için kullanıcıya sunulmaktadır. Kayzero for Windows programı ise P/T kalibrasyonu denklemini ve kalibrasyonda kullanılan enerjilerde uyarlanan P/T değerlerini kullanıcıya sunmaktadır.



Şekil 5.11 : GMX45 HPGe dedektör P/T kalibrasyonu (2.ölçüm).

5.2.2 Nötron spektrumu parametreleri sonuçları

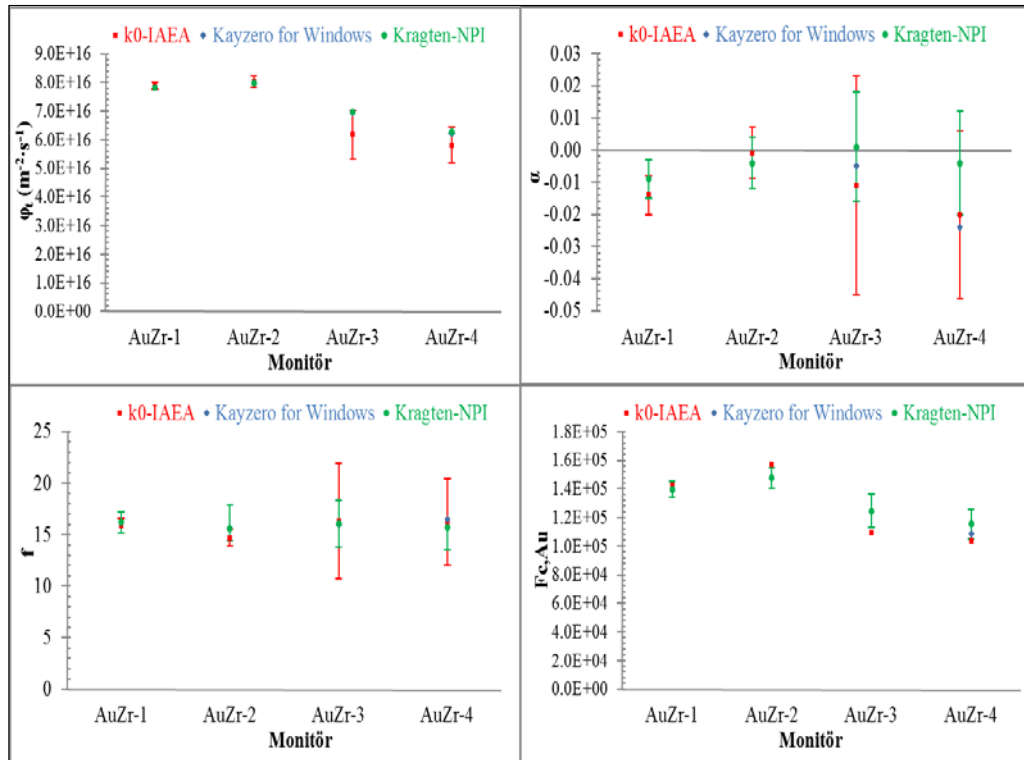
Nötron akı parametreleri Au ve Zr monitörlerin birlikte kullanıldığı çıplak üçlü-monitör yöntemi ile belirlenmiştir. 19.07.2013 ve 21.11.2014 tarihlerinde reaktörün merkezi kanalında yapılan ışınlamalar sonucu k_0 -IAEA, Kayzero for Windows ve Kragten-NPI programları ile nötron spektrumu parametreleri belirlenmiştir. Kragten-NPI programı ile nötron spektrumu parametrelerinin hesaplanmasına örnek olarak AuZr-1 monitörü sonuçları Şekil D.1, D.2 ve D.3'de görülebilir.

k_0 -IAEA, Kayzero for Windows ve Kragten-NPI programları ile hesaplanan nötron spektrumu parametreleri Çizelge 5.10'da görülmektedir. Çizelgede parametreler k_0 -IAEA ve Kragten-NPI sonuçları için %68 güven seviyesinde belirsizlikleri ile verilmiştir. Kayzero for Windows programında nötron spektrumu parametrelerinin belirsizlikleri hesaplanmadığından çizelgede sadece değerler verilmiştir. k_0 -IAEA programında $F_{c,Au}$ değeri, Kayzero for Windows ve Kragten-NPI programlarında ise ϕ_t değeri hesaplanmadığından, bu parametreler denklem 2.59'dan hesaplanmıştır.

Çizelge 5.10 : Nötron spektrumu parametreleri ve belirsizlikleri (k=1).

| Monitör | Program | Parametre | | | |
|---------|---------------------|-----------------------------------|-------------------|---------------|-------------------|
| | | ϕ_t ($m^{-2}\cdot s^{-1}$) | α | f | $F_{c,Au}$ |
| AuZr-1 | k_0 -IAEA | $(7,88\pm 0,13)\times 10^{16}$ | $-0,014\pm 0,006$ | $15,9\pm 0,7$ | 142823 |
| | Kragten-NPI | $7,83\times 10^{16}$ | $-0,009\pm 0,006$ | $16,2\pm 1,0$ | 139330 ± 5611 |
| AuZr-2 | k_0 -IAEA | $(8,03\pm 0,21)\times 10^{16}$ | $-0,001\pm 0,008$ | $14,7\pm 0,8$ | 157423 |
| | Kragten-NPI | $7,99\times 10^{16}$ | $-0,004\pm 0,008$ | $15,6\pm 1,2$ | 147525 ± 7039 |
| AuZr-3 | k_0 -IAEA | $(6,18\pm 0,86)\times 10^{16}$ | $-0,011\pm 0,034$ | $16,3\pm 5,6$ | 109263 |
| | Kayzero for Windows | $6,93\times 10^{16}$ | -0,005 | 16,0 | 124733 |
| | Kragten-NPI | $6,96\times 10^{16}$ | $0,001\pm 0,017$ | $16,1\pm 2,3$ | 124657 ± 11526 |
| AuZr-4 | k_0 -IAEA | $(5,81\pm 0,62)\times 10^{16}$ | $-0,020\pm 0,026$ | $16,2\pm 4,2$ | 103355 |
| | Kayzero for Windows | $6,21\times 10^{16}$ | -0,024 | 16,5 | 108422 |
| | Kragten-NPI | $6,29\times 10^{16}$ | $-0,004\pm 0,016$ | $15,7\pm 2,2$ | 115444 ± 10394 |

k_0 -IAEA, Kayzero for Windows ve Kragten-NPI programları ile hesaplanan nötron parametrelerinin belirsizlik aralığında uyumlu olduğu gözlenmiştir (Şekil 5.12). Hesaplanan f değerleri (<20), nötron spektrumunun termalizasyonunun zayıf olduğunu göstermektedir. α değerleri ise, AuZr-3 Kragten-NPI değeri hariç, 0'dan küçük hesaplanmıştır. Nötron spektrumunun zayıf termalizasyonu durumunda α değerinin 0'a yakın veya 0'dan küçük olması beklenen bir durumdur. Bu şartlar altında α değerinin bağıl belirsizliği de yüksek olmaktadır. Her iki ışınlamada hesaplanan α değerlerinin belirsizlikleri %43 (AuZr-1 k_0 -IAEA)-%1700 (AuZr-3 Kragten-NPI) arasında değişmektedir.



Şekil 5.12 : Nötron spektrumu parametrelerinin kullanılan programa göre karşılaştırılması.

İTÜ TRIGA Mark II reaktörü merkezi ışınlama kanalında belirlenen α ve f değerlerinin dünyadaki diğer bazı TRIGA Mark II reaktörleri için verilen değerlerle karşılaştırılması yapılmıştır (Çizelge 5.11). Bounouira ve diğ. (2014), 2 farklı ışınlama pozisyonunda Al-0,1%Au tel ve Zr,Ni folyolar kullanarak; Khoo ve diğ. (2007), 20 farklı ışınlama pozisyonunda Al-0,1%Au tel ve Zr folyolar kullanarak α ve f parametrelerini belirlemişlerdir.

Moroccan TRIGA Mark II ve MINT TRIGA Mark II reaktörlerindeki ışınlama şartlarında α 'nın çoğunlukla negatif olduğu görülmektedir. Bu çalışmada elde edilen değerlerle karşılaştırıldığında %2,3-%39 arasında değişen belirsizliklerin İTÜ TRIGA Mark II için elde edilen değerlerden düşük olduğu ve belirlenen yüksek değerlerinden termalizasyonun daha iyi olduğu görülmektedir.

Çizelge 5.11 : Diğer bazı TRIGA Mark II reaktörlerindeki α ve f parametreleri ve belirsizlikleri ($k=1$).

| Reaktör | Işınlama pozisyonu | Parametre | | Kaynak |
|------------------------|--------------------|----------------|------------|-------------------------|
| | | α | f | |
| Moroccan TRIGA Mark II | PTS ^a | -0,022±0,007 | 23±1,1 | Bounouira ve diğ., 2014 |
| | | -0,018±0,007 | 23,7±1,2 | |
| | | -0,019±0,006 | 22,8±1,1 | |
| | | -0,025±0,006 | 24,6±1,1 | |
| | RSR ^b | -0,046±0,006 | 37,6±0,6 | |
| | | -0,046±0,006 | 36,1±0,6 | |
| MINT TRIGA Mark II | 3 | -0,0642±0,004 | 36,34±0,74 | Khoo ve diğ., 2007 |
| | 5 | -0,1302±0,0034 | 39,32±0,62 | |
| | 6 | 0,0107±0,0034 | 20,83±0,37 | |
| | 11 | -0,1218±0,0039 | 45,85±0,87 | |
| | 13 | 0,0204±0,0028 | 14,41±0,21 | |
| | 16 | -0,1457±0,0035 | 46,01±0,77 | |
| | 17 | -0,0261±0,0039 | 30,24±0,62 | |
| | 21 | -0,0799±0,0039 | 38,54±0,78 | |
| | 23 | -0,0434±0,0036 | 28,72±0,53 | |
| | 24 | -0,1005±0,0037 | 38,76±0,71 | |
| | 26 | -0,0919±0,0038 | 39,08±0,75 | |
| | 27 | -0,0639±0,0035 | 29,26±0,51 | |
| | 29 | -0,1500±0,0035 | 47,11±0,79 | |
| | 31 | -0,0711±0,0034 | 30,15±0,52 | |
| | 32 | -0,1263±0,0038 | 45,34±0,83 | |
| | 33 | 0,0348±0,003 | 15,4±0,25 | |
| | 35 | -0,1392±0,0037 | 47,89±0,86 | |
| | 36 | -0,0627±0,0035 | 29,9±0,53 | |
| | 38 | -0,1054±0,0035 | 36,13±0,61 | |
| | 40 | -0,0642±0,004 | 36,34±0,74 | |

^aPneumatic tube system

^bRotary specimen rack

19.07.2013 ve 21.11.2014 tarihlerinde ışınlanan örneklerin k_0 -IAEA programı ile element miktarlarının belirlenmesinde, 19.07.2013 tarihli ışınlama için AuZr-1 ve AuZr-2 monitörlerinden, 21.11.2014 tarihli ışınlama için ise AuZr-3 ve AuZr-4 monitörlerinden k_0 -IAEA programı ile belirlenen parametrelerin ortalamaları kullanılmıştır. 21.11.2014 tarihinde ışınlanan örneklerin Kayzero for Windows programı ile element miktarlarının belirlenmesinde ise AuZr-3 ve AuZr-4 monitörlerinden Kayzero for Windows programı ile belirlenen parametrelerin ortalaması kullanılmıştır. Hesaplamalarda kullanılan nötron spektrumu parametreleri Çizelge 5.12’de verilmiştir.

Çizelge 5.12 : Hesaplamalarda kullanılan nötron spektrumu parametreleri ve belirsizlikleri ($k=1$).

| Işınlama tarihi | Program | Parametre | | | |
|-----------------|---------------------|------------------------------------|--------------------|----------------|------------|
| | | ϕ_t ($m^{-2} \cdot s^{-1}$) | α | f | $F_{c,Au}$ |
| 19.07.2013 | k_0 -IAEA | $(7,92 \pm 0,11) \times 10^{16}$ | $-0,009 \pm 0,005$ | $15,4 \pm 0,5$ | 150123 |
| 21.11.2014 | k_0 -IAEA | $(5,94 \pm 0,50) \times 10^{16}$ | $-0,017 \pm 0,021$ | $16,3 \pm 3,3$ | 106309 |
| | Kayzero for Windows | $6,57 \times 10^{16}$ | -0,014 | 16,2 | 116577 |

5.2.2.1 Kragten-NPI ile nötron spektrumu parametrelerinin belirsizliğinin değerlendirilmesi

Kragten-NPI programı ile her bir nötron akı parametresinin toplam belirsizliğine hangi değişkenin ne kadar katkısının olduğu belirlenebilir. AuZr-1, AuZr-2, AuZr-3 ve AuZr-4 monitörleri ile yapılan hesaplamalarda belirsizliğe en yüksek katkısı olan değişkenler Çizelge 5.13’de verilmiştir.

Çizelge 5.13 : Kragten-NPI programı ile belirsizliğin değerlendirilmesi.

| Parametre | Değişken | Katkı (%) | | | |
|------------|----------------|-----------|--------|--------|--------|
| | | AuZr-1 | AuZr-2 | AuZr-3 | AuZr-4 |
| α | A_{sp} | 19,4 | 43,4 | 1,3 | 1,6 |
| | k_0 .faktörü | 20,4 | 13,8 | 3,8 | 3,8 |
| | Q_0 | 23,2 | 16,7 | 4,4 | 4,6 |
| | ϵ | 0,06 | 0,04 | 76,4 | 76,0 |
| f | A_{sp} | 18,7 | 23,1 | 0,4 | 0,4 |
| | k_0 .faktörü | 6,4 | 31,8 | 1,1 | 1,2 |
| | Q_0 | 44,5 | 29,0 | 54,9 | 54,9 |
| | ϵ | 18,5 | 1,0 | 29,6 | 28,7 |
| $F_{c,Au}$ | f | 80,4 | 89,9 | 74,8 | 73,4 |

19.07.2013 tarihli ışınlama için AuZr-1 ve AuZr-2 monitörlerinden yapılan hesaplamalarda α değerinin toplam belirsizliğine en yüksek katkının A_{sp} , k_0 -faktörü ve Q_0 değişkenlerinden, f değerinin toplam belirsizliğine en yüksek katkının A_{sp} , k_0 -faktörü, Q_0 ve ε değişkenlerinden, $F_{c,Au}$ değerinin toplam belirsizliğine ise f değişkeninden geldiği belirlenmiştir.

21.11.2014 tarihli ışınlama için ise AuZr-3 ve AuZr-4 monitörlerinden yapılan hesaplamalarda α değerinin toplam belirsizliğine en yüksek katkının ε değişkenlerinden, f değerinin toplam belirsizliğine en yüksek katkının Q_0 ve ε değişkenlerinden, $F_{c,Au}$ değerinin toplam belirsizliğine ise f değişkeninden geldiği belirlenmiştir.

k_0 -faktörü ve Q_0 değerlerinin belirsizlikleri literatür verilerinden alındığı için laboratuvarında yapılan çalışmalarla sonuçlar geliştirilemez. 21.11.2014 tarihli ışınlama ile GMX45 HPGe dedektör ölçümlerinden yapılan hesaplamalardan fotopik verimindeki belirsizliğin α değerinin toplam belirsizliğine katkısının %76 olduğu belirlenmiştir. Açıkça görülmektedir ki deneysel olarak yapılan verim kalibrasyonunun iyileştirilmesi α değerinin belirsizliğinin azalmasını sağlayacaktır.

5.2.3 Element analizi sonuçları

k_0 standardizasyon yönteminin kalite kontrol testinde NIST standart referans malzemeleri için E_n sayısının hesaplanmasında sertifikalandırılmamış elementler için element konsantrasyonundaki belirsizlik verilen değer %10'u ($k=2$) olarak hesaplanmıştır. Standart referans malzemelerin sertifikalı element değerlerinin belirsizliği genellikle %1-%7 arasında ($k=2$) olduğundan %10 kabul edilebilir bir değerdir (Kubešová ve Kučera, 2010).

5.2.3.1 19.07.2013 tarihli ışınlama sonuçları

Bu ışınlamada NIST SRM 1633b, YT-T3 ve YT-T5 örneklerinde As, Br, Ce, Co, Cr, Cs, Fe, Hf, K, La, Na, Rb, Sb, Sc, Sm, Sr, Tb, Th, U, W ve Yb elementleri k_0 -IAEA programının kullanıldığı k_0 standardizasyon yöntemi ile incelenmiştir (Çizelge 5.14). k_0 standardizasyon yönteminin kalite kontrol testi, deneysel değerlerin sertifika değerine oranının ve E_n sayısının hesaplanması ile yapılmıştır (Şekil 5.13).

Çizelge 5.14 : 19.07.2013 tarihli ışınlama için k_0 standardizasyonu sonuçları.

| Element ($\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$) | NIST SRM 1633b | | | YT-T3 | | | YT-T5 | | |
|---|----------------|------------------------------------|-------|----------------|------------------------------------|-------|----------------|------------------------------------|------|
| | NIST değeri | $x_{\text{lab}}\pm u_{\text{lab}}$ | LOD | Verilen değeri | $x_{\text{lab}}\pm u_{\text{lab}}$ | LOD | Verilen değeri | $x_{\text{lab}}\pm u_{\text{lab}}$ | LOD |
| As | 136,2±2,6 | 136±14 | 0,8 | 5,567±1,558 | 5,9±1,4 | 0,19 | 4,329±1,782 | 4,0±2,2 | 0,27 |
| Br | (2,9) | - | 3,5 | 9,030±2,886 | 8,7±1,0 | 0,33 | 5,427±1,640 | 4,4±1,1 | 0,27 |
| Ce | (190) | 157±29 | 0,17 | 16,07±4,86 | 17,8±3,7 | 2,1 | 130,7±25,8 | 130±50 | 2,3 |
| Co | (50) | 45±9 | 3,0 | 1,120±0,380 | 1,17±0,5 | 0,7 | 28,81±4,40 | 27,1±2,4 | 1,0 |
| Cr | 198,2±4,7 | 189±34 | 7 | 45,69±14,98 | 58±9 | 6 | 113,8±17,2 | 121±42 | 4,1 |
| Cs | (11) | 8,8±1,9 | 0,8 | 1,343±0,286 | - | 2,9 | 7,373±1,398 | 6,1±3,6 | 0,5 |
| Fe | 77800±2300 | 76000±7000 | 1500 | 3972±836 | - | 4500 | 60070±7240 | 61000±14000 | 470 |
| Hf | (6,8) | 5,9±1,1 | 0,7 | NR | - | - | NR | - | - |
| K | 19500±300 | 17200±4500 | 900 | 8848±1146 | 8200±1800 | 450 | 19429±2398 | 18000±7000 | 3400 |
| La | (94) | 70,8±4,0 | 0,19 | 8,381±2,372 | 8,69±0,45 | 0,11 | 61,27±13,82 | 54±7 | 0,13 |
| Na | 2010±30 | 2940±470 | 33 | 3710±638 | 4050±300 | 3,6 | 4593±752 | 4400±500 | 9 |
| Rb | (140) | 107±42 | 17 | 37,23±5,74 | 33±8 | 14 | 200,0±27,2 | 175±2 | 13 |
| Sb | (6) | 4,2±0,9 | 0,11 | 0,6205±0,3272 | 0,66±0,10 | 0,046 | 0,5807±0,2704 | 0,51±0,30 | 0,06 |
| Sc | (41) | 33,4±1,9 | 0,09 | 1,493±0,232 | 1,44±0,18 | 0,07 | 19,20±4,36 | 16,4±1,8 | 0,06 |
| Sm | (20) | 18,2±1,6 | 0,021 | NR | - | - | NR | - | - |
| Sr | 1041±14 | 1110±430 | 280 | 36,75±6,76 | - | 230 | 97,21±16,44 | - | 350 |
| Tb | (2,6) | 2,2±0,7 | 0,23 | NR | - | - | NR | - | - |
| Th | 25,7±1,30 | 22±5 | 0,8 | 2,639±0,988 | 2,1±0,6 | 0,29 | 18,66±5,40 | 17±5 | 0,24 |
| U | 8,79±0,36 | 8,6±1,3 | 0,15 | 1,056±0,220 | 0,96±0,22 | 0,033 | 4,178±1,614 | 4,0±0,6 | 0,12 |
| W | (5,6) | 4,4±2,1 | 1,7 | 1,123±0,432 | 1,11±0,33 | 0,33 | 1,994±0,966 | 1,9±1,5 | 0,5 |
| Yb | (7,6) | 6,1±1,6 | 0,38 | NR | - | - | NR | - | - |

(): sertifikalandırılmamış değeri, NR: rapor edilmemiş değeri.

As için belirleme sınırı 0,19-0,27 mg·kg⁻¹, element konsantrasyonundaki belirsizlik %10-%55 aralığındadır. NIST ve YT örnekleri için elde edilen değerler verilenlerle uyumludur ($E_n \leq 1$). YT örneklerinin ölçüm belirsizliklerinin NIST örneğine göre yüksek olmasının nedeni As konsantrasyonunun YT örneklerinde düşük olması, bu nedenle sayım istatistiğinin yeterli olmamasıdır.

Br için belirleme sınırı 0,27-3,5 mg·kg⁻¹, element konsantrasyonundaki belirsizlik %11-%25 aralığındadır. NIST 1633b için elde edilen değer belirleme sınırından düşüktür. Diğer YT örnekleri için elde edilen değerler verilenlerle uyumludur ($E_n \leq 1$). YT-T5 örneğinin YT-T3'e göre daha düşük konsantrasyonda Br içermesi ve dolayısıyla sayım istatistiğinin etkisiyle, ölçüm belirsizliği YT-T5'de daha yüksek hesaplanmıştır.

Ce için belirleme sınırı 0,17-2,3 mg·kg⁻¹, element konsantrasyonundaki belirsizlik %18-%38 aralığındadır. NIST ve YT örnekleri için elde edilen değerler verilenlerle uyumludur ($E_n \leq 1$).

Co için belirleme sınırı 0,7-3,0 mg·kg⁻¹, element konsantrasyonundaki belirsizlik %9-%40 aralığındadır. NIST ve YT örnekleri için elde edilen değerler verilenlerle uyumludur ($E_n \leq 1$). YT-T3 örneğinin Co konsantrasyonunun düşük ve belirleme limitinin değeri de sınırında olduğundan, ölçüm belirsizliği diğer örneklerle göre daha yüksek hesaplanmıştır.

Cr için belirleme sınırı 4,1-7 mg·kg⁻¹, element konsantrasyonundaki belirsizlik %16-%35 aralığındadır. NIST ve YT örnekleri için elde edilen değerler verilenlerle uyumludur ($E_n \leq 1$).

Cs için belirleme sınırı 0,5-2,9 mg·kg⁻¹, element konsantrasyonundaki belirsizlik %22-%59 aralığındadır. YT-T3 değeri belirleme sınırından düşüktür. Diğer örnekler için elde edilen değerler verilenlerle uyumludur ($E_n \leq 1$). YT-T5 örneğinin Cs konsantrasyonunun NIST SRM 1633b'ye göre az ve belirleme sınırına yakın olması ölçüm belirsizliğinin yüksek olmasına neden olmuştur.

Fe için belirleme sınırı 470-4500 mg·kg⁻¹, element konsantrasyonundaki belirsizlik %9-%23 aralığındadır. YT-T3 değeri belirleme sınırından düşüktür. Diğer örnekler için elde edilen değerler verilenlerle uyumludur ($E_n \leq 1$).

Hf'un YT deęerleri rapor edilmedięinden, Hf sadece NIST SRM 1633b'de belirlenmiřtir. Belirleme sınırı $0,7 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, element konsantrasyonundaki belirsizlik %19'dur. NIST için elde edilen deęer verilenle uyumludur ($E_n \leq 1$).

K için belirleme sınırı $450\text{-}3400 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, element konsantrasyonundaki belirsizlik %22-%39 aralıęındadır. NIST ve YT örnekleri için elde edilen deęerler verilenlerle uyumludur ($E_n \leq 1$). K konsantrasyonu 1524 keV enerjili fotopikinden belirlendięinden, K'un genel olarak ölçüm belirsizlięinin yüksek olmasının nedeninin dedektörün yüksek enerji bölgesinde enerji ayırma gücündeki bozulmadan kaynaklandığı düşünölmektedir.

La için belirleme sınırı $0,11\text{-}0,19 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, element konsantrasyonundaki belirsizlik %5-%19 aralıęındadır. YT örnekleri için elde edilen deęerler, verilenlerle uyumludur ($E_n \leq 1$). NIST SRM 1633b için $E_n > 1$ olarak hesaplanmıřtır. Bu deęerin yüksek olmasının nedenlerinin NIST SRM 1633b için La deęerinin sertifikalandırılmamıř olması ve belirsizlięinin bilinmemesi nedeniyle E_n sayısının hesaplanması için %10 kabul edilen belirsizlięin yeterli gelmemiř olması ve La'nın element konsantrasyonu 1596 keV enerjili fotopikinden belirlendięinden GMX10200 dedektörünün yüksek enerji bölgesinde enerji ayırma gücündeki bozulma olduęu düşünölmektedir.

Na için belirleme sınırı $3,6\text{-}33 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, element konsantrasyonundaki belirsizlik %7-%16 aralıęındadır. YT örnekleri için elde edilen deęerler, verilenlerle uyumludur ($E_n \leq 1$). NIST SRM 1633b için $E_n > 1$ hesaplanmıřtır. Na'un element konsantrasyonunun 1368 keV enerjili fotopikten belirlenmesi ve La'da olduęu gibi GMX10200 dedektörünün yüksek enerji bölgesinde enerji ayırma gücündeki bozulmanın element konsantrasyonunun hatalı belirlenmesine neden olduęu düşünölmektedir.

Rb için belirleme sınırı $13\text{-}17 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, element konsantrasyonundaki belirsizlik %7-%39 aralıęındadır. NIST ve YT örnekleri için elde edilen deęerler verilenlerle uyumludur ($E_n \leq 1$).

Sb için belirleme sınırı $0,046\text{-}0,11 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, element konsantrasyonundaki belirsizlik %21-%59 aralıęındadır. YT örnekleri için elde edilen deęerler verilenlerle uyumludur ($E_n \leq 1$). NIST SRM 1633b için $E_n > 1$ hesaplanmıřtır. NIST SRM 1633b'de Sb deęeri sertifikalandırılmadıęı için belirsizlięi bilinmedięinden, E_n

sayısının hesaplanması için %10 kabul edilen belirsizliğin yeterli olmamasının ve YT-T5'de ölçüm belirsizliğinin diğer örneklere göre yüksek olmasının element konsantrasyonunun hatalı belirlenmesine neden olduğu düşünülmektedir.

Sc için belirleme sınırı 0,06-0,09 mg·kg⁻¹, element konsantrasyonundaki belirsizlik %6-%13 aralığındadır. YT örnekleri için elde edilen değerler verilenlerle uyumludur ($E_n \leq 1$). NIST SRM 1633b için $E_n > 1$ hesaplanmıştır. NIST SRM 1633b'de Sc değeri sertifikalandırılmadığı için belirsizliği bilinmediğinden, E_n sayısının hesaplanması için %10 kabul edilen belirsizliği yeterli olmamasının element konsantrasyonunun hatalı belirlenmesine neden olduğu düşünülmektedir.

Sm'un YT değerleri rapor edilmediğinden sadece NIST SRM 1633b'de belirlenmiştir. Belirleme sınırı 0,021 mg·kg⁻¹, element konsantrasyonundaki belirsizlik %9'dur. NIST için elde edilen değer verilenle uyumludur ($E_n \leq 1$).

Sr için belirleme sınırı 230-350 mg·kg⁻¹ aralığındadır. YT örneklerinde Sr değerleri belirleme sınırından düşüktür. NIST SRM 1633b'de belirsizlik değeri %39'dur. NIST için elde edilen değer verilenle uyumludur ($E_n \leq 1$).

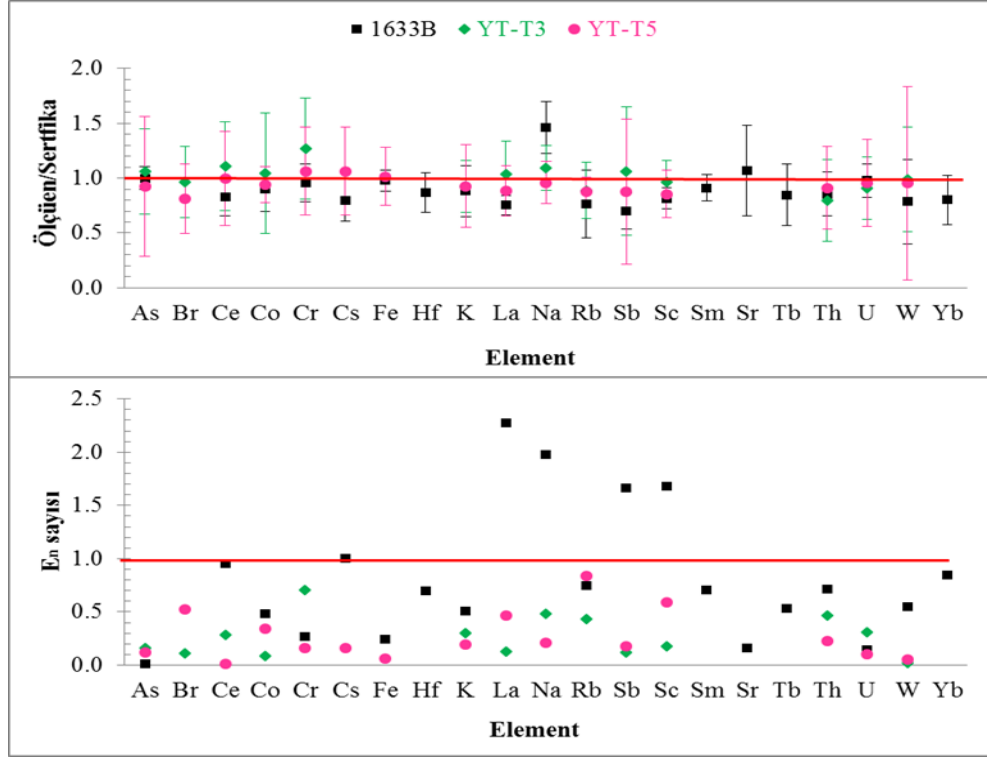
Tb'un YT değerleri rapor edilmediğinden sadece NIST SRM 1633b'de belirlenmiştir. Belirleme sınırı 0,23 mg·kg⁻¹, element konsantrasyonundaki belirsizlik %32'dir. NIST için elde edilen değer verilenle uyumludur ($E_n \leq 1$).

Th için belirleme sınırı 0,24-0,8 mg·kg⁻¹, element konsantrasyonundaki belirsizlik %23-%29 aralığındadır. NIST ve YT örnekleri için elde edilen değerler verilenlerle uyumludur ($E_n \leq 1$).

U için belirleme sınırı 0,033-0,15 mg·kg⁻¹, element konsantrasyonundaki belirsizlik %15-%23 aralığındadır. NIST ve YT örnekleri için elde edilen değerler verilenlerle uyumludur ($E_n \leq 1$).

W için belirleme sınırı 0,33-1,7 mg·kg⁻¹, element konsantrasyonundaki belirsizlik %30-%79 aralığındadır. NIST ve YT örnekleri için elde edilen değerler verilenlerle uyumludur ($E_n \leq 1$). YT-T5'de ölçüm belirsizliğinin %79 olmasının element konsantrasyonunun düşük ve belirleme sınırı sınırına yakın olmasından kaynaklandığı düşünülmektedir.

Yb'un YT değerleri rapor edilmediğinden, sadece NIST SRM 1633b'de belirlenmiştir. Belirleme sınırı $0,38 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, element konsantrasyonundaki belirsizlik %26'dır. NIST için elde edilen değer verilenle uyumludur ($E_n \leq 1$).

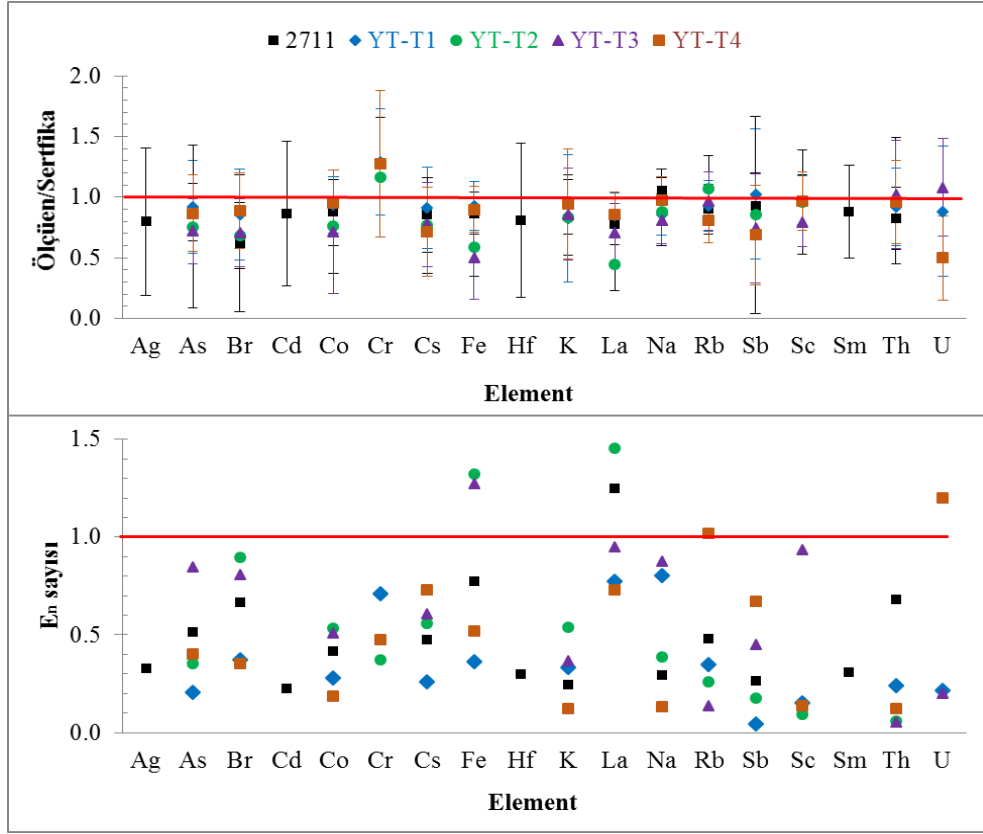


Şekil 5.13 : 19.07.2013 tarihli ışınlama için k_0 -IAEA kalite kontrol testi.

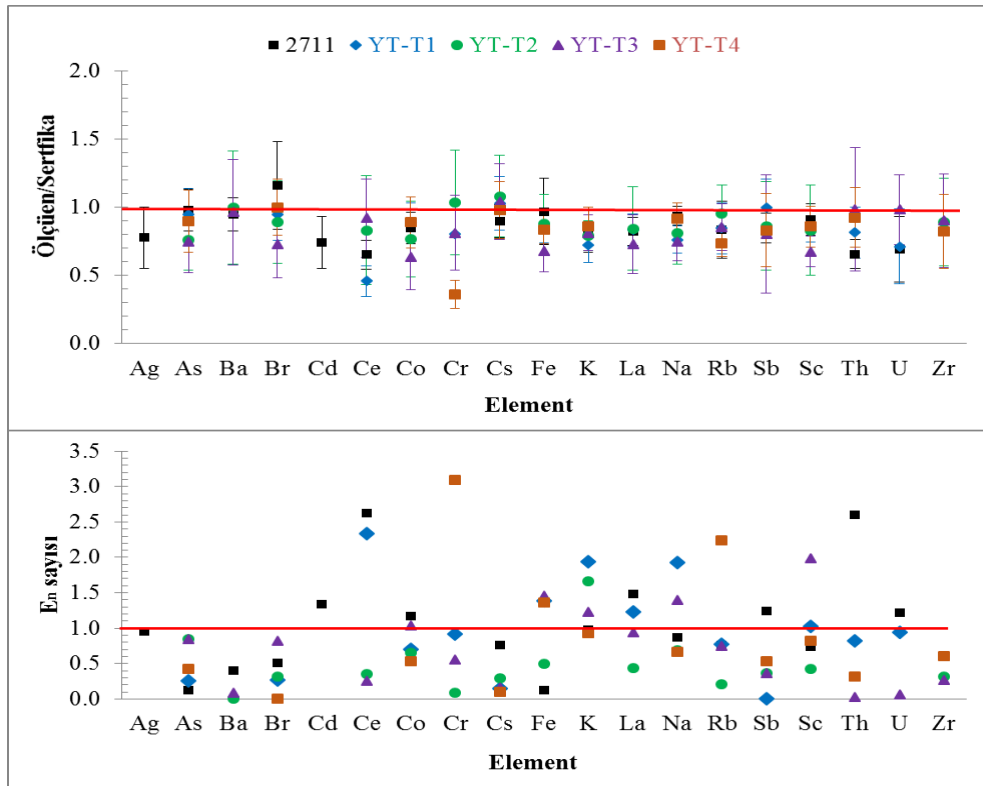
5.2.3.2 21.11.2014 tarihli ışınlama analiz sonuçları

Toprak örnekleri analiz sonuçları

NIST SRM 2711, YT-T1, YT-T2, YT-T3, YT-T4 örneklerinde Ag, As, Ba, Br, Cd, Ce, Co, Cr, Cs, Fe, Hf, K, La, Na, Rb, Sb, Sc, Sm, Th, U ve Zr elementleri incelenmiştir (Çizelge 5.15 ve Çizelge 5.16). k_0 -IAEA ve Kayzero for Windows programları ile uygulanan k_0 standardizasyon yönteminin kalite kontrol testi deneysel değerlerin sertifika değerine oranının ve E_n sayısının hesaplanması ile yapılmıştır (Şekil 5.14 ve 5.15). Örnek k_0 -IAEA ve Kayzero for Windows analiz raporları ise sırasıyla Şekil E.1 ve F.1'de görülebilir.



Şekil 5.14 : 21.11.2014 ışınlanması toprak örnekleri k_0 -IAEA kalite kontrol testi.



Şekil 5.15 : 21.11.2014 ışınlanması toprak örnekleri Kayzero for Windows kalite kontrol testi.

Ag'ün YT değerleri rapor edilmediğinden, Ag sadece NIST SRM 2711'de belirlenmiştir. Belirsizlik k_0 -IAEA ile %76, Kayzero for Windows ile %28 olarak hesaplanmıştır. NIST ve YT örnekleri için elde edilen değerler verilenlerle uyumludur ($E_n \leq 1$).

As konsantrasyonlarındaki belirsizlik k_0 -IAEA ile %26-%85, Kayzero for Windows ile %8-%14 aralığında belirlenmiştir. NIST ve YT örnekleri için elde edilen değerler verilenlerle uyumludur ($E_n \leq 1$).

Ba, sadece Kayzero for Windows ile belirlenebilmiştir. YT-T2 ve YT-T4'de Ba miktarı belirleme sınırlarından düşüktür. Diğer örneklerde NIST ve YT örnekleri için elde edilen değerler verilenlerle uyumludur ($E_n \leq 1$).

Br konsantrasyonlarındaki belirsizlik k_0 -IAEA ile %23-%90, Kayzero for Windows ile %9-%26 aralığında belirlenmiştir. NIST ve YT örnekleri için elde edilen değerler verilenlerle uyumludur ($E_n \leq 1$).

Cd her iki programla sadece NIST SRM 2711'de belirlenebilmiştir. YT örneklerinde Cd miktarı belirleme sınırlarından düşüktür. Ölçüm belirsizliği k_0 -IAEA ile %69, Kayzero for Windows ile %26 hesaplanmıştır. k_0 -IAEA ile ölçülen değer NIST değeri ile uyumluyken ($E_n \leq 1$), Kayzero for Windows ile ölçülen değer için $E_n > 1$ bulunmuştur.

Ce sadece Kayzero for Windows ile belirlenebilmiştir. YT-T4 örneğinde Ce miktarı belirleme sınırından düşüktür. NIST SRM 2711 ve YT-T1 için $E_n > 1$ bulunmuştur. Diğer örneklerde YT örnekleri için elde edilen değerler verilenlerle uyumludur ($E_n \leq 1$).

Co konsantrasyonlarındaki belirsizlik k_0 -IAEA ile %21-%63, Kayzero for Windows ile %8-%10 aralığında belirlenmiştir. NIST SRM 2711'de k_0 -IAEA ile ölçülen değer NIST değeri ile uyumluyken ($E_n \leq 1$), Kayzero for Windows ile ölçülen değer için $E_n > 1$ bulunmuştur. Diğer örneklerde YT örnekleri için elde edilen değerler verilenlerle uyumludur ($E_n \leq 1$).

Cr konsantrasyonlarındaki belirsizlik k_0 -IAEA ile %21-%43, Kayzero for Windows ile %7-%21 aralığında belirlenmiştir. Cr konsantrasyonu NIST SRM 2711'de her iki

programla, YT-T3'de ise k_0 -IAEA ile belirlenememiştir. Diğer örnekler için k_0 -IAEA ile ölçülen değerler verilen YT değerleri ile uyumluyken ($E_n \leq 1$), Kayzero for Windows ile ölçülen YT-T4 değeri için $E_n > 1$ bulunmuştur.

Cs konsantrasyonlarındaki belirsizlik k_0 -IAEA ile %32-%48, Kayzero for Windows ile %7-%16 aralığında belirlenmiştir. NIST ve YT örnekleri için elde edilen değerler verilenlerle uyumludur ($E_n \leq 1$).

Fe konsantrasyonlarındaki belirsizlik k_0 -IAEA ile %18-%65, Kayzero for Windows ile %7-%25 aralığında belirlenmiştir. YT-T2 ve YT-T3'de k_0 -IAEA ile ölçülen değerler için, YT-T1, YT-T3 ve YT-T4'de Kayzero for Windows ile ölçülen değerler için $E_n > 1$ bulunmuştur.

Hf'un YT değerleri rapor edilmediğinden sadece NIST SRM 2711'de k_0 -IAEA ile belirlenmiştir. Element konsantrasyonundaki belirsizlik %78'dir. NIST için elde edilen değerler verilenlerle uyumludur ($E_n \leq 1$).

K konsantrasyonlarındaki belirsizlik k_0 -IAEA ile %26-%63, Kayzero for Windows ile %9-%20 aralığında belirlenmiştir. k_0 -IAEA ile ölçülen değerler NIST ve YT örnekleri için verilenlerle uyumluyken ($E_n \leq 1$), YT-T1, YT-T2 ve YT-T3'de Kayzero for Windows ile ölçülen değerler için $E_n > 1$ bulunmuştur.

La konsantrasyonlarındaki belirsizlik k_0 -IAEA ile %17-%35, Kayzero for Windows ile %8-%11 aralığında belirlenmiştir. NIST SRM 2711 ve YT-T2'de k_0 -IAEA ile ölçülen değerler için ve NIST SRM 2711 ve YT-T1'de Kayzero for Windows ile ölçülen değerler için $E_n > 1$ olarak bulunmuştur. La konsantrasyonu YT-T4'de Kayzero for Windows ile belirlenememiştir.

Na konsantrasyonlarındaki belirsizlik k_0 -IAEA ile %17-%18 aralığında, Kayzero for Windows ile %7 olarak belirlenmiştir. k_0 -IAEA ile ölçülen değerler NIST ve YT örnekleri için verilen değerlerle uyumluyken ($E_n \leq 1$), YT-T1 ve YT-T3'de Kayzero for Windows ile ölçülen değerler için $E_n > 1$ bulunmuştur.

Rb konsantrasyonlarındaki belirsizlik k_0 -IAEA ile %19-%20, Kayzero for Windows ile %9-%23 aralığında belirlenmiştir. k_0 -IAEA ile ölçülen değerler, NIST ve YT

örnekleri için verilen değerler ile uyumluysen ($E_n \leq 1$), YT-T4'de Kayzero for Windows ile ölçülen değer için $E_n > 1$ bulunmuştur.

Sb konsantrasyonlarındaki belirsizlik k_0 -IAEA ile %28-%89, Kayzero for Windows ile %9-%15 aralığında belirlenmiştir. k_0 -IAEA ile ölçülen değerler, NIST ve YT örnekleri için verilen değerler ile uyumluysen ($E_n \leq 1$), NIST SRM 2711'de Kayzero for Windows ile ölçülen değer için $E_n > 1$ bulunmuştur.

Sc konsantrasyonlarındaki belirsizlik k_0 -IAEA ile %18-%22 aralığında, Kayzero for Windows ile %7 olarak belirlenmiştir. k_0 -IAEA ile ölçülen değerler NIST ve YT örnekleri için verilen değerler ile uyumluysen ($E_n \leq 1$), ISE-3'de Kayzero for Windows ile ölçülen değer için $E_n > 1$ bulunmuştur.

Sm'un YT değerleri rapor edilmediğinden sadece NIST SRM 2711'de k_0 -IAEA ile belirlenmiştir. Element konsantrasyonundaki belirsizlik %42 hesaplanmıştır. Ölçülen değer ile verilen NIST değeri uyumludur ($E_n \leq 1$).

Th konsantrasyonlarındaki belirsizlik k_0 -IAEA ile %22-%30, Kayzero for Windows ile %8-%27 aralığında belirlenmiştir. k_0 -IAEA ile ölçülen değerler, NIST ve YT örnekleri için verilen ile uyumluysen ($E_n \leq 1$), NIST SRM 2711'de Kayzero for Windows ile ölçülen değer için $E_n > 1$ bulunmuştur. YT-T2'de Th konsantrasyonu Kayzero for Windows ile belirlenememiştir.

U konsantrasyonlarındaki belirsizlik k_0 -IAEA ile %31-%64, Kayzero for Windows ile %15-%33 aralığında belirlenmiştir. NIST SRM 2711 ve YT-T2'deki U miktarı, k_0 -IAEA ile hesaplanan belirleme sınırlarından düşüktür. YT-T2 ve YT-T4'deki U miktarı da Kayzero for Windows ile hesaplanan belirleme sınırlarından düşüktür. YT-T4'de k_0 -IAEA ile ve NIST SRM 2711'de Kayzero for Windows ile ölçülen değerler için $E_n > 1$ bulunmuştur.

Zr, sadece Kayzero for Windows ile belirlenebilmiştir. NIST SRM 2711 ve YT-T4'de Zr miktarı belirleme sınırlarından düşüktür. Diğer örneklerde ölçülen değerler verilen YT değerleri ile uyumludur ($E_n \leq 1$).

Çizelge 5.15 : 21.11.2014 tarihli ışınlama için toprak örnekleri k_0 -IAEA sonuçları.

| Element (mg·kg ⁻¹) | NIST SRM 2711 | | | YT-T1 | | | YT-T2 | | | YT-T3 | | | YT-T4 | | |
|-----------------------------------|----------------|-----------------------|-------|---------------|-----------------------|-------|---------------|-----------------------|--------|---------------|-----------------------|-------|---------------|-----------------------|-------|
| | NIST değeri | $x_{lab} \pm u_{lab}$ | LOD | Verilen değer | $x_{lab} \pm u_{lab}$ | LOD | Verilen değer | $x_{lab} \pm u_{lab}$ | LOD | Verilen değer | $x_{lab} \pm u_{lab}$ | LOD | Verilen değer | $x_{lab} \pm u_{lab}$ | LOD |
| Ag | 4,63±0,39 | 3,7±2,8 | 0,37 | NR | - | - | NR | - | - | NR | - | - | NR | - | - |
| As | 105±8 | 92±24 | 0,9 | 17,42±3,28 | 16±6 | 0,27 | 1,718±0,454 | 1,3±1,1 | 0,046 | 5,567±1,558 | 4,0±1,0 | 0,07 | 9,707±2,070 | 8,4±2,5 | 0,19 |
| Br | (5) | 3,1±2,8 | 0,7 | 6,656±1,164 | 5,7±2,3 | 0,27 | 6,155±1,940 | 4,2±1,0 | 0,049 | 9,030±2,886 | 6,4±1,5 | 0,07 | 4,962±0,936 | 4,4±1,3 | 0,19 |
| Cd | 41,7±0,25 | 36±25 | 8 | 0,4963±0,9926 | - | 2,2 | 0,1058±0,3152 | - | 0,37 | 0,2823±0,1984 | - | 0,5 | 0,8024±0,2260 | - | 1,5 |
| Co | (10) | 8,8±2,7 | 0,10 | 14,78±2,00 | 13,8±2,9 | 0,09 | 0,9092±0,3152 | 0,69±0,26 | 0,029 | 1,12±0,38 | 0,8±0,5 | 0,039 | 8,763±1,608 | 8,3±1,9 | 0,06 |
| Cr | (47) | - | 200 | 98,30±18,06 | 127±36 | 1,1 | 36,06±13,12 | 42±9 | 0,31 | 45,69±14,98 | - | 148 | 79,91±15,32 | 102±44 | 0,7 |
| Cs | (6,1) | 5,2±1,8 | 0,10 | 9,230±1,646 | 8,4±2,7 | 0,08 | 0,7579±0,1710 | 0,58±0,27 | 0,019 | 1,343±0,286 | 1,04±0,41 | 0,027 | 2,930±,546 | 2,1±1,0 | 0,044 |
| Fe | 28900±600 | 25000±5000 | 120 | 33470±3220 | 31000±6000 | 110 | 2541±608 | 1500±500 | 28 | 3972±836 | 2000±1300 | 38 | 19380±2060 | 17400±3200 | 70 |
| Hf | (7,3) | 5,9±4,6 | 0,06 | NR | - | - | NR | - | - | NR | - | - | NR | - | - |
| K | 24500±800 | 23000±6000 | 1700 | 19409±1938 | 16000±10000 | 600 | 6382±662 | 5300±1900 | 100 | 8848±1146 | 7600±3200 | 170 | 15895±1756 | 15000±7000 | 480 |
| La | (40) | 31±6 | 0,37 | 37,74±4,34 | 32±6 | 0,19 | 4,468±1,546 | 2,0±0,7 | 0,024 | 8,381±2,372 | 5,9±1,1 | 0,043 | 32,2±4,1 | 27,6±4,8 | 0,14 |
| Na | 11400±300 | 12000±2000 | 30 | 6315±698 | 5400±900 | 12 | 2262±612 | 1990±340 | 1,7 | 3710±638 | 3000±500 | 3,9 | 6985±704 | 6800±1200 | 12 |
| Rb | (110) | 99±20 | 5 | 114,5±12,2 | 106±21 | 3,7 | 24,3±4,14 | 26±5 | 1,1 | 37,23±5,74 | 36±7 | 1,6 | 73,12±6,94 | 59±12 | 2,6 |
| Sb | 19,4±1,8 | 18±5 | 0,19 | 1,171±0,190 | 1,2±0,6 | 0,07 | 0,3165±0,1104 | 0,27±0,24 | 0,011 | 0,6205±0,3272 | 0,46±0,14 | 0,46 | 0,8888±0,2636 | 0,61±0,32 | 0,043 |
| Sc | (9) | 8,8±1,6 | 0,018 | 11,57±1,36 | 11,2±2,0 | 0,016 | 0,8660±0,3386 | 0,83±0,18 | 0,0038 | 1,493±0,232 | 1,18±0,24 | 0,006 | 7,139±1,144 | 6,9±1,3 | 0,011 |
| Sm | (5,9) | 5,2±2,2 | 0,031 | NR | - | - | NR | - | - | NR | - | - | NR | - | - |
| Th | (14) | 11,5±3,4 | 0,09 | 11,40±2,38 | 10,5±2,9 | 0,07 | 1,341±0,638 | 1,30±0,33 | 0,017 | 2,639±0,988 | 2,7±0,6 | 0,027 | 9,614±2,156 | 9,2±2,6 | 0,047 |
| U | (2,6) | - | 7 | 2,946±0,562 | 2,6±1,5 | 0,044 | 0,5238±0,2444 | - | 1,5 | 1,056±0,220 | 1,14±0,35 | 0,008 | 2,810±0,752 | 1,4±0,9 | 0,030 |

(): sertifikalandırılmamış değer, NR: rapor edilmemiş değer.

Çizelge 5.16 : 21.11.2014 tarihli ışınlama için toprak örnekleri Kayzero for Windows sonuçları.

| Element (mg·kg ⁻¹) | NIST SRM 2711 | | | YT-T1 | | | YT-T2 | | | YT-T3 | | | YT-T4 | | |
|-----------------------------------|----------------|------------------------------------|--------|---------------|------------------------------------|--------|---------------|------------------------------------|---------|---------------|------------------------------------|--------|---------------|------------------------------------|---------|
| | NIST değeri | x _{lab} ±u _{lab} | LOD | Verilen değer | x _{lab} ±u _{lab} | LOD | Verilen değer | x _{lab} ±u _{lab} | LOD | Verilen değer | x _{lab} ±u _{lab} | LOD | Verilen değer | x _{lab} ±u _{lab} | LOD |
| Ag | 4,63±0,39 | 3,6±1,0 | 1,9 | NR | - | - | NR | - | - | NR | - | - | NR | - | - |
| As | 105±8 | 103±14 | 2,5 | 17,42±3,28 | 16,5±1,3 | 1,0 | 1,718±0,454 | 1,31±0,17 | 0,28 | 5,567±1,558 | 4,18±0,49 | 0,31 | 9,707±2,070 | 8,7±1,2 | 0,7 |
| Ba | 726±38 | 690±80 | 28 | 446,9±66,6 | - | 550 | 146,0±35,4 | 146±49 | 7 | 196,7±30,8 | 190±70 | 9 | 386,8±58,4 | - | 400 |
| Br | (5) | 5,8±1,5 | 2,3 | 6,656±1,164 | 6,3±0,6 | 1,1 | 6,155±1,940 | 5,5±0,7 | 0,33 | 9,030±2,886 | 6,6±0,7 | 0,28 | 4,962±0,936 | 4,97±0,44 | 0,7 |
| Cd | 41,7±0,25 | 31±8 | 15 | 0,4963±0,9926 | - | 7 | 0,1058±0,3152 | - | 2,8 | 0,2823±0,1984 | - | 1,8 | 0,8024±0,2260 | - | 4,0 |
| Ce | (69) | 45±6 | 0,44 | 73,96±16,82 | 33,9±3,4 | 0,15 | 8,643±4,088 | 7,2±0,5 | 0,17 | 16,07±4,86 | 14,8±1,2 | 0,24 | 67,24±13,70 | - | 100 |
| Co | (10) | 8,5±0,8 | 0,039 | 14,78±2,00 | 13,2±1,0 | 0,07 | 0,9092±0,3152 | 0,70±0,07 | 0,012 | 1,12±0,38 | 0,71±0,11 | 0,017 | 8,763±1,608 | 7,8±0,8 | 0,0028 |
| Cr | (47) | - | 150 | 98,30±18,06 | 79±11 | 4,5 | 36,06±13,12 | 37,3±2,7 | 1,0 | 45,69±14,98 | 37,2±2,7 | 1,4 | 79,91±15,32 | 29±6 | 0,22 |
| Cs | (6,1) | 5,5±0,5 | 0,36 | 9,230±1,646 | 9,5±0,7 | 0,6 | 0,7579±0,1710 | 0,82±0,13 | 0,12 | 1,343±0,286 | 1,40±0,22 | 0,16 | 2,930±,546 | 2,87±0,29 | 0,024 |
| Fe | 28900±600 | 28000±7000 | 120 | 33470±3220 | 28200±2000 | 180 | 2541±608 | 2230±160 | 34 | 3972±836 | 2710±210 | 50 | 19380±2060 | 16200±1100 | 8 |
| K | 24500±800 | 20500±4000 | 3700 | 19409±1938 | 14000±2000 | 1400 | 6382±662 | 5040±460 | 390 | 8848±1146 | 7200±700 | 410 | 15895±1756 | 13700±1600 | 1000 |
| La | (40) | 33,0±2,5 | 0,9 | 37,74±4,34 | 31,5±2,6 | 0,39 | 4,468±1,546 | 3,77±0,40 | 0,10 | 8,381±2,372 | 6,11±0,47 | 0,11 | 32,2±4,1 | - | 45 |
| Na | 11400±300 | 10700±800 | 15 | 6315±698 | 4820±340 | 6 | 2262±612 | 1830±130 | 2,4 | 3710±638 | 2780±190 | 1,7 | 6985±704 | 6430±450 | 4,1 |
| Rb | (110) | 92±21 | 18 | 114,5±12,2 | 97±19 | 22 | 24,3±4,14 | 23,2±3,1 | 4,6 | 37,23±5,74 | 31,9±4,1 | 7 | 73,12±6,94 | 54±5 | 1,2 |
| Sb | 19,4±1,8 | 16,5±1,5 | 0,45 | 1,171±0,190 | 1,17±0,15 | 0,29 | 0,3165±0,1104 | 0,273±0,040 | 0,08 | 0,6205±0,3272 | 0,50±0,05 | 0,08 | 0,8888±0,2636 | 0,74±0,10 | 0,17 |
| Sc | (9) | 8,2±0,6 | 0,0014 | 11,57±1,36 | 10,0±0,7 | 0,0021 | 0,8660±0,3386 | 0,72±0,05 | 0,00049 | 1,493±0,232 | 1,01±0,07 | 0,0007 | 7,139±1,144 | 6,13±0,43 | 0,00009 |
| Th | (14) | 9,2±1,2 | 0,06 | 11,40±2,38 | 9,3±0,9 | 0,08 | 1,341±0,638 | - | 1,5 | 2,639±0,988 | 2,6±0,7 | 0,026 | 9,614±2,156 | 8,9±0,7 | 0,0037 |
| U | (2,6) | 1,8±0,6 | 0,12 | 2,946±0,562 | 2,1±0,7 | 0,06 | 0,5238±0,2444 | - | 1,0 | 1,056±0,220 | 1,04±0,16 | 0,015 | 2,810±0,752 | - | 3,5 |
| Zr | (230) | | 290 | 248,7±22,4 | - | 350 | 118,9±31,2 | 106±26 | 80 | 254,8±58,6 | 230±70 | 1,2 | 582,1±91,2 | 480±140 | 19 |

(): sertifikalandırılmamış değer, NR: rapor edilmemiş değer.

Bitki örnekleri analiz sonuçları

NIST SRM 1547, YT-B1, YT-B2, YT-B3 ve YT-B4 örneklerinde Ba, Br, Eu, K, La, Na, Rb, Sc, Sm, Tb ve Zn elementleri incelenmiştir (Çizelge 5.17 ve Çizelge 5.18). k_0 -IAEA ve Kayzero for Windows programları ile uygulanan k_0 standardizasyon yönteminin kalite kontrol testi deneysel değerin sertifika değerine oranının ve E_n sayısının hesaplanması ile yapılmıştır (Şekil 5.16 ve 5.17).

Ba sadece NIST SRM 1547’de belirlenmiştir. YT örneklerinde Ba konsantrasyonları belirleme sınırlarından düşüktür. Ba konsantrasyonundaki belirsizlik k_0 -IAEA ile %60, Kayzero for Windows ile %25 olarak belirlenmiştir. NIST için verilen ve ölçülen değeri uyumludur ($E_n \leq 1$).

Br konsantrasyonlarındaki belirsizlik k_0 -IAEA ile %22-%38, Kayzero for Windows ile %7-%14 aralığındadır. Br, YT-B3’te k_0 -IAEA ile, YT-B4’te her iki program ile belirlenememiştir. Diğer örneklerde NIST ve YT örnekleri için elde edilen değerler, verilenlerle uyumludur ($E_n \leq 1$).

Eu’un YT değerleri rapor edilmediğinden sadece NIST SRM 1547’de belirlenmiştir. Belirsizlik k_0 -IAEA ile %20, Kayzero for Windows ile %7 olarak hesaplanmıştır. Her iki programla ölçülen değerler verilen NIST değeri ile uyumludur ($E_n \leq 1$).

Fe konsantrasyonlarındaki belirsizlik k_0 -IAEA ile %18-%46, Kayzero for Windows ile %16-%24 aralığındadır. Fe, YT-B2’de Kayzero for Windows ile, YT-B3 ve YT-B4’te her iki program ile belirlenememiştir. Diğer örnekler için k_0 -IAEA ile ölçülen değerler NIST ve YT örnekleri için verilen değerlerle uyumludur ($E_n \leq 1$). NIST SRM 1547’de Kayzero for Windows ile ölçülen değer için $E_n > 1$ bulunmuştur.

K konsantrasyonlarındaki belirsizlik k_0 -IAEA ile %18-%67, Kayzero for Windows ile %7-%10 aralığındadır. Potasyum, YT-B3’te Kayzero for Windows ile belirlenememiştir. k_0 -IAEA ile ölçülen değerler, verilen NIST ve YT örnekleri değerleri ile uyumludur ($E_n \leq 1$). NIST SRM 1547 ve YT-B1’de Kayzero for Windows ölçülen değerler için $E_n > 1$ bulunmuştur.

La’nın YT değerleri rapor edilmediğinden sadece NIST SRM 1547’de belirlenmiştir. La konsantrasyonundaki belirsizlik k_0 -IAEA ile %18, Kayzero for Windows ile %7

hesaplanmıştır. k_0 -IAEA ile ölçülen değer, verilen NIST değeri ile uyumludur ($E_n \leq 1$). Kayzero for Windows ile ölçülen değer için $E_n > 1$ bulunmuştur.

Na konsantrasyonlarındaki belirsizlik k_0 -IAEA ile %16-%18, Kayzero for Windows ile %7-%10 aralığındadır. YT örneklerinde her iki programla ölçülen değerler YT değerleri ile uyumludur ($E_n \leq 1$). NIST SRM 1547'de Na'un sertifikalandırılmış değeri $24 \pm 2 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 'dir. Ancak ölçülen değerler k_0 -IAEA ile $56 \pm 10 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$, Kayzero for Windows ile $40,8 \pm 3,5 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ 'dir. Deneysel değerler ve sertifika değeri arasında yüksek bir fark olduğu [$E_n (k_0\text{-IAEA})=3,1$ ve $E_n (\text{Kayzero for Windows})=4,2$] görülmektedir. Ancak YT örneklerinin sonuçları dikkate alındığında NIST SRM 1547'deki bu fark beklenen bir fark değildir. Daha önce yapılan çalışmalarda NIST SRM 1547'deki Na konsantrasyonu incelendiğinde bu çalışmada Kayzero for Windows ile belirlenen deneysel değer bu çalışmalarda ölçülen değerler ile uyumlu olduğu belirlenmiştir (Kubešová ve Kučera, 2011; Smodiš ve diğ., 2014).

Rb konsantrasyonlarındaki belirsizlik k_0 -IAEA ile %22-%33 aralığında, Kayzero for Windows ile %14 olarak bulunmuştur. Rb, YT-B2 ve YT-B4'te Kayzero for Windows ile belirlenememiştir. k_0 -IAEA ile ölçülen değerler, verilen NIST ve YT değerleri ile uyumludur. NIST SRM 1547'de Kayzero for Windows ile ölçülen değer için $E_n > 1$ bulunmuştur.

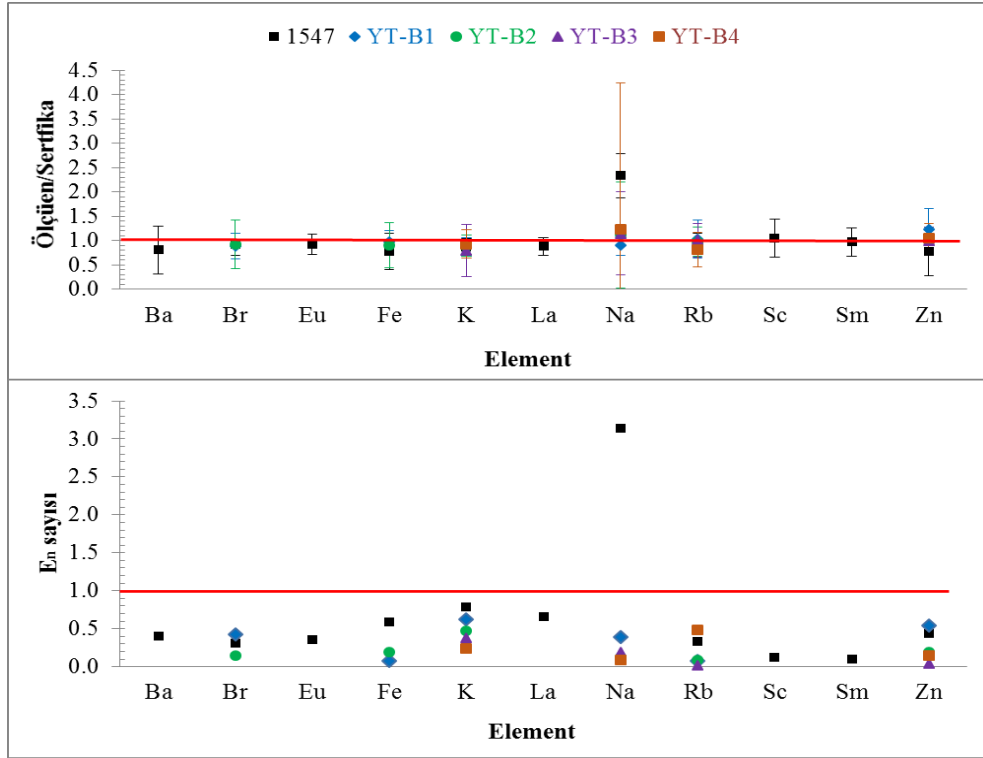
Sc'un YT değerleri rapor edilmediğinden sadece NIST SRM 1547'de belirlenmiştir. Belirsizlik k_0 -IAEA ile %36, Kayzero for Windows ile %11 hesaplanmıştır. Her iki program ile ölçülen değerler, verilen NIST değeri ile uyumludur ($E_n \leq 1$).

Sm'un YT değerleri rapor edilmediğinden sadece NIST SRM 1547'de belirlenmiştir. Belirsizlik k_0 -IAEA ile %28, Kayzero for Windows ile %7 hesaplanmıştır. Her iki program ile ölçülen değerler, verilen NIST değeri ile uyumludur ($E_n \leq 1$).

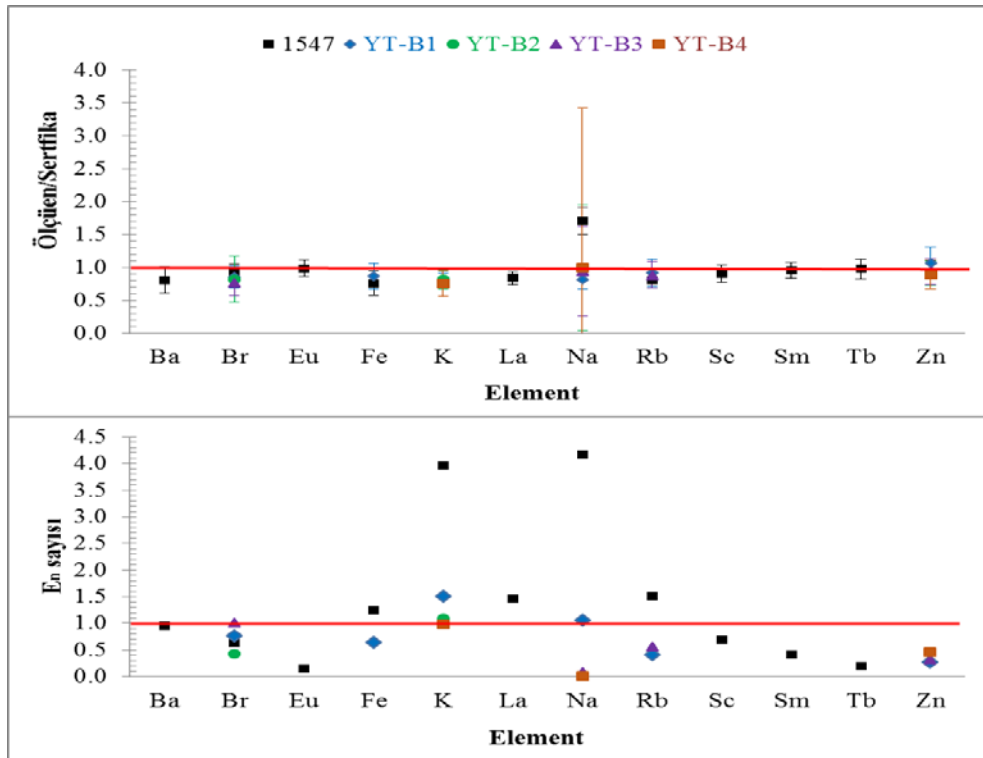
Tb'un YT değerleri rapor edilmediğinden sadece NIST SRM 1547'de Kayzero for Windows ile belirlenmiştir. Belirsizlik %11'dir ve ölçülen değer verilen NIST değeri ile uyumludur ($E_n \leq 1$).

Zn konsantrasyonlarındaki belirsizlik k_0 -IAEA ile %20-%64, Kayzero for Windows ile %8-%13 aralığındadır. NIST SRM 1547'de Kayzero for Windows ile

belirlenmemiştir. Her iki program ile ölçülen değerler verilen NIST ve YT değerleri ile uyumludur ($E_n \leq 1$).



Şekil 5.16 : 21.11.2014 ışınlaması bitki örnekleri k_0 -IAEA kalite kontrol testi.



Şekil 5.17 : 21.11.2014 ışınlaması bitki örnekleri Kayzero for Windows kalite kontrol testi.

Çizelge 5.17 : 21.11.2014 tarihli ışınlama için bitki örnekleri k_0 -IAEA sonuçları.

| Element (mg·kg ⁻¹) | NIST SRM 1547 | | | YT-B1 | | | YT-B2 | | | YT-B3 | | | YT-B4 | | |
|-----------------------------------|----------------|-----------------------|--------|---------------|-----------------------|------|---------------|-----------------------|-------|------------------|-----------------------|------|---------------|-----------------------|------|
| | NIST değeri | $x_{lab} \pm u_{lab}$ | LOD | Verilen değer | $x_{lab} \pm u_{lab}$ | LOD | Verilen değer | $x_{lab} \pm u_{lab}$ | LOD | Verilen değer | $x_{lab} \pm u_{lab}$ | LOD | Verilen değer | $x_{lab} \pm u_{lab}$ | LOD |
| Ba | 124±4 | 100±60 | 7 | 10,84±4,16 | - | 12 | 0,6711±0,1428 | - | 4,9 | 14,45±3,06 | - | 20 | 0,1035±0,1418 | - | 4,1 |
| Br | (11) | 10,2±2,3 | 0,06 | 23,87±4,44 | 21,1±4,7 | 0,17 | 0,8784±0,3434 | 0,81±0,31 | 0,047 | 1,243±0,260 | - | 2,5 | 0,1049±0,0594 | - | 1,5 |
| Eu | (0,17) | 0,157±0,032 | 0,0025 | NR | - | - | NR | - | - | NR | - | - | NR | - | - |
| Fe | 218±14 | 170±80 | 28 | 519,9±81,4 | 510±90 | 70 | 90,53±20,96 | 82±38 | 20 | 76,49±21,64 | - | 167 | 8,109±6,370 | - | 19 |
| K | 24300±300 | 21300±3800 | 110 | 26070±3220 | 22800±4100 | 180 | 49330±7980 | 44000±8000 | 100 | 11290±1180 | 9000±6000 | 60 | 929±220 | 860±180 | 30 |
| La | (9) | 7,9±1,4 | 0,039 | NR | - | - | NR | - | - | NR | - | - | NR | - | - |
| Na | 24±2 | 56±10 | 0,8 | 3291±540 | 3000±500 | 4,1 | 27,76±26,72 | 31±5 | 0,7 | 36,57±26,2 | 42±7 | 0,48 | 9,27±22,64 | 11,4±2,0 | 0,29 |
| Rb | 19,7±1,2 | 18,3±4,1 | 1,6 | 34,946±6,062 | 36±12 | 3,2 | 3,283±0,714 | 3,2±0,7 | 0,9 | 11,222±1,894 | 11,3±3,4 | 0,9 | 1,839±0,496 | 1,5±0,5 | 1,0 |
| Sc | (0,04) | 0,042±0,015 | 0,0027 | NR | - | - | NR | - | - | NR | - | - | NR | - | - |
| Sm | (1) | 0,97±0,27 | 0,0021 | NR | - | - | NR | - | - | NR | - | - | NR | - | - |
| Zn | 17,9±0,4 | 14±9 | 1,6 | 32,67±5,96 | 40±12 | 3,3 | 53,71±5,07 | 56±11 | 1,3 | 31,36±6,02 | 31±7 | 0,9 | 14,26±3,14 | 14,9±3,0 | 1,2 |

(): sertifikalandırılmamış değer, NR: rapor edilmemiş değer.

Çizelge 5.18 : 21.11.2014 tarihli ışınlama için bitki örnekleri Kayzero for Windows sonuçları.

| Element (mg·kg ⁻¹) | NIST SRM 1547 | | | YT-B1 | | | YT-B2 | | | YT-B3 | | | YT-B4 | | |
|-----------------------------------|----------------|------------------------------------|---------|---------------|------------------------------------|-----|---------------|------------------------------------|------|---------------|------------------------------------|-------|---------------|------------------------------------|------|
| | NIST değeri | X _{lab} ±U _{lab} | LOD | Verilen değer | X _{lab} ±U _{lab} | LOD | Verilen değer | X _{lab} ±U _{lab} | LOD | Verilen değer | X _{lab} ±U _{lab} | LOD | Verilen değer | X _{lab} ±U _{lab} | LOD |
| Ba | 124±4 | 100±25 | 6 | 10,84±4,16 | - | 80 | 0,6711±0,1428 | - | 35 | 14,45±3,06 | - | 32 | 0,1035±0,1418 | - | 41 |
| Br | (11) | 10,1±0,9 | 0,42 | 23,87±4,44 | 20,3±1,5 | 1,1 | 0,8784±0,3434 | 0,72±0,13 | 0,36 | 1,243±0,260 | 0,95±0,13 | 0,22 | 0,1049±0,0594 | - | 0,25 |
| Eu | (0,17) | 0,167±0,012 | 0,0027 | NR | - | - | NR | - | - | NR | - | - | NR | - | - |
| Fe | 218±14 | 165±40 | 30 | 519,9±81,4 | 450±70 | 150 | 90,53±20,96 | - | 170 | 76,49±21,64 | - | 120 | 8,109±6,370 | - | 33 |
| K | 24300±300 | 19000±1300 | 250 | 26070±3220 | 20700±1500 | 500 | 49330±7980 | 40100±2800 | 180 | 11290±1180 | - | 14200 | 929±220 | 700±70 | 30 |
| La | (9) | 7,5±0,5 | 0,13 | NR | - | - | NR | - | - | NR | - | - | NR | - | - |
| Na | 24±2 | 40,8±3,5 | 1,7 | 3291±540 | 2680±190 | 3,8 | 27,76±26,72 | 27,4±2,8 | 1,2 | 36,57±26,2 | 34,3±2,7 | 0,8 | 9,27±22,64 | 9,2±0,8 | 0,41 |
| Rb | 19,7±1,2 | 15,9±2,2 | 3,5 | 34,946±6,062 | 31,8±4,5 | 7 | 3,283±0,714 | - | 8,4 | 11,222±1,894 | 9,9±1,4 | 2,0 | 1,839±0,496 | - | 3,5 |
| Sc | (0,04) | 0,0361±0,0039 | 0,00036 | NR | - | - | NR | - | - | NR | - | - | NR | - | - |
| Sm | (1) | 0,95±0,7 | 0,0036 | NR | - | - | NR | - | - | NR | - | - | NR | - | - |
| Tb | (0,1) | 0,097±0,011 | 0,006 | NR | - | - | NR | - | - | NR | - | - | NR | - | - |
| Zn | 17,9±0,4 | - | 25 | 32,67±5,96 | 34,7±4,6 | 3,6 | 53,71±5,07 | 48,8±3,8 | 1,6 | 31,36±6,02 | 29,3±2,5 | 1,4 | 14,26±3,14 | 12,7±1,4 | 0,45 |

(): sertifikalandırılmamış değer, NR: rapor edilmemiş değer.

6. FİTOREMEDİASYON ÇALIŞMASI İÇİN BİTKİLERİN VE TOPRAKLARIN ENSTRÜMENTAL NÖTRON AKTİVASYON ANALİZİ

Çevresel örneklerin element konsantrasyonlarının belirlenmesi, INAA yönteminin en yaygın olarak uygulandığı alanlardan biridir. Bu nedenle İTÜ TRIGA Mark II araştırma reaktöründe yapılan INAA standardizasyon çalışmalarına ek olarak, INAA yönteminin çevresel örneklerle uygulanması amacıyla “TÜBİTAK 2214-A Yurt Dışı Doktora Sırası Araştırma Burs Programı” kapsamında 01.02.2015–30.07.2015 tarihleri arasında CAS NPI’da “Bitkilerin ve Toprakların Fitoremediasyon Çalışması için Enstrümental Nötron Aktivasyon Analizi” başlıklı araştırma yürütülmüştür. Yürütülen bu araştırma INAA için örnek hazırlanması, kısa ve uzun süreli ışınlamaların yapılması, gama ışını spektrumlarının ölçülmesi ve Kayzero for Windows programı ile element konsantrasyonlarının belirlenmesi çalışmalarını kapsamaktadır.

6.1 Amaç

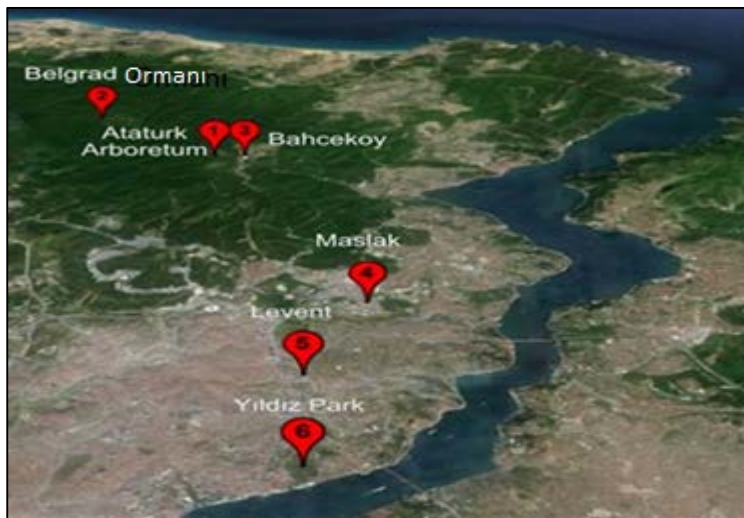
Fitoremediasyon çevre kirleticilerinin giderilmesi için bitkilerin kullanıldığı bitkisel arıtım tekniğidir (Golubev, 2011). Liken, yosun ve ağaç gibi bitkilerin çeşitli metalleri ve eser elementleri biriktirme özellikleri vardır ve bu bitkilerin bazı kısımları (kök, kabuk, dal ve yaprak) fitoremediasyon çalışmalarında biyomonitör olarak kullanılır. Toprağın içerdiği eser element ve/veya metal kirleticilerin çeşitli bitkiler tarafından topraktan alınması ile ilgili birçok araştırma gerçekleştirilmiştir (Martínez-Sánchez ve diğ., 2012; Hahner ve diğ., 2014; Galal and Shehata, 2015). EDPXRF (polarize X-ışını floresans spektrometrisi), FAAS (alevli atomik absorpsiyon spektrofotometrisi), GFAAS (grafit fırın atomik absorpsiyon spektrometrisi), ICP-MS (endüktif eşleşmiş plazma kütle spektrometrisi) ve IC (iyon kromatografisi) gibi çeşitli analitik yöntemler bitkilerde ve topraklarda element analizinde kullanılmaktadır (Desideri ve diğ., 2010; Bermudez ve diğ., 2011; Abreu ve diğ., 2012; Bermudez ve diğ., 2012; Bulska ve diğ., 2012; Galal and Shehata,

2015). Ancak, bu yöntemler örnek matrisinin kimyasallar ile bozulması nedeniyle element analizinde problemlere neden olabilmektedir. Bu nedenle, INAA bitkilerde ve topraklarda element analizi için uygun bir yöntemdir (Neçemer ve diğ., 2008; Shtangeeva, 2010; Fatima ve diğ., 2013).

Son yıllarda Türkiye’de çeşitli ağaç türlerinin biyomonitör olarak kullanılmasını araştırmak amacıyla birçok çalışma yapılmıştır (Aksoy ve Öztürk, 1997; Aksoy ve Demirezen, 2006; Baycu ve diğ., 2006; Yaşar ve diğ., 2010). Bu nedenle bu çalışmada INAA yönteminin İstanbul’un çeşitli bölgelerinden toplanan bitki ve toprak örneklerine uygulanmasıyla, örneklerin içerdiği elementlerin belirlenmesiyle, incelenen bitkilerin fitoremediasyon çalışmalarında kullanılabilirliğinin araştırılması amaçlanmıştır. Belirlenen elementlerden, önemli çevre kirleticilerden olan Cr, Fe, Mn ve Zn elementlerinin sonuçları bu tez çalışmasında sunulmuştur.

6.2 Çalışma Alanı ve Örnek Toplama

Bu çalışmada biyomonitör olarak incelenmek üzere İstanbul’da yaygın olarak bulunan *Carpinus betulus* L. (adi gürgen), *Fagus orientalis* Lipsky. (doğu kayını), *Quercus petraea* (Mattuschka) Liebl. (sapsız meşe) ve *Tilia argentea* Desf. ex DC. (ihlamur) ağaç türleri seçilmiştir. Örnekler vejetasyon dönemi sonunda Eylül-Kasım 2014 tarihleri arasında Belgrad Ormanı, Atatürk Arboretumu, Bahçeköy, Maslak, Levent ve Yıldız Parkı’ndan toplanmıştır (Şekil 6.1). Yaprak örnekleri, her ağacın 4 ana yönünden yaklaşık 2 m yükseklikten; toprak örnekleri ise aynı ağaçların altından 5 cm-15 cm derinlikten alınmıştır.



Şekil 6.1 : Çalışma alanı.

6.3 Örnek Hazırlama

Yaprak örnekleri iki kısma ayrılmıştır. Örneklerin yarısı serpinti kirleticilerin giderilmesi için saf su ile yıkanmış ve uçucu elementlerin kaybını engellemek amacıyla etüvde 40°C’de kurutulmuştur. Örneklerin diğer yarısı yıkanmamıştır. Daha sonra yıkanmış ve yıkanmamış bitki örnekleri öğütülmüştür. Hem bitki örnekleri, hem de toprak örnekleri homojen örnek dağılımını sağlamak amacıyla 0.6 mm’lik elekten geçirilerek elenmiştir. 150 mg yaprak ve 50 mg toprak içeren örnekler disk şeklindeki polietilen paketlere koyulmuştur.

6.4 Işınlama ve Ölçüm

Işınlamalar Research center Řež LVR-15 reaktöründe gerçekleştirilmiştir. Çıplak üçlü-monitör ile nötron akı parametreleri belirlenmiştir. Yöntemin kalite kontrolü NIST SRM 1547, NIST SRM 2711 ve NIST SRM 1633b ile test edilmiştir.

6.4.1 Kısa süreli ışınlama

Kısa yarı ömürlü radyonüklitlerin belirlenmesi amacıyla örnekler, reaktörün H1 ışınlama kanalında 1 dakika ışınlanmıştır. Nötron akı parametreleri, her ışınlamada kullanılan Au+Mn+Rb monitör setleri ile belirlenmiştir. Bitki örnekleri için bozunma ve ölçüm süreleri 10 dakika, toprak örnekleri için ise 15 dakika seçilmiştir. PGT HPGe dedektörü (%20,3 bağıl verim, ⁶⁰Co 1332,5 keV’de enerji ayırma gücü 1,75 keV) ile gama ışını spektrumları örneğin aktivitesine bağlı olarak seçilen geometrilerde ölçülmüştür.

6.4.2 Uzun süreli ışınlama

Uzun yarı ömürlü radyonüklitlerin belirlenmesi amacıyla örnekler reaktörün H8 ışınlama kanalında 3 saat ışınlanmıştır. Nötron akı parametreleri, her ışınlamada kullanılan Au+Mo+Rb monitör setleri ile belirlenmiştir. İlk ölçümlere ışınlamadan 4 gün sonra, 2. ölçümlere ise yaklaşık 30 gün sonra başlanmıştır. Gama ışını spektrumları Canberra (%77,8 bağıl verim, ⁶⁰Co 1332,5 keV’de enerji ayırma gücü 1,87 keV) ve ORTEC (%52,9 bağıl verim, ⁶⁰Co 1332,5 keV’de enerji ayırma gücü 1,76 keV) HPGe dedektörleri ile örneğin aktivitesine bağlı olarak seçilen

geometrilere ölçülmüştür. Ölçüm süresi ilk ölçümlerde 1 saate, 2.ölçümlerde 4 saate ayarlanmıştır.

6.5 Analiz Sonuçları

Nötron akı parametreleri ve element konsantrasyonları k_0 yönteminin Kayzero for Windows programı ile uygulanmasıyla belirlenmiştir. Cr, Fe, Mn ve Zn elementlerinin konsantrasyonu ve belirleme limitleri hesaplanmıştır. Element konsantrasyonları kuru kütle bazında ve belirsizlikleri %95 güven aralığında ($k=2$) verilmiştir.

6.5.1 Nötron akı parametreleri

Nötron akı parametreleri, α , f and $F_{c,Au}$ standart sapmaları ile birlikte, gerçekleştirilen 10 kısa ve 10 uzun süreli ışınlama için Çizelge 6.1 ve 6.2’de verilmiştir.

Kısa süreli ışınlamaların sonuçları incelendiğinde nötron akı parametrelerinin ışınlamadan ışınlamaya önemli bir şekilde değişmediği görülmektedir. Bunun nedeni H1 ışınlama kanalının konfigürasyonunun sabit olmasıdır.

Çizelge 6.1 : Kısa süreli ışınlama için nötron akı parametreleri*.

| Işınlama | α | f | $F_{c,Au}$ |
|----------|-------------|----------|--------------|
| 1 | 0,038±0,004 | 24,3±0,8 | 364000±9000 |
| 2 | 0,039±0,001 | 25,5±0,2 | 332000±1800 |
| 3 | 0,044±0,006 | 24,4±0,1 | 369000±8000 |
| 4 | 0,036±0,003 | 24,6±0,3 | 374000±7000 |
| 5 | 0,042±0,005 | 24,6±0,6 | 381000±6000 |
| 6 | 0,039±0,002 | 25,1±0,5 | 366000±7000 |
| 7 | 0,039±0,006 | 24,8±0,3 | 357000±3800 |
| 8 | 0,037±0,004 | 24,6±0,6 | 389000±8000 |
| 9 | 0,035±0,001 | 25,4±0,2 | 376000±3600 |
| 10 | 0,035±0,005 | 25,1±0,9 | 380000±24000 |

* ortalama ± standart sapma, n=3.

Uzun süreli ışınlamaların sonuçları incelendiğinde nötron akı parametelerinin ışınlamadan ışınlamaya önemli bir şekilde değiştiği görülmektedir. Bunun nedeni H8 ışınlama kanalının konfigürasyonunun her ışınlamada değişmesidir. Işınlama kanalı Be bloklarla çevrelendiğinde f değeri artmakta, yakıtla çevrelendiğinde ise f değeri

azalmaktadır. Bu nedenle nötron akı parametrelerinin her ışınlamada belirlenmesinin, örneklerin içerdiği element konsantrasyonlarının doğru belirlenmesi için önemli olduğu görülmektedir.

Çizelge 6.2 : Uzun süreli ışınlama için nötron akı parametreleri*.

| İşnlama | α | f | $F_{c,Au}$ |
|---------|--------------|----------|--------------|
| 1 | 0,019±0,007 | 45,8±2,3 | 224000±3500 |
| 2 | 0,004±0,004 | 33,0±2,5 | 357000±20000 |
| 3 | 0,007±0,002 | 30,3±0,9 | 405000±7000 |
| 4 | 0,025±0,004 | 26,2±0,7 | 452000±6000 |
| 5 | 0,003±0,005 | 31,8±0,7 | 367000±10000 |
| 6 | 0,012±0,003 | 43,6±1,1 | 281000±4300 |
| 7 | 0,002±0,004 | 36,2±0,8 | 318000±11000 |
| 8 | 0,006±0,009 | 31,4±2,2 | 396000±24000 |
| 9 | -0,020±0,006 | 40,9±2,4 | 298000±14000 |
| 10 | 0,001±0,002 | 32,5±0,9 | 371000±9000 |

* ortalama ± standart sapma, n=3.

6.5.2 Referans malzemelerin analizi

NIST SRM 1547, NIST SRM 2711 ve NIST SRM 1633b referans malzemelerinin 10 ışınlamadan hesaplanan ortalama Cr, Fe, Mn ve Zn sonuçları Çizelge 6.3’de verilmiştir. Ölçülen değerler NIST SRM 1547’deki Cr haricinde, NIST değerleri ile uyumludur. NIST SRM 1547’de Cr değeri sertifikalandırılmadığından belirsizliği bilinmemektedir ve E_n sayısının hesaplanmasında NIST değerinin belirsizliği %10 kabul edilmiştir. Bu uyumsuzluğun nedeni, belirsizliğin %10 kabul edilmesinin yeterli olmaması olabilir. Cr sonuçları diğer referans malzemelerde NIST değerleri ile uyumlu olduğundan, Cr’un analizinde sistematik bir hata olmadığı düşünülmektedir.

6.5.3 Örneklerin analizi

6.5.3.1 Toprak örneklerinin element konsantrasyonları

Toprak örneklerinin element konsantrasyonları ve standart sapmaları ile belirleme limitleri Çizelge 6.4’de verilmiştir. Ölçülen element konsantrasyonları Kabata-Pendias (2011) tarafından rapor edilen dünya ortalamaları ile karşılaştırılmıştır.

En yüksek Cr konsantrasyonu Atatürk Arboretumu, en düşük Cr konsantrasyonu Belgrad Ormanı topraklarında belirlenmiştir. Bütün alanlarda ölçülen Cr konsantrasyonları dünya ortalamasından yüksektir.

En yüksek Fe konsantrasyonu Belgrad Ormanı, en düşük Fe konsantrasyonu Atatürk Arboretumu topraklarında belirlenmiştir. Bütün alanlarda ölçülen Fe konsantrasyonları dünya ortalamasından düşüktür.

En yüksek Mn konsantrasyonu Maslak, en düşük Mn konsantrasyonu Atatürk Arboretumu topraklarında belirlenmiştir. Atatürk Arboretumu dışındaki alanlarda ölçülen Mn konsantrasyonları dünya ortalamasından yüksektir.

En yüksek Zn konsantrasyonu Maslak, en düşük Zn konsantrasyonu Atatürk Arboretumu topraklarında belirlenmiştir. Atatürk Arboretumu ve Bahçeköy dışındaki alanlarda ölçülen Mn konsantrasyonları dünya ortalamasından yüksektir.

Toprak örneklerinden elde edilen sonuçlara göre Cr haricinde en düşük element konsantrasyonları Atatürk Arboretumu'nda belirlenmiştir. Buradan Atatürk Arboretumu'nun diğer alanlara göre temiz bir bölge olduğu sonucuna ulaşılabılır. Ancak bu alanda yüksek Cr konsantrasyonunun nedeninin incelenmesi gerekmektedir. Mn ve Zn konsantrasyonları şehirleşmenin yoğun olduğu alanlarda dünya ortalamalarından yüksek bulunmuştur. Bu durum nüfus ve trafik yoğunluğu ile endüstriyelleşmeden kaynaklanan çevre kirliliğiyle ilişkilendirilebilir.

6.5.3.2 Yaprak örneklerinin element konsantrasyonları

Yıkanmış ve yıkanmamış yaprak örneklerinin element konsantrasyonları ayrı ayrı belirlenerek yıkama işleminin element konsantrasyonlarına etkisi incelenmiştir. Sonuçlar yaprakların yıkanması ile element konsantrasyonlarının değişmediğini göstermiştir. Bu nedenle sadece yıkanmamış örneklerden elde edilen element konsantrasyonları Çizelge 6.5'de verilmiştir. Ölçülen element konsantrasyonları Kabata-Pendias (2011) tarafından verilen çeşitli türlerin yapraklarında toksik olabilecek element konsantrasyonları ile karşılaştırılmıştır.

Bütün ağaç türleri için en düşük Cr konsantrasyonları Atatürk Arboretumu'nda, en yüksek Cr konsantrasyonları ise şehirleşmenin yüksek olduğu alanlarda belirlenmiştir. Bununla birlikte Cr'un ağaç türü veya alana bağlı olmaksızın dar bir

aralıkta (0,92-3,52 mg·kg⁻¹) dağılım gösterdiği söylenebilir. Bütün ağaç türlerinin içerdiği Cr konsantrasyonları toksik aralıktan daha düşük bulunmuştur.

Bütün ağaç türleri için en düşük Fe konsantrasyonları Atatürk Arboretumu'nda, en yüksek Fe konsantrasyonları ise şehirleşmenin yüksek olduğu alanlarda belirlenmiştir. Bununla birlikte Fe'in de Cr gibi ağaç türü veya alana bağlı olmaksızın dar bir aralıkta (246-750 mg·kg⁻¹) dağılım gösterdiği söylenebilir. Bütün ağaç türlerinin içerdiği Fe konsantrasyonları toksik değerden daha düşük bulunmuştur.

Tilia argentea Desf. ex DC. dışında bütün ağaç türleri için en yüksek Mn konsantrasyonları Atatürk Arboretumu'nda bulunmuştur. Diğer elementlerle kıyaslandığında yaprakların içeriğindeki Mn konsantrasyonlarının geniş bir aralığa (140-3840 mg·kg⁻¹) yayıldığı görülebilir. Yapraklardaki Mn konsantrasyonları *Carpinus betulus* L. ve *Fagus orientalis* Lipsky. türlerinde Atatürk Arboretumu ve Belgrad Ormanı'nda, *Quercus petraea* (Mattuschka) Liebl. türünde Atatürk Arboretumu ve Bahçeköy'de ve *Tilia argentea* Desf. ex DC. türünde Belgrad Ormanı'nda toksik değerden yüksek belirlenmiştir.

Zn'da Cr ve Fe gibi ağaç türü veya alana bağlı olmaksızın dar bir aralıkta (17,7-41,6 mg·kg⁻¹) belirlenmiştir. Bütün ağaç türlerinin içerdiği Zn konsantrasyonları toksik değer aralığından düşük bulunmuştur.

Toprak ve yaprak örneklerinin sonuçları karşılaştırıldığında Mn konsantrasyonu hem topraklarda hem de yapraklarda dünya ortalamalarından yüksek olduğu görülmektedir. Bu sonuçlara göre, incelenen ağaç türlerinin özellikle Mn için biyomonitör olarak kullanılması önerilebilir.

Çizelge 6.3 : Referans malzemelerin analiz sonuçları.

| Element (mg·kg ⁻¹) | NIST SRM 1547 | | | | NIST SRM 2711 | | | | NIST SRM 1633b | | | |
|-----------------------------------|----------------|------------------------------------|------|----------------|----------------|------------------------------------|-----|----------------|----------------|------------------------------------|-----|----------------|
| | NIST değeri | x _{lab} ±U _{lab} | LOD | E _n | NIST değeri | x _{lab} ±U _{lab} | LOD | E _n | NIST değeri | x _{lab} ±U _{lab} | LOD | E _n |
| Cr | (1) | 1,35±0,13 | 0,18 | 2,13 | (47) | 45,5±3,3 | 1,5 | 0,03 | 198,2±4,7 | 197±14 | 2,5 | 0,08 |
| Fe | 218±14 | 206±16 | 8 | 0,56 | 28900±600 | 27800±2000 | 80 | 0,53 | 77800±2300 | 75000±5000 | 130 | 0,51 |
| Mn | 98±3 | 99±7 | 0,10 | 0,13 | 638±28 | 625±44 | 0,8 | 0,25 | 131,8±1,7 | 130±9 | 1,0 | 0,20 |
| Zn | 17,9±0,4 | 19,1±1,4 | 0,37 | 0,82 | 350,4±4,8 | 340±31 | 2,2 | 0,33 | (210) | 206±20 | 3,7 | 0,14 |

(): sertifikalandırılmamış değer

Çizelge 6.4 : Toprak örneklerinin element konsantrasyonları.

| Element (mg·kg ⁻¹) | Atatürk Arboretumu (n=3) | | Belgrad Ormanı (n=3) | | Bahçeköy (n=3) | | Maslak (n=3) | | Levent (n=3) | | Yıldız Parkı (n=6) | | Dünya ortalaması |
|-----------------------------------|-----------------------------|---------|-------------------------|---------|----------------------|---------|----------------------|---------|----------------------|---------|-----------------------|---------|---------------------|
| | x _{lab} ±SD | LOD | x _{lab} ±SD | LOD | x _{lab} ±SD | LOD | x _{lab} ±SD | LOD | x _{lab} ±SD | LOD | x _{lab} ±SD | LOD | |
| Cr | 250±100 | 1.1 | 96±11 | 1.5 | 106±24 | 1.4 | 105.7±4.5 | 1.8 | 190±170 | 1.5 | 98.8±3.7 | 1.6 | 59.5 |
| Fe (%) | 1.38±0.24 | 0.006 | 3.13±0.18 | 0.008 | 2.90±0.26 | 0.007 | 4.0±0.7 | 0.009 | 2.8±0.7 | 0.008 | 3.0±0.6 | 0.008 | 3.5 |
| Mn (%) | 0.041±0.022 | 0.00004 | 0.11±0.07 | 0.00011 | 0.063±0.029 | 0.00007 | 0.25±0.24 | 0.00016 | 0.061±0.014 | 0.00008 | 0.084±0.014 | 0.00009 | 0.049 |
| Zn | 36±13 | 1.8 | 102±36 | 2.4 | 65.7±1.4 | 2.0 | 170±50 | 2.4 | 131±16 | 2.1 | 127±37 | 2.3 | 70 |

Çizelge 6.5 : Yaprak örneklerinin element konsantrasyonları (mg·kg⁻¹).

| Ağaç Türü | Alan | Cr | | Fe | | Mn | | Zn | |
|--|--------------------------|----------------------|------|----------------------|-----|----------------------|------|----------------------|------|
| | | x _{lab} ±SD | LOD | x _{lab} ±SD | LOD | x _{lab} ±SD | LOD | x _{lab} ±SD | LOD |
| Carpinus betulus L. | Ataturk Arboretumu (n=2) | 1,03±0,47 | 0,14 | 260±60 | 7 | 3840±390 | 2,3 | 28,2±2,5 | 0,29 |
| | Belgrad Ormanı (n=2) | 1,07±0,28 | 0,17 | 300±50 | 9 | 3160±470 | 1,9 | 39±8 | 0,33 |
| | Bahçeköy (n=2) | 1,06±0,25 | 0,16 | 272±16 | 8 | 970±42 | 0,7 | 29,25±0,49 | 0,30 |
| | Maslak (n=3) | 2,8±0,7 | 0,19 | 660±190 | 8 | 140±60 | 0,24 | 24±7 | 0,34 |
| | Yıldız Parkı (n=3) | 3,52±0,40 | 0,20 | 750±60 | 9 | 560±70 | 0,7 | 41,6±4,0 | 0,36 |
| Fagus orientalis Lipsky. | Ataturk Arboretumu (n=2) | 0,97±0,31 | 0,14 | 260±90 | 6 | 2390±420 | 1,5 | 25±9 | 0,26 |
| | Belgrad Ormanı (n=2) | 1,7±0,7 | 0,15 | 280±50 | 8 | 1200±600 | 0,9 | 38,75±0,49 | 0,32 |
| Quercus petraea (Mattuschka) Liebl. | Ataturk Arboretumu (n=2) | 0,92±0,20 | 0,16 | 246±28 | 7 | 1925±21 | 1,2 | 22,5±1,3 | 0,29 |
| | Bahçeköy (n=2) | 1,40±0,14 | 0,17 | 413±8 | 8 | 1240±90 | 0,8 | 23,1±1,6 | 0,33 |
| | Yıldız Parkı (n=4) | 2,2±1,1 | 0,17 | 490±180 | 7 | 1000±1000 | 0,7 | 36±5 | 0,30 |
| Tilia argentea Desf. ex DC. | Ataturk Arboretumu (n=2) | 1,24±0,21 | 0,17 | 386±25 | 7 | 598±48 | 0,46 | 17,7±1,3 | 0,32 |
| | Belgrad Ormanı (n=2) | 3,5±2,6 | 0,21 | 730±360 | 10 | 1540±220 | 1,3 | 30±9 | 0,5 |
| | Bahçeköy (n=2) | 2,11±0,12 | 0,19 | 580±80 | 8 | 400±420 | 0,32 | 32,2±2,3 | 0,33 |
| | Levent (n=3) | 2,99±0,20 | 0,20 | 646±27 | 9 | 270±230 | 0,43 | 27±7 | 0,36 |
| Toksik element konsantrasyonu aralığı | | 5-30 | | >1000 | | 400-1000 | | 100-400 | |

7. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bilim ve teknolojinin birçok alanında çeşitli matrislerdeki örneklerin element analizinin yapıldığı INAA yönteminde, element konsantrasyonunun hesaplanması için kullanılacak olan standardizasyon yönteminin önceden belirlenmesi doğru ve güvenilir bir analiz için önemlidir. INAA standardizasyon yöntemlerinden bağlı standardizasyon yüksek doğrulukla analiz sonucu verdiği için; k_0 standardizasyonu ise özellikle rutin çalışmalarda birden fazla elementin hızlı bir şekilde belirlenmesini sağladığı için dünyadaki NAA laboratuvarlarında yaygın olarak kullanılmaktadır.

Bu tez çalışmasında, Türkiye’de şu anda çalışan tek nükleer araştırma reaktörü olan İTÜ TRIGA Mark II araştırma reaktöründe INAA’nın bağlı ve k_0 standardizasyonunun çevresel örneklerle uygulanabilirliği kapsamlı olarak ilk defa araştırılmıştır. Bu kapsamda k_0 standardizasyonunda k_0 -IAEA ve Kayzero for Windows programlarının ilk uygulamaları yapılmıştır.

7.1 Bağlı Standardizasyon Sonuçlarının Değerlendirilmesi

GMX10200 HPGe dedektör ile 13.03.2013 tarihli ışınlama için yapılan ölçümler sonucunda bağlı standardizasyon yöntemi ile YT-T1, YT-T2, YT-T3 ve YT-T4 yeterlilik testi toprak örneklerinde 11 element (As, Ce, Co, Cr, Fe, K, La, Na, Sb, Sc ve Th) belirlenmiştir. Element konsantrasyonlarının belirsizliği %5-%72 aralığında hesaplanmıştır. En düşük belirsizlik Na, en yüksek belirsizlik K elementinde gözlenmiştir. Co, Cr ve Fe elementleri sadece YT-T1 örneğinde belirlenebilmiştir. YT-T2 örneğinde ise As, Ce ve Th konsantrasyonları belirleme sınırlarından düşük olduğu için belirlenememiştir. Bu elementlerin belirlenemediği örneklerdeki konsantrasyonları dikkate alındığında belirleme limitleri As için $1,8 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, Ce için $9,0 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, Co için $9,0 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, Cr için $80 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, Fe için $20000 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ ve Th için $1,5 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ olarak verilebilir. Belirlenen bu elementler için $E_n \leq 1$ olarak hesaplanmıştır.

GMX10200 HPGe dedektör ile 19.07.2013 tarihli ışınlama için yapılan ölçümler sonucunda YT-T3 ve YT-T5 yeterlilik testi toprak örneklerinde bağıl standardizasyon yöntemi ile 15 element (As, Ce, Co, Cr, Cs, Fe, K, La, Na, Rb, Sb, Sc, Th, U ve Zn) belirlenmiştir. Element konsantrasyonlarının belirsizliği %3-%33 aralığında hesaplanmıştır. En düşük belirsizlik Na, en yüksek belirsizlik Cs elementinde gözlenmiştir. Co, Fe, U ve Zn elementleri sadece YT-T5 örneğinde belirlenebilmiştir. Bu elementlerin örneklerdeki konsantrasyonları dikkate alındığında belirleme limitleri Co için $1,5 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, Fe için $4000 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$, U için $1,5 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ ve Zn için $35 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$ olarak verilebilir. İlgilenilen elementler için sadece Na'da $E_n > 1$ olarak hesaplanmıştır.

13.03.2013 tarihli ışınlama sonucunda örneklerde bağıl standardizasyon ile belirlenemeyen Cs, Rb, U ve Zn elementleri 19.07.2013 tarihli ışınlama ile belirlenebilmiştir. Bunun nedeni kullanılan standart referans malzemelerin farklı olmasıdır. 13.03.2013 ışınlamasında NIST SRM 2702, 19.07.2013 ışınlamasında NIST SRM 1633b standart olarak kullanılmıştır. Standartların içeriğindeki elementler ve miktarları farklı olduğundan ölçülen spektrumlarda da farklılıklar gözlenmektedir. NIST SRM 2702'nin içeriğindeki Cs ve Rb miktarları NIST SRM 1633b'dekinden daha düşük olduğundan, elementlerin NIST SRM 2702 spektrumunda fotopikleri belirlenememiştir ve bu durum örneklerin içeriğindeki elementlerin de belirlenememesine neden olmuştur. Zn miktarı YT-T5'de YT-T1, YT-T2 ve YT-T3'dekinden yüksek olduğu için 19.07.2013 ışınlamasında Zn belirlenebilmiştir.

Her iki ışınlamadan elde edilen sonuçlara göre ilgilenilen elementler bağıl standardizasyon ile yüksek doğrulukla belirlenebilmektedir. Ölçüm belirsizliğine en yüksek katkının sayım istatistiğinden geldiği gözlenmiştir. Bu nedenle ölçüm belirsizliklerini düşürmek için sayım istatistiğinin iyileştirilmesi gerekmektedir. Bunun için de gama ışını spektrumlarının ölçüm sürelerinin arttırılması önerilebilir. Ancak rutin analizde çok sayıda örneğin ardarda analiz edilmesi gerektiğinde, ölçüm süresi yöntemin kısıtlayıcı faktörü olacaktır. Özellikle bazı elementler kısa yarı ömürlü radyonüklitlerden belirlendiğinden, ölçüm sürelerinin arttırılmasıyla da son ölçülen örneklerde yarı ömre bağılı olarak radyonüklitlerin aktivitesi azalacağından veri kaybı yaşanacak ve ilgili elementler belirlenemeyecektir. Bu sorunların çözülebilmesi, gama spektrometresi ölçüm sisteminde yüksek ölü zaman değerinde

ölçüm yapılmasını sağlayan kayıpsız sayım (Loss Free Counting) elektronik modülünün kullanılması ve örnek ölçümlerinin ardarda aralıksız yapılması için otomatik örnek değiştirici sisteminin laboratuvara kazandırılmasıyla mümkün olabilecektir.

7.2 k_0 Standardizasyon Sonuçlarının Değerlendirilmesi

k_0 standardizasyonunun uygulanması için yapılan dedektör kalibrasyonları sonucunda GMX45 model HPGe dedektörünün sertifikasında garanti edilen ayırma gücünün bozulduğu belirlenmiştir. Dedektör enerji ayırma gücündeki bozulma ölçülen gama spektrumunda yakın enerjili fotopiklerin girişim yapmasına ve dolayısıyla bu enerjilerde gama ışını yayınlayan radyonüklitlerin belirlenememesine veya fotopikin hatalı analizine neden olmaktadır. Bu durum verim kalibrasyonunun doğruluğunu da olumsuz yönde etkilemektedir. Dedektördeki bu arızanın giderilmesi için, dedektörün tamir edilmesi denenmiştir, ancak ayırma gücünde bir iyileşme sağlanamamıştır. Bu nedenle özellikle k_0 standardizasyonu ile element analizi yapılabilmesi için laboratuvarında uygun performans özelliklerine sahip bir HPGe dedektör olması gereklidir. Bu sayede laboratuvarın element analizi kapasitesi artırılarak bu tez çalışmasında elde edilenden daha fazla sayıda elementin yüksek doğrulukla belirlenebileceği düşünülmektedir.

k_0 -IAEA, Kayzero for Windows ve Kragten-NPI programları ile hesaplanan α ve f parametreleri için belirsizlik sınırları içerisinde uyumlu sonuç elde edilmiştir. Negatif α ve düşük f değerleri (<20), nötron spektrumunun termalizasyonunun zayıf olduğunu göstermektedir. Her iki ışınlamadan hesaplanan α değerlerinin belirsizlikleri %43 (AuZr-1 k_0 -IAEA) ile %1700 (AuZr-3 Kragten-NPI) arasında değişmektedir. 0'a yakın veya 0'dan küçük α değerleri için yüksek belirsizlikler (>50) beklenen bir durumdur, ancak bu çalışmada özellikle GMX45 HPGe dedektör ile AuZr-3 ve AuZr-4 monitörlerinin ölçümleri sonucunda hesaplanan belirsizlikler çok yüksektir. Bunun nedeninin dedektörün performans özelliklerinin bozulmasından kaynaklanan pik-şekil ve verim kalibrasyonlarındaki bozulmalar olduğu düşünülmektedir. Kragten-NPI programı ile yapılan belirsizlik değerlendirmesi sonucunda AuZr-3 ve AuZr-4 ile hesaplanan α değerlerinin belirsizliklerine en yüksek katkının (%76) verim değerinden geldiği belirlenmiştir.

GMX10200 HPGe dedektör ile 19.07.2013 tarihli ışınlama için yapılan ölçümler sonucunda k_0 -IAEA yazılımı ile NIST SRM 1633b, YT-T3 ve YT-T5 toprak örneklerinde 21 element (As, Br, Ce, Co, Cr, Cs, Fe, Hf, K, La, Na, Rb, Sb, Sc, Sm, Sr, Tb, Th, U, W ve Yb) incelenmiştir. Element konsantrasyonlarının belirsizliği %5-%79 aralığında hesaplanmıştır. En düşük belirsizlik La, en yüksek belirsizlik W elementinde gözlenmiştir. İlgilenilen elementler için sadece NIST SRM 1633b'de La, Na, Sb ve Sc'da $E_n > 1$ olarak hesaplanmıştır. Aynı ışınlama için bağıl standardizasyon yönteminin sonuçları karşılaştırıldığında, k_0 standardizasyonu ile daha fazla sayıda elementin belirlenebildiği söylenebilir. Ancak sonuçlardaki belirsizlik bağıl standardizasyon yöntemine göre daha yüksektir.

21.11.2014 tarihli ışınlama ve GMX45 HPGe dedektör ile yapılan ölçümler sonucunda k_0 -IAEA ve Kayzero for Windows ile NIST SRM 2711, YT-T1, YT-T2, YT-T3 ve YT-T4 toprak örneklerinde 19 element (Ag, As, Ba, Br, Cd, Ce, Co, Cr, Cs, Fe, K, La, Na, Rb, Sb, Sc, Th, U ve Zr); NIST SRM 1547, YT-B1, YT-B2, YT-B3 ve YT-B4 bitki örneklerinde 11 element (Ba, Br, Eu, K, La, Na, Rb, Sc, Sm, Tb ve Zn) incelenmiştir. Her iki programla hesaplanan sonuçlar değerlendirildiğinde, dedektörün ayırma gücündeki bozulma sonucu örnek spektrumlarındaki pik alanlarının hatalı değerlendirilmesiyle elementlerin ölçülen değerleri genellikle verilen değerlerinden düşük elde edilmiştir. E_n sayısı testi karşılaştırıldığında ise, k_0 -IAEA programı ile daha fazla sayıda elementin yüksek doğrulukla hesaplandığı düşünülebilir. Ancak bu durum k_0 -IAEA ile verilen sonuçların belirsizliklerinin daha yüksek olmasından kaynaklanmaktadır. Bunun nedeni Kayzero for Windows programında element konsantrasyonunun belirsizliği hesaplanırken sayım istatistiğine ek olarak sadece %3,5 olarak verilen sistematik belirsizliğin kullanılması, k_0 -IAEA programında ise diğer belirsizlik bileşenlerine ek olarak nötron spektrumu parametrelerinin belirsizliklerinin de hesaba katılmasıdır. İTÜ TRIGA Mark II reaktörü merkezi ışınlama kanalında k_0 -IAEA ile hesaplanan nötron spektrumu parametrelerinin, özellikle α değerinin, bağıl belirsizliği çok yüksek olduğundan element konsantrasyonlarının belirsizlikleri de yüksek hesaplanmıştır. Bu koşullar dikkate alındığında Kayzero for Windows programının lisansının alınmasıyla İTÜ TRIGA Mark II reaktöründe k_0 standardizasyonunun yapılmasının uygun olacağı görülmektedir.

k_0 -IAEA ve Kayzero for Windows programları karşılaştırıldığında, Kayzero for Windows programı element analizinde pik seçimine izin vermektedir. Böylece kullanıcı ilgilenilen matrisde girişim yapmayan pikleri seçerek analiz sonucunu verebilir. k_0 -IAEA programında ise gama spektrumunun değerlendirilmesinde kullanıcının programla etkileşiminin en aza indirildiği bütüncül (holistic) yaklaşım kullanıldığından, nicel analiz için kullanıcının pik seçmesi mümkün olmamaktadır. Bunun yanı sıra program tarafından tamamen anlaşılamayan piklerin, kurşun X-ışınları ve 511 keV'deki anihilasyon piki gibi, analiz için kullanılmaması seçeneği sunulmaktadır. Analiz sonucunda bir sorun veya tutarsızlıkla karşılaşıldığında k_0 -IAEA programında kullanıcının programla sınırlı etkileşimi nedeniyle sorunun nedenini bulmak Kayzero for Windows programına göre daha zordur. Bu nedenle k_0 -IAEA programı "kara kutu" olarak adlandırılabilir. Ayrıca, k_0 -IAEA programında dedektör kalibrasyonu sadece ^{137}Cs ve ^{152}Eu kaynakları ile referans ölçüm geometrisinde yapılabilir. Kayzero for Windows programı ise dedektör kalibrasyonlarının daha fazla kaynak ile referans geometriye ek olarak örneklerin ölçülebileceği diğer geometrilerde de yapılmasını gerektirmektedir. Bu nedenle Kayzero for Windows programı ile dedektör kalibrasyonlarının yapılması daha uzun sürmektedir ve büyük bir özen gerektirmektedir.

Elde edilen tüm sonuçlar değerlendirildiğinde, İTÜ TRIGA Mark II araştırma reaktöründe INAA yönteminin çevresel örneklerle bağlı ve k_0 standardizasyonları ile uygulanabildiği belirlenmiştir. İncelenen elementlerden As, Ce, Co, Cr, Cs, Fe, K, La, Na, Rb, Sb, Sc, Th ve U'un her iki yöntemle de belirlenebildiği görülmektedir. k_0 standardizasyonu sonuçları incelendiğinde, bu yöntem ile bağlı standardizasyona göre daha fazla elementin belirlenebildiği, ışınlama ve ölçüm koşulları dikkate alındığında bağlı standardizasyonda matris özelliklerinden dolayı sorun yaratan bitki örneklerinde de analiz yapılabildiği sonucuna varılmıştır.

Farklı akı monitörleri, farklı matrislerdeki referans malzemeler, performans özellikleri NAA için daha uygun olan bir HPGe dedektör ve Kayzero for Windows programının kullanılmasıyla yapılacak araştırmalar INAA yönteminin toprak ve bitki matrisleri haricinde diğer matrislerdeki örneklerle de uygulanmasıyla, yöntemin bilimsel araştırmaların yanı sıra ticari amaçlar için de kullanılacağı öngörülmektedir. Ayrıca, gerçekleştirilen bu çalışma ülkemizde nükleer alanda yürütülen bilimsel ve teknolojik çalışmalara, nükleer reaktörlerin devreye girmesiyle

birlikte yaygınlaşabilecek olan INAA yönteminin uygulanması kapsamında katkı sağlayacaktır.

KAYNAKLAR

- Abugassa, I.O., Khrbish, Y.S., Abugassa, S.O., Ben Faid, N., Bashir, A.T., Sarmani, S.** (2007). Installation of Kayzero-INAA standardization in the TNRC and its applications for trace elements determination in different materials, *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, 271, 27-30.
- Aksoy, A. & Ozturk, M.A.** (1997). Nerium oleander L. as a biomonitor of lead and other heavy metal pollution in Mediterranean environments, *The Science of the Total Environment*, 205, 145-150.
- Aksoy, A. & Demirezen, D.** (2006). Fraxinus excelsior as a Biomonitor of Heavy Metal Pollution, *Polish Journal of Environmental Studies*, 15 (1), 27-33.
- Baycu, G., Tolunay, D., Ozden, H., Gunebakan, S.** (2006) Ecophysiological and seasonal variations in Cd, Pb, Zn, and Ni concentrations in the leaves of urban deciduous trees in Istanbul, *Environmental Pollution*, 143, 545-554.
- Alnour, I.A., Wagiran, H., Ibrahim, N., Hamzah, S., Wee, B.S., Elias, M.S.** (2014). Investigate the capability of INAA absolute method to determine the concentrations of ^{238}U and ^{232}Th in rock samples, *Journal of Radianalytical and Nuclear Chemistry*, 299, 177-186.
- Anawar, H.M., Freitas, M.C., Canha, N., Dionisio, I., Dung, H.M.** (2012). Assessment of bioaccumulation of REEs by plant species in a mining area by INAA, *Journal of Radianalytical and Nuclear Chemistry*, 294, 377-381.
- ASTM** (1999). *Standard test method for laboratory determination of water (moisture) content of soil and rock by mass* (ASTM D2216-98). Retrieved http://kashanu.ac.ir/Files/D%202216%20%E2%80%932098%20%20_RDIYMTY_.pdf
- Baidoo, I.K., Nyarko, B.J.B, Akaho, E.H.K., Dampare, S.B., Sogbadji, R.B.M., Poku, L.O.,** (2013). Characterization of low power research reactor neutrons for the validation of k_0 -INAA standardization based on k_0 -IAEA software, *Applied Radiation and Isotopes*, 79, 85-93.
- Bedregal, P.S., Mendoza, P.A., Cohen, I.M., Baltuano, O., Montoya, E.H.** (2012). Neutron activation analysis of archaeological artifacts using the conventional relative method: a realistic approach for analysis of large samples, *Journal of Radianalytical and Nuclear Chemistry*, 291, 37-42.

- Bedregal, P.S., Mendoza, P.A., Ubillús, M.S., Cohen, I.M., Baltuano, O., Montoya, E.H.** (2014) The k_0 and relative INAA methods to determine elements in entire archaeological pottery objects, *Journal of Radianalytical and Nuclear Chemistry*, 300, 673-678.
- Bermudez, G.M.A., Jasan, R., Pla, R., Pignata, M.L.** (2011). Heavy metal and trace element concentrations in wheat grains: Assessment of potential non-carcinogenic health hazard through their consumption, *Journal of Hazardous Materials*, 193, 264-271.
- Bermudez, G.M.A., Jasan R., Pla R., Pignata, M.L.** (2012). Heavy metals and trace elements in atmospheric fall-out: Their relationship with topsoil and wheat element composition, *Journal of Hazardous Materials*, 213-214, 447-456.
- Blaauw, M., Bode, P., De Bruin, M.** (1991). An alternative convention describing the (n,γ) reaction rate suited for use in k_0 -method of NAA, *Journal of Radianalytical and Nuclear Chemistry*, 152 (2), 435-445.
- Bounouira, H., Embarch, K., Amsil, H., Bounakhla, M., Blaauw, M.** (2014) Neutron flux characterization of the Moroccan Triga Mark II research reactor and validation of the k_0 standardization method of NAA using k_0 -IAEA program, *Journal of Radianalytical and Nuclear Chemistry*, 300, 465-471.
- Brockman, J.D. & Lance, A.S.** (2012). A radiochemical method for neutron activation analysis of arsenic in biological samples and its potential use in epidemiology studies, *Journal of Radianalytical and Nuclear Chemistry*, 291, 473-478.
- Bulska, E., Danko, B., Dybczynski, R.S., Krata, A., Kulisa, K., Samczynski, Z., Wojciechowski, M.** (2012). Inductively coupled plasma mass spectrometry in comparison with neutron activation and ion chromatography with UV/VIS detection for the determination of lanthanides in plant materials, *Talanta*, 97, 303-311.
- Carioni, V.M.O., Nomura, C.S., Yu, L.L., Zeisler, R.** (2014). Use of neutron activation analysis and LC-ICP-MS in the development of candidate reference materials for As species determination, *Journal of Radianalytical and Nuclear Chemistry*, 299, 241-248.
- Currie, L.A.** (1968). Limits for qualitative detection and quantitative determination. Application to radiochemistry, *Analytical Chemistry*, 40 (3), 568-593.
- Datta, J., Chowdhury, D.P., Verma R., Reddy, A.V.R.** (2012). Determination of elemental concentrations in environmental plant samples by instrumental neutron activation analysis, *Journal of Radianalytical and Nuclear Chemistry*, 294, 261-265.
- De Corte, F.** (1987). *The k_0 standardization method, A move to the optimization of neutron activation analysis*, (Doctoral dissertation). University of Gent, Belgium.

- De Corte, F. & Simonits, A.** (1989). k_0 -measurements and related nuclear data compilation for (n, γ) reactor neutron activation analysis, IIIb: Tabulation, *Journal of Radianalytical and Nuclear Chemistry*, 133 (1), 43-130.
- De Corte, F., Simonits, A., Bellemans F., Freitas, M.C., Jovanović, S., Smodiš, B., Erdtmann, G., Petri, H., De Wispelaere, A.** (1993). Recent advances in the k_0 -standardization of neutron activation analysis: extensions, applications, prospects, *Journal of Radianalytical and Nuclear Chemistry*, 169 (1), 125-158.
- De Corte, F. & Simonits, A.** (1994). Vademecum for k_0 users, DSM Research, Geleen, The Netherlands.
- De Corte, F. & Simonits, A.** (2003). Recommended nuclear data for use in k_0 standardization of neutron activation analysis, *Atomic Data and Nuclear Data Tables*, 85 (1), 47-67.
- Desideri, D., Meli, M.A., Roselli, C.** (2010). Determination of essential and non-essential elements in some medicinal plants by polarised X ray fluorescence spectrometer (EDPXRF), *Microchemical Journal*, 95, 174-180.
- EURACHEM** (2011). *Selection, Use and Interpretation of Proficiency Testing (PT) Schemes*. Retrieved from https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/Eurachem_PT_Guide_2011.pdf
- EURACHEM/CITAC Guide CG 4** (2012). *Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement*. Retrieved from http://www.citac.cc/QUAM2012_P1.pdf
- Galal, T.M. & Shehata, H.S.** (2015). Bioaccumulation and translocation of heavy metals by *Plantago major* L. grown in contaminated soils under the effect of traffic pollution, *Ecological Indicators*, 48, 244-251.
- Fatima I., Waheed S., Zaidi J.H.** (2013). Elemental analysis of *Anethum graveolens*, *Sisymbrium Irio* Linn and *Veronia Anthelmintica* seeds by instrumental neutron activation analysis, *Applied Radiation and Isotopes*, 71, 57-61.
- Genie** (2006). *Genie 2000 Spectroscopy Software Operations*, Canberra Industries, Inc., Meriden.
- Gilmore, G.R.** (2008). *Practical Gamma-ray Spectrometry-2nd Edition*. England, John Wiley & Sons Ltd.
- Girardi, F., Guzzi, G., Pauly, J.** (1964). Activation analysis by absolute gamma-ray counting and direct calculation of weights from nuclear constants, *Analytical Chemistry*, 36 (8), 1588-1594.
- Girardi, F., Guzzi, G., Pauly, J.** (1965). Reactor neutron activation analysis by the single comparator method, *Analytical Chemistry*, 37 (9), 1085-1092.
- Gméling, K., Simonits, A., Sziklai László, I., Párkányi, D.** (2014). Comparative PGAA and NAA results of geological samples and standards, *Journal of Radianalytical and Nuclear Chemistry*, 300, 507-516.

- Golubev, I.A.** (2011). *Handbook of Phytoremediation*, New York, Nova Science Publishers, Inc.
- Greenberg, R.R., Bode, P., De Nadai Fernandes, E.A.** (2011). Neutron activation analysis: A primary method of measurement, *Spectrochimica Acta Part B*, 66, 193-241.
- Hahner, J., Robinson, B.H., Hong-Tao, Z., Dickinson, N.M.** (2014). The Phytoremediation Potential of Native Plants on New Zealand Dairy Farms, *International Journal of Phytoremediation*, 16, 719-734.
- Hampel, J., Boldt, F.M., Gerstenberg, H., Hampel, G., Kratz, J.V., Reber, S., Wiehl, N.** (2011). Fast determination of impurities in metallurgical grade silicon for photovoltaics by instrumental neutron activation analysis, *Applied Radiation and Isotopes*, 69, 1365-1368.
- Høgdahl, O.T.** (1962). Neutron absorption in pile neutron activation analysis. (MMPP-226-1). Michigan Memorial Phoenix Project Phoenix Memorial Laboratory, The University of Michigan.
- Hirabayashi, M., Matsuo, M., Hasegawa, S., Kobayashi, S., Tanabe, K.** (2008). Elemental analysis of airborne fine particles collected at the roadside of an arterial road, *Journal of Radianalytical and Nuclear Chemistry*, 278 (2), 479-483.
- IAEA** (2001). *Use of research reactors for neutron activation analysis* (TECDOC-1215). Vienna: International Atomic Energy Agency.
- IAEA** (2004). *Quantifying uncertainty in nuclear analytical measurements* (TECDOC-1401). Vienna: International Atomic Energy Agency.
- Kabata-Pendias, A.** (2011). *Trace Elements in Soils and Plants, Fourth Edition*. CRC Press.
- Khoo, K.S., Sarmani, S.B., Abugassa, I.O.** (2007). Determination of thermal to epithermal neutron flux ratio (f), epithermal neutron flux shape factor (α) and comparator factor (F_c) in the Triga Mark II Reactor, Malaysia, *Journal of Radianalytical and Nuclear Chemistry*, 271 (2), 419-424.
- Kolotov, V.P. & De Corte, F.** (2003). An electronic database with a compilation of k_0 and related data for NAA, *Journal of Radianalytical and Nuclear Chemistry*, 257 (3), 501-508.
- Kolotov, V.P. & De Corte, F.** (2004). Compilation of k_0 and related data for neutron activation analysis (NAA) in the form of an electronic database, *Pure and Applied Chemistry*, 76 (10), 1921-1925.
- Kučera, J., Bode, P., Štěpánek, V.** (2004). Uncertainty evaluation in instrumental and radio-chemical neutron activation analysis (TECDOC-1401) Vienna: International Atomic Energy Agency Technical Report.
- Kragten, J.** (1994). Calculating standard deviations and confidence intervals with a universally applicable spreadsheet technique, *Analyst*, 119, 2161-2165.
- Kubešová, M. & Kučera, J.** (2010). Validation of k_0 standardization method in neutron activation analysis-The use of Kayzero for Windows programme at the nuclear physics institute, Řež, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, 622, 403-406.

- Kubešová, M. & Kučera, J.** (2011). Comparison of Kayzero for Windows and k0-IAEA software packages for k0 standardization in neutron activation analysis, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, 654, 206-212.
- Kubešová, M. & Kučera, J.** (2012). How to calculate uncertainties of neutron flux parameters and uncertainties of analysis results in k0-NAA?, *Journal of Radianalytical and Nuclear Chemistry*, 293 (1), 87-94.
- Latif, A., Oura, Y., Ebihara, M., Nakahara, H.** (2013). Non-destructive elemental analysis of large meteorite samples by prompt gamma-ray neutron activation analysis with the internal mono-standard method, *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 405, 8749-8759.
- Macdonald, D., Cuevas, A., Kinomura, A., Nakano, Y., Geerligs, L.J.** (2005). Transition-metal profiles in a multicrystalline silicon ingot, *Journal of Applied Physics*, 97, 033523.
- Martínez-Sánchez M.J., García-Lorenzo M.L., Pérez-Sirvent C., Bech J.** (2012). Trace element accumulation in plants from an aridic area affected by mining activities, *Journal of Geochemical Exploration*, 123, 8-12.
- Meloni, S., Oddone, M., Genova, N., Cairo, A.** (2000). The production of ceramic materials in Roman Pavia: An archaeometric NAA investigation of clay sources and archaeological artifacts, *Journal of Radianalytical and Nuclear Chemistry*, 244 (3), 553-558.
- Menezes, M.A.B.C. & Jaćimović, R.** (2006). Optimised k0-instrumental neutron activation method using the TRIGA MARK I IPR-R1 reactor at CDTN/CNEN, Belo Horizonte, Brazil, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, 564, 707-715.
- Miyamoto, Y., Saito, Y., Magara, M., Sakurai, S., Usuda, S.** (2007). Effect of change of environmental conditions on the elemental composition of airborne dust, *Journal of Radianalytical and Nuclear Chemistry*, 271 (1), 83-88.
- Moon, J.H., Ebihara, M., Ni, B.F., Arporn, B., Setyo, P., Theresia, R.M., Wee, B.S., Abd. Salim., N.A., Pabroa, P.C.B.** (2012). A NAA collaborative study in white rice performed in seven Asian countries, *Journal of Radianalytical and Nuclear Chemistry*, 291, 217-221.
- Moreira, E.G., Seo, D., Ni, Vasconcellos, M.B.A., Saiki, M.** (2013). Trace element determination in a mussel reference material using short irradiation instrumental neutron activation analysis, *Journal of Radianalytical and Nuclear Chemistry*, 296, 251-254.
- Nečemer, M., Kump, P., Scancar, J., Jacimovic, R., Simcic, J., Pelicon, P., Budnar, M., Jeran, Z., Pongrac, P., Regvar M., Vogel-Mikus, K.** (2008). Application of X-ray fluorescence analytical techniques in phytoremediation and plant biology studies, *Spectrochimica Acta Part B*, 63, 1240-1247.

- Oura, Y., Honda, M., Ebihara, M., Bajo, M., Nagao, K.** (2011). Cosmogenic ^{45}Sc in Gibeon iron meteorite by radioanalytical neutron activation analysis, *Proceedings in Radiochemistry A Supplement to Radiochimica Acta.*, 1 (1), 383-386.
- Paul, R.I.** (2013). Determination of arsenic in food and dietary supplement standard reference materials by neutron activation analysis, *Journal of Radianalytical and Nuclear Chemistry*, 297, 365-370.
- Parry, S.J.** (1991). *Activation spectrometry in chemical analysis*, New York, John Wiley and Sons.
- Popelka-Filcoff, R.S., Lenehan, C.E., Glascock, M.D., Bennett, J.W., Stopic, A., Quinton, J.S., Pring, A., Walshe, K.** (2012). Evaluation of relative comparator and k_0 -NAA for characterization of Aboriginal Australian ochre, *Journal of Radianalytical and Nuclear Chemistry*, 291, 19-24.
- Robouch, P., Arana, G., Eguskiza, M., Pomme, S., Etxebarria, N.** (2000). Uncertainty budget for k_0 -NAA, *Journal of Radianalytical and Nuclear Chemistry*, 245 (1), 195-197.
- Rossbach, M., Blauuw, M., Bacchi, M.A., Lin, X.** (2007). The k_0 -IAEA program, *Journal of Radianalytical and Nuclear Chemistry*, 274(3), 657-662.
- Ryves, T.B.** (1969). A new thermal neutron flux convention, *Metrologia*, 5 (4), 119-124.
- Shtangeeva, I.** (2010). Uptake of uranium and thorium by native and cultivated plants, *Journal of Environmental Radioactivity*, 101, 458-463.
- Simonits, A., De Corte, F., Hoste, J.** (1975). Single-comparator methods in reactor neutron activation analysis, *Journal of Radianalytical Chemistry*, 24, 31-46.
- Smodiš, B., Bučar, T., Jačimović, R.** (2014). Comparison of different approaches to estimate uncertainty budget in k_0 -INAA measurement, *Journal of Radianalytical Chemistry*, 300, 573-579.
- Takeda, M., Minowa, H., Ebihara, M.** (2007). Determination of trace siderophile elements in rock and meteorite samples by radiochemical neutron activation analysis, *Journal of Radianalytical and Nuclear Chemistry*, 272 (2), 363-369.
- Thinova, L., Frontasyeva, M., Vergel, K., Bayushkina, E.** (2014). Assessment of contamination with trace elements and man-made radionuclides around Temelin Nuclear Power Plant in Czech Republic, *Radiation Physics and Chemistry*, 104, 432-435.
- Url-1** <http://www.iki.kfki.hu/nuclear/research/index_en.shtml/>, erişim tarihi 01.02.2015.
- Url-2** <<http://www.naa-online.net/>>, erişim tarihi 01.02.2015.
- Url-3** <<http://www.naweb.iaea.org/napc/iachem/files/k0IAEAhelp.pdf>>, erişim tarihi 01.02.2015.
- Url-4** <<http://www.nist.gov/srm/>>, erişim tarihi 01.02.2015.
- Url-5** <<http://www.wepal.nl/>>, erişim tarihi 01.02.2015.

Url-6 <<http://www.nndc.bnl.gov/chart/>>, erişim tarihi 01.02.2015.

Url-7 <<http://www.naa-online.net/practical/downloads/>>, erişim tarihi 01.02.2015.

Van Sluijs, R., Bossus, D.A.W., Vervecken, D. (1992). *Proceedings of the International k_0 Users Workshop*, Belgium: University of Gent, September 30- October 2.

Westcott, C.H., (1955). The Specification of Neutron Flux and Nuclear Cross-sections in Reactor Calculations, *Journal of Nuclear Energy*, 2 (1-2), 59-75.

Yasar, U., Ozyigit, İ.İ., Serin, M. (2010). Judas tree (*Cercis siliquastrum* L. subsp. *siliquastrum*) as a possible biomonitor for Cr, Fe and Ni in Istanbul (Turkey), *Romanian Biotechnological Letters*, 15 (1), 4979-4989.

Younes, N. ve Robouch, P. (2003). A web tool for calculating k_0 -NAA, *Journal of Radianalytical and Nuclear Chemistry*, 257 (3), 665-667

Zachick, V. (2013). Chemical Elements of Human Bone Tissue Investigated by Nuclear Analytical and Related Methods, *Biological Trace Element Research*, 153, 84-99.

Zamboni, C.B., Metalron, S., Oliveira, L.C., Simons, S.M., Chudzinski-Tavassi, A.M., Oliveira, D.G.L. (2012). Determination of elements in blood of White New Zealand rabbits by NAA, *Journal of Radianalytical and Nuclear Chemistry*, 291, 433-437.

Zeisler, R., James, W.D., Mackey, E.A., Spatz, R.O., Greenberg, R.R. (2008). NAA characterization of the new Bovine Liver SRM, *Journal of Radianalytical and Nuclear Chemistry*, 278 (3), 783-787.

EKLER

EK A : Microsoft Excel programları

EK B : Sayı yuvarlama kuralı

EK C : Canberra Genie 2000 spektrum analizleri

EK D : Kragten-NPI programları

EK E : k_0 -IAEA programı analiz raporu

EK F : Kayzero for Windows programı analiz raporu

EK A

| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|------------------|------------------------|---|---|--------------------------------------|----------------------|------------------|--|--------------------|------------------|---|---|------|-----------------------|---------------------------|-----------|-------------------|------------------------------|---|--|------------------------|
| İşinlama tarihi | 13/03/2013 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Dedektör | GMX10200 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Ölçüm geometrisi | 16 cm | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Örnek | Örnek miktarı (mg) | Örnek miktarındaki belirsizlik (%) (k=1) | Kuru kütle (%) | Kuru kütledeki belirsizlik (%) (k=1) | Ölçüm tarihi | Ölçüm süresi (s) | Termal nötron akısındaki belirsizlik (%) (k=1) | | | | | | | | | | | | | |
| 2702 | 250.4 | 0.01% | | | 19/03/2013 | 1000 | 0.5% | | | | | | | | | | | | | |
| YT-T1 | 250.7 | 0.01% | 97% | 0.01% | 19/03/2013 | 1000 | 0.5% | | | | | | | | | | | | | |
| YT-T2 | 250.3 | 0.01% | 98% | 0.01% | 19/03/2013 | 1000 | 0.5% | | | | | | | | | | | | | |
| YT-T3 | 250.7 | 0.01% | 98% | 0.01% | 19/03/2013 | 1000 | 0.5% | | | | | | | | | | | | | |
| YT-T4 | 250.1 | 0.01% | 99% | 0.01% | 19/03/2013 | 1000 | 0.5% | | | | | | | | | | | | | |
| Element | As | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Nüklit | As-76 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Enerji | 559.2 | keV | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Yarı-ömür | 9.45E+04 | s | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Bozunma sabiti | 7.34E-06 | s ⁻¹ | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| İşinlama tarihi | 13/03/2013 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Dedektör | GMX10200 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Ölçüm geometrisi | 16 cm | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Örnek | Sertifika değeri (ppm) | Sertifika değerindeki belirsizlik (ppm) (k=2) | Sertifika değerindeki belirsizlik (%) (k=1) | Örnek miktarı (mg) | Element miktarı (mg) | Kuru kütle (%) | Ölçüm tarihi | Bozunma süresi (s) | Ölçüm süresi (s) | D | C | NPA | NPA belirsizlik (k=1) | NPA belirsizlik (%) (k=1) | Doğal fon | Spesifik aktivite | Element konsantrasyonu (ppm) | Element konsantrasyonundaki belirsizlik (%) (k=2) | Element konsantrasyonundaki belirsizlik (ppm)(k=2) | Belirleme limiti (ppm) |
| 2702 | 45.3 | 1.8 | 2.0% | 250.4 | 0.01 | | 19/03/2013 | 501402 | 1000 | 0 | 1 | 5560 | 152 | 2.7% | 3300 | 19485 | 1000000 | 6.84% | 68386 | 48561 |
| YT-T1 | | | | 250.7 | | 97% | 19/03/2013 | 508784 | 1000 | 0 | 1 | 1890 | 52 | 2.8% | 1580 | 0.32 | 16.8 | 8.8% | 1.48 | 1.6 |
| YT-T2 | | | | 250.3 | | 98% | 19/03/2013 | 512252 | 1000 | 0 | 1 | 274 | 33 | 11.9% | 589 | 0.05 | 2.5 | 24.8% | 0.61 | 1.0 |
| YT-T3 | | | | 250.7 | | 98% | 19/03/2013 | 513336 | 1000 | 0 | 1 | 515 | 26 | 5.1% | 749 | 0.09 | 4.7 | 12.4% | 0.58 | 1.2 |

Şekil A.1 : Bağlı standardizasyon ile element miktarının belirlenmesi için hazırlanan MS Excel programı.

| Örnek | Belirsizlik kaynağı | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|-------|---------------------|------------|--------------|---------------|-------|-------|-------|----|-------|-------|------|------|----|-------|-------|-------|-------|----|
| | Örnek miktarı | Kuru kütle | Nötron akısı | Net pik alanı | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | As | Ce | Co | Cr | Cs | Fe | K | La | Na | Rb | Sb | Sc | Th | U | Zn |
| 2702 | 0.01% | | 0.5% | 2.7% | 10.9% | 15.4% | 7.5% | | 4.9% | 8.2% | 2.1% | 1.5% | | 3.0% | 6.9% | 5.3% | 2.5% | |
| YT-T1 | 0.01% | 0.01% | 0.5% | 2.8% | 4.3% | 11.4% | 4.8% | | 7.3% | 9.2% | 2.9% | 1.7% | | 5.0% | 3.5% | 3.3% | 19.3% | |
| YT-T2 | 0.01% | 0.01% | 0.5% | 11.9% | | | | | 12.4% | 13.9% | 4.2% | 2.3% | | 12.6% | 4.0% | 5.9% | 34.2% | |
| YT-T3 | 0.01% | 0.01% | 0.5% | 5.1% | 13.7% | | 21.4% | | 7.3% | 12.5% | 8.3% | 2.1% | | 6.0% | 10.8% | 35.3% | 37.1% | |
| YT-T4 | 0.01% | 0.01% | 0.5% | 3.5% | 22.3% | 4.8% | 9.7% | | 9.0% | 33.9% | 3.2% | 1.6% | | 5.0% | 4.1% | 9.2% | 19.9% | |

| Örnek | Belirsizlik kaynağı | | | | | | | | | | | | | | |
|-------|---------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| | Sertifika değeri | | | | | | | | | | | | | | |
| | As | Ce | Co | Cr | Cs | Fe | K | La | Na | Rb | Sb | Sc | Th | U | Zn |
| 2702 | 2.0% | 2.4% | 1.0% | 3.1% | 5.0% | 1.5% | 1.8% | 2.9% | 1.5% | 3.4% | 2.1% | 2.1% | 2.3% | 5.0% | 0.4% |

| Örnek | Toplam belirsizlik | | | | | | | | | | | | | | |
|-------|--------------------|-------|-------|-------|----|-------|-------|------|------|----|-------|-------|-------|-------|----|
| | As | Ce | Co | Cr | Cs | Fe | K | La | Na | Rb | Sb | Sc | Th | U | Zn |
| YT-T1 | 4.4% | 11.9% | 19.2% | 9.5% | | 9.0% | 12.5% | 4.7% | 2.8% | | 6.2% | 8.1% | 6.7% | 20.1% | |
| YT-T2 | 12.4% | | | | | 13.4% | 16.2% | 5.6% | 3.2% | | 13.2% | 8.3% | 8.3% | 34.6% | |
| YT-T3 | 6.2% | 17.7% | | 22.9% | | 9.0% | 15.0% | 9.1% | 3.1% | | 7.1% | 13.0% | 35.8% | 37.5% | |
| YT-T4 | 4.9% | 25.0% | 16.2% | 12.7% | | 10.4% | 34.9% | 4.8% | 2.7% | | 6.2% | 8.3% | 10.9% | 20.7% | |

Şekil A.2 : Bağıl standardizasyon belirsizlik bütçesi için hazırlanan MS Excel programı.

| Element | Örnek | Sertifika değeri (ppm) | Sertifika değerindeki belirsizlik (ppm) (k=2) | Deneysel değer (ppm) | Deneysel değerdeki belirsizlik (ppm) (k=2) | En-sayısı | Deneysel/Sertifika | Deneysel/Sertifika belirsizlik (k=2) |
|---------|-------|------------------------|---|----------------------|--|-----------|--------------------|--------------------------------------|
| As | YT-T1 | 17.42 | 3.28 | 16.8 | 1.5 | 0.2 | 1.0 | 0.20 |
| | YT-T2 | 1.718 | 0.454 | 2.5 | 0.6 | 1.0 | 1.5 | 0.52 |
| | YT-T3 | 5.567 | 1.558 | 4.7 | 0.6 | 0.5 | 0.8 | 0.26 |
| | YT-T4 | 9.707 | 2.070 | 8.9 | 0.9 | 0.4 | 0.9 | 0.22 |
| Ce | YT-T1 | 73.96 | 16.82 | 67 | 16 | 0.3 | 0.9 | 0.30 |
| | YT-T2 | 8.643 | 4.088 | | | | | |
| | YT-T3 | 16.07 | 4.86 | 12.9 | 4.5 | 0.5 | 0.8 | 0.37 |
| | YT-T4 | 67.24 | 13.70 | 69 | 35 | 0.0 | 1.0 | 0.56 |
| Co | YT-T1 | 14.78 | 2.00 | 13 | 5 | 0.3 | 0.9 | 0.36 |
| | YT-T2 | 0.9092 | 0.3152 | | | | | |
| | YT-T3 | 1.12 | 0.380 | 3.3 | 1.8 | 1.2 | 2.9 | 1.89 |
| | YT-T4 | 8.763 | 1.608 | 11.5 | 3.7 | 0.7 | 1.3 | 0.49 |
| Cr | YT-T1 | 98.3 | 18.06 | 124 | 24 | 0.9 | 1.3 | 0.34 |
| | YT-T2 | 36.06 | 13.12 | | | | | |
| | YT-T3 | 45.69 | 14.98 | 60 | 28 | 0.5 | 1.3 | 0.75 |
| | YT-T4 | 79.91 | 15.32 | 104 | 26 | 0.8 | 1.3 | 0.41 |
| Cs | YT-T1 | 9.23 | 1.646 | | | | | |
| | YT-T2 | 0.7579 | 0.1710 | | | | | |
| | YT-T3 | 1.343 | 0.286 | | | | | |
| | YT-T4 | 2.93 | 0.546 | | | | | |
| Fe | YT-T1 | 33470 | 3220 | 39000 | 6000 | 0.8 | 1.2 | 0.21 |
| | YT-T2 | 2541 | 608 | 11700 | 2900 | 3.1 | 4.6 | 1.59 |
| | YT-T3 | 3972 | 836 | 11500 | 1700 | 4.0 | 2.9 | 0.74 |
| | YT-T4 | 19380 | 2060 | 29000 | 5000 | 1.8 | 1.5 | 0.30 |
| K | YT-T1 | 19409 | 1938 | 27000 | 7000 | 1.0 | 1.4 | 0.39 |
| | YT-T2 | 6382 | 662 | 8300 | 2700 | 0.7 | 1.3 | 0.44 |
| | YT-T3 | 8848 | 1146 | 8700 | 2600 | 0.1 | 1.0 | 0.32 |
| | YT-T4 | 15895 | 1756 | 18000 | 13000 | 0.2 | 1.1 | 0.83 |

Şekil A.3 : Bağlı standardizasyon kalite kontrolü için hazırlanan MS Excel programı.

| Element | Sertifika değeri (ppm) | Sertifika değerindeki belirsizlik (ppm) (k=2) | Deneyisel değer (ppm) | Deneyisel değerdeki belirsizlik (ppm) (k=2) | Belirleme limiti | Deneyisel belirsizlik (%) (k=2) | En-sayısı | Deneyisel/Sertifika | Deneyisel/Sertifika belirsizlik (k=2) |
|---------|------------------------|---|-----------------------|---|------------------|---------------------------------|-----------|---------------------|---------------------------------------|
| Ba | 446.9 | 66.6 | 700 | 500 | 16 | 71% | 0.5 | 1.6 | 1.14 |
| Co | 14.78 | 2 | 13.8 | 2.9 | 0.09 | 21% | 0.3 | 0.9 | 0.23 |
| Cr | 98.3 | 18.06 | 127 | 36 | 1.1 | 28% | 0.7 | 1.3 | 0.44 |
| Cs | 9.23 | 1.646 | 8.4 | 2.7 | 0.08 | 32% | 0.3 | 0.9 | 0.33 |
| Fe | 33470 | 3220 | 31000 | 6000 | 110 | 19% | 0.4 | 0.9 | 0.20 |
| Rb | 114.5 | 12.2 | 106 | 21 | 3.7 | 20% | 0.3 | 0.9 | 0.21 |
| Sb | 1.171 | 0.19 | 1.7 | 1.2 | 0.1 | 71% | 0.4 | 1.5 | 1.05 |
| Sc | 11.57 | 1.36 | 11.2 | 2 | 0.016 | 18% | 0.2 | 1.0 | 0.21 |
| Th | 11.40 | 2.38 | 10.5 | 2.9 | 0.07 | 28% | 0.2 | 0.9 | 0.32 |

Şekil A.4 : k_0 standardizasyonu kalite kontrolü için hazırlanan MS Excel programı.

EK B

Sayı Yuvarlama Kuralı

Element belirleme sınırı:

- Eğer birinci anlamlı basamak 5'ten küçükse sayı 2 anlamlı basamak ile verilir.
- Eğer birinci anlamlı basamak 5 veya 5'ten büyükse sayı 1 anlamlı basamak ile verilir.

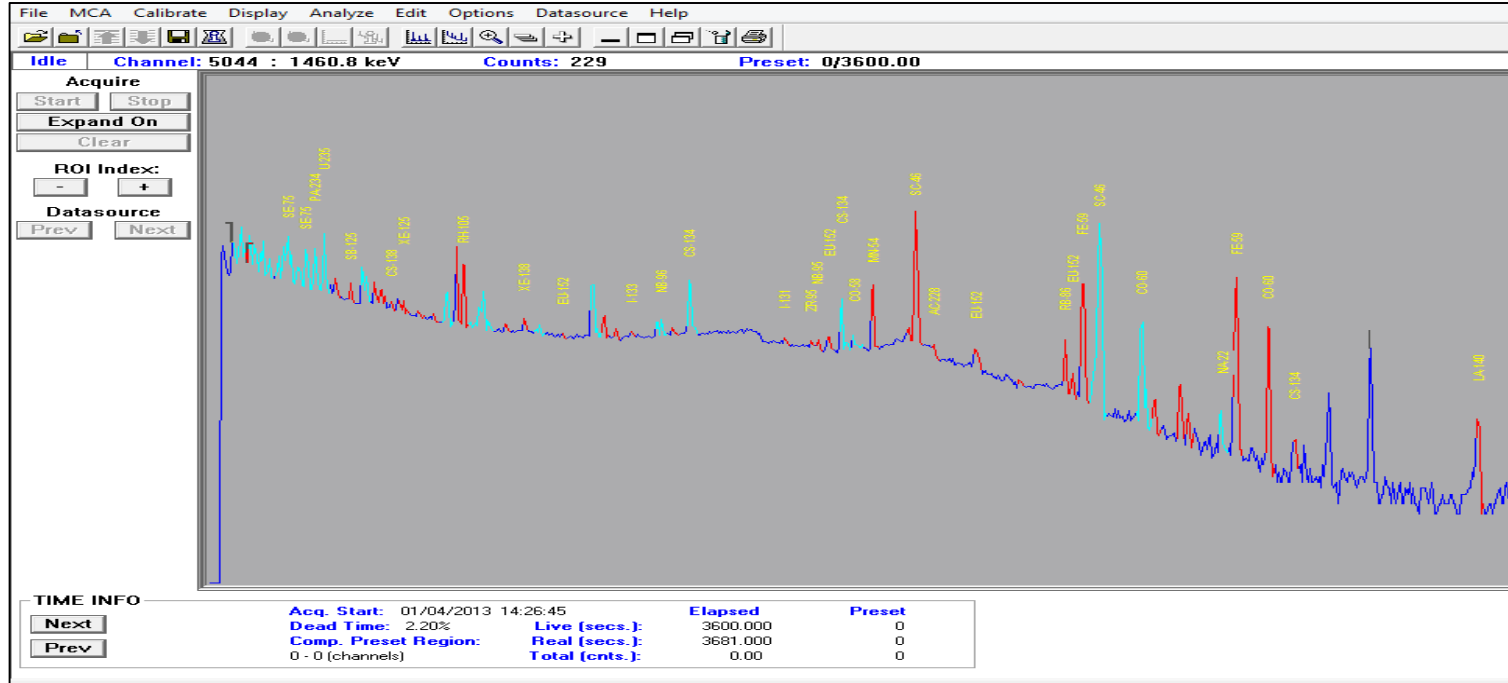
Belirsizlik:

- Eğer birinci anlamlı basamak 5'ten küçükse sayı 2 anlamlı basamak ile verilir.
- Eğer birinci anlamlı basamak 5 veya 5'ten büyükse sayı 1 anlamlı basamak ile verilir.

Element konsantrasyonu:

- Sayı belirsizliği ile aynı sayıda anlamlı sayıya sahip olacak şekilde yuvarlanarak verilir.

EK C



Şekil C.1: 13.03.2013 ışınlaması YT-T1 spektrumu.

```

*****
***** P E A K   A N A L Y S I S   R E P O R T   *****
*****
Detector Name:
Sample Title:
Peak Analysis Performed on: 15/03/2015 14:42:42
Peak Analysis From Channel: 1
Peak Analysis To Channel: 8192

```

| Peak No. | ROI start | ROI end | Peak centroid | Energy (keV) | FWHM (keV) | Net Peak Area | Net Area Uncert. | Continuum Counts |
|----------|-----------|---------|---------------|--------------|------------|---------------|------------------|------------------|
| M 1 | 99- | 163 | 104.67 | 28.19 | 1.72 | 1.42E+004 | 257.64 | 2.42E+004 |
| m 2 | 99- | 163 | 117.27 | 31.86 | 1.73 | 3.30E+002 | 110.33 | 3.87E+004 |
| m 3 | 99- | 163 | 123.03 | 33.53 | 1.73 | 7.33E+003 | 162.85 | 3.88E+004 |
| m 4 | 99- | 163 | 138.04 | 37.90 | 1.73 | 2.10E+004 | 354.60 | 3.90E+004 |
| m 5 | 99- | 163 | 143.02 | 39.35 | 1.73 | 6.97E+003 | 177.48 | 3.91E+004 |
| m 6 | 99- | 163 | 158.06 | 43.72 | 1.73 | 7.66E+003 | 163.79 | 3.44E+004 |
| M 7 | 168- | 266 | 174.77 | 48.58 | 1.14 | 1.39E+004 | 37.91 | 2.10E+004 |
| m 8 | 168- | 266 | 186.83 | 52.09 | 1.15 | 1.64E+003 | 14.77 | 2.54E+004 |
| m 9 | 168- | 266 | 198.93 | 55.61 | 1.15 | 8.08E+003 | 25.58 | 2.65E+004 |
| m 10 | 168- | 266 | 204.69 | 57.29 | 1.16 | 3.22E+003 | 16.85 | 2.62E+004 |
| m 11 | 168- | 266 | 218.41 | 61.28 | 1.17 | 4.51E+003 | 18.97 | 2.57E+004 |
| m 12 | 168- | 266 | 225.73 | 63.41 | 1.17 | 4.46E+001 | 12.96 | 2.55E+004 |
| m 13 | 168- | 266 | 234.17 | 65.87 | 1.18 | 9.29E+003 | 28.63 | 2.66E+004 |
| m 14 | 168- | 266 | 240.85 | 67.81 | 1.18 | 1.99E+001 | 12.96 | 2.49E+004 |
| m 15 | 168- | 266 | 251.86 | 71.01 | 1.19 | 7.55E+002 | 13.55 | 2.45E+004 |
| m 16 | 168- | 266 | 259.53 | 73.24 | 1.19 | 3.87E+003 | 17.98 | 2.57E+004 |
| M 17 | 285- | 397 | 292.21 | 82.75 | 1.16 | 1.98E+003 | 106.45 | 1.84E+004 |
| m 18 | 285- | 397 | 299.76 | 84.94 | 1.16 | 5.59E+003 | 159.17 | 2.09E+004 |
| m 19 | 285- | 397 | 314.96 | 89.36 | 1.17 | 3.31E+003 | 120.91 | 2.07E+004 |
| m 20 | 285- | 397 | 327.10 | 92.90 | 1.18 | 8.58E+003 | 215.85 | 2.17E+004 |
| m 21 | 285- | 397 | 340.18 | 96.70 | 1.18 | 1.32E+004 | 319.87 | 2.14E+004 |
| m 22 | 285- | 397 | 345.93 | 98.37 | 1.19 | 2.98E+003 | 117.21 | 2.25E+004 |
| m 23 | 285- | 397 | 356.90 | 101.56 | 1.19 | 6.07E+003 | 171.14 | 2.23E+004 |
| m 24 | 285- | 397 | 366.49 | 104.35 | 1.20 | 2.77E+002 | 83.54 | 2.09E+004 |
| m 25 | 285- | 397 | 382.78 | 109.09 | 1.20 | 3.95E+003 | 134.44 | 2.06E+004 |
| m 26 | 285- | 397 | 391.15 | 111.52 | 1.21 | 2.93E+003 | 116.27 | 2.16E+004 |
| M 27 | 413- | 434 | 420.69 | 120.12 | 1.16 | 8.26E+003 | 133.58 | 1.40E+004 |
| m 28 | 413- | 434 | 427.11 | 121.98 | 1.17 | 4.06E+003 | 109.56 | 1.47E+004 |
| M 29 | 447- | 477 | 451.04 | 128.94 | 1.10 | 1.13E+003 | 107.62 | 1.01E+004 |
| m 30 | 447- | 477 | 459.49 | 131.40 | 1.11 | 8.80E+003 | 436.88 | 1.29E+004 |
| m 31 | 447- | 477 | 470.58 | 134.63 | 1.11 | 1.29E+003 | 107.42 | 1.26E+004 |
| M 32 | 486- | 509 | 492.42 | 140.98 | 1.08 | 2.07E+003 | 110.66 | 1.17E+004 |
| m 33 | 486- | 509 | 502.04 | 143.77 | 1.08 | 1.43E+004 | 453.18 | 1.32E+004 |
| F 34 | 544- | 557 | 550.08 | 157.74 | 1.09 | 2.04E+003 | 101.34 | 1.24E+004 |
| F 35 | 605- | 616 | 611.26 | 175.53 | 0.86 | 1.49E+003 | 87.15 | 9.53E+003 |
| M 36 | 655- | 688 | 663.59 | 190.75 | 1.14 | 5.00E+003 | 265.38 | 1.06E+004 |
| m 37 | 655- | 688 | 682.67 | 196.30 | 1.15 | 3.42E+003 | 196.36 | 1.10E+004 |

Şekil C.2: 13.03.2013 ışınlaması YT-T1 fotopik analiz raporu.

EK D

| Değer | Değişken | Asp-Au | Asp-Nb | Asp-Zr | k0-Au | k0-Nb | k0-Zr | eps-Au | eps-Nb | eps-Zr | Q0-Au | Q0-Nb | Q0-Zr | Er-Au | Er-Nb | Er-Zr | Ge-Au | Ge-Nb | Ge-Zr | C0-Au | C0-Nb | C0-Zr | |
|----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| 1.15E+10 | Asp-Au | 1.2E+10 | 1.2E+10 | 1.2E+10 | 1.2E+10 | 1.2E+10 | 1.2E+10 | 1.2E+10 | 1.2E+10 | 1.2E+10 | 1.2E+10 | 1.2E+10 | 1.2E+10 | 1.2E+10 | 1.2E+10 | 1.2E+10 | 1.2E+10 | 1.2E+10 | 1.2E+10 | 1.2E+10 | 1.2E+10 | 1.2E+10 | 1.2E+10 |
| 6.57E+05 | Asp-Nb | 6.6E+05 | 6.7E+05 | 6.6E+05 | 6.6E+05 | 6.6E+05 | 6.6E+05 | 6.6E+05 | 6.6E+05 | 6.6E+05 | 6.6E+05 | 6.6E+05 | 6.6E+05 | 6.6E+05 | 6.6E+05 | 6.6E+05 | 6.6E+05 | 6.6E+05 | 6.6E+05 | 6.6E+05 | 6.6E+05 | 6.6E+05 | 6.6E+05 |
| 4.41E+05 | Asp-Zr | 4.4E+05 | 4.4E+05 | 4.3E+05 | 4.4E+05 | 4.4E+05 | 4.4E+05 | 4.4E+05 | 4.4E+05 | 4.4E+05 | 4.4E+05 | 4.4E+05 | 4.4E+05 | 4.4E+05 | 4.4E+05 | 4.4E+05 | 4.4E+05 | 4.4E+05 | 4.4E+05 | 4.4E+05 | 4.4E+05 | 4.4E+05 | 4.4E+05 |
| 1 | k0-Au | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| 1.24E-05 | k0-Nb | 0.0000124 | 0.0000124 | 0.0000124 | 0.0000124 | 1.24972E-05 | 0.0000124 | 0.0000124 | 0.0000124 | 0.0000124 | 0.0000124 | 0.0000124 | 0.0000124 | 0.0000124 | 0.0000124 | 0.0000124 | 0.0000124 | 0.0000124 | 0.0000124 | 0.0000124 | 0.0000124 | 0.0000124 | 0.0000124 |
| 1.10E-04 | k0-Zr | 1.1E-04 | 1.1E-04 | 1.1E-04 | 1.1E-04 | 1.1E-04 | 1.1E-04 | 1.1E-04 | 1.1E-04 | 1.1E-04 | 1.1E-04 | 1.1E-04 | 1.1E-04 | 1.1E-04 | 1.1E-04 | 1.1E-04 | 1.1E-04 | 1.1E-04 | 1.1E-04 | 1.1E-04 | 1.1E-04 | 1.1E-04 | 1.1E-04 |
| 2.59E-03 | eps-Au | 2.6E-03 | 2.6E-03 | 2.6E-03 | 2.6E-03 | 2.6E-03 | 2.6E-03 | 2.6E-03 | 2.6E-03 | 2.6E-03 | 2.6E-03 | 2.6E-03 | 2.6E-03 | 2.6E-03 | 2.6E-03 | 2.6E-03 | 2.6E-03 | 2.6E-03 | 2.6E-03 | 2.6E-03 | 2.6E-03 | 2.6E-03 | 2.6E-03 |
| 1.34E-03 | eps-Nb | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.34E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 |
| 1.31E-03 | eps-Zr | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 | 1.3E-03 |
| 15.7 | Q0-Au | 15.7 | 15.7 | 15.7 | 15.7 | 15.7 | 15.7 | 15.7 | 15.7 | 15.7 | 15.9826 | 15.7 | 15.7 | 15.7 | 15.7 | 15.7 | 15.7 | 15.7 | 15.7 | 15.7 | 15.7 | 15.7 | 15.7 |
| 251.6 | Q0-Nb | 251.6 | 251.6 | 251.6 | 251.6 | 251.6 | 251.6 | 251.6 | 251.6 | 251.6 | 251.6 | 254.116 | 251.6 | 251.6 | 251.6 | 251.6 | 251.6 | 251.6 | 251.6 | 251.6 | 251.6 | 251.6 | 251.6 |
| 5.306 | Q0-Zr | 5.306 | 5.306 | 5.306 | 5.306 | 5.306 | 5.306 | 5.306 | 5.306 | 5.306 | 5.306 | 5.306 | 5.481098 | 5.306 | 5.306 | 5.306 | 5.306 | 5.306 | 5.306 | 5.306 | 5.306 | 5.306 | 5.306 |
| 5.65 | Er-Au | 5.65 | 5.65 | 5.65 | 5.65 | 5.65 | 5.65 | 5.65 | 5.65 | 5.65 | 5.65 | 5.65 | 6.0455 | 5.65 | 5.65 | 5.65 | 5.65 | 5.65 | 5.65 | 5.65 | 5.65 | 5.65 | 5.65 |
| 338 | Er-Nb | 338 | 338 | 338 | 338 | 338 | 338 | 338 | 338 | 338 | 338 | 338 | 338 | 338 | 345.058 | 338 | 338 | 338 | 338 | 338 | 338 | 338 | 338 |
| 6260 | Er-Zr | 6260 | 6260 | 6260 | 6260 | 6260 | 6260 | 6260 | 6260 | 6260 | 6260 | 6260 | 6260 | 6260 | 6260 | 6510.4 | 6260 | 6260 | 6260 | 6260 | 6260 | 6260 | 6260 |
| 1 | Ge-Au | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1.0001 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| 1 | Ge-Nb | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1.0001 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| 1 | Ge-Zr | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1.0001 | 1 | 1 | 1 |
| 1 | G0-Au | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1.0001 | 1 | 1 |
| 1 | G0-Nb | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1.00 |
| 1 | G0-Zr | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| -0.12783 | a | -0.12854 | -0.12466 | -0.12783 | -0.12783 | -0.12826 | -0.12783 | -0.12777 | -0.12789 | -0.12783 | -0.12783 | -0.12783 | -0.12783 | -0.12783 | -0.12783 | -0.12783 | -0.12783 | -0.12783 | -0.12783 | -0.12783 | -0.12783 | -0.12783 | -0.12783 |
| 3.12434 | b | 3.09232 | 3.12434 | 3.20898 | 3.12434 | 3.12434 | 3.04143 | 3.12725 | 3.12434 | 3.12144 | 3.12434 | 3.12434 | 3.12434 | 3.12434 | 3.12434 | 3.12434 | 3.12434 | 3.12434 | 3.12434 | 3.12434 | 3.12434 | 3.12434 | 3.12434 |
| -1.3E-05 | Q0 | -2.3E-04 | -4.3E-04 | -5.3E-04 | -1.3E-05 | -4.0E-05 | -4.3E-04 | -5.4E-06 | -1.4E-05 | -1.9E-05 | -6.3E-04 | -1.4E-04 | -2.9E-04 | -7.2E-06 | -1.4E-05 | -1.4E-05 | -1.2E-05 | -1.3E-05 | -1.3E-05 | -1.3E-05 | -1.3E-05 | -1.4E-05 | -1.2E-05 |
| -0.0095 | a | -0.0095 | -0.0126 | -0.0128 | -0.0095 | -0.0095 | -0.0095 | -0.0097 | -0.0094 | -0.0094 | -0.0131 | -0.0092 | -0.0072 | -0.0096 | -0.0095 | -0.0095 | -0.0095 | -0.0095 | -0.0095 | -0.0095 | -0.0095 | -0.0095 | -0.0095 |
| | Karlo (%) | 7.0 | 17.1 | 19.4 | 0.0 | 0.3 | 20.4 | 0.06 | 0.01 | 0.02 | 23.2 | 3.1 | 9.4 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
| | Değer | Değişken | Asp-Nb | Asp-Au | Asp-Zr | k0-Nb | k0-Au | k0-Zr | eps-Nb | eps-Au | eps-Zr | Q0-Nb | Q0-Au | Q0-Zr | Er-Nb | Er-Au | Er-Zr | Ge-Nb | Ge-Au | Ge-Zr | C0-Nb | C0-Au | |
| -0.0095 | a | -0.0126 | -0.0073 | -0.0128 | -0.0095 | -0.0095 | -0.0095 | -0.0097 | -0.0094 | -0.0094 | -0.0094 | -0.0131 | -0.0072 | -0.0096 | -0.0095 | -0.0095 | -0.0095 | -0.0095 | -0.0095 | -0.0095 | -0.0095 | -0.0095 | |
| | Karlo (%) | 17.1 | 7.0 | 19.4 | 0.0 | 0.3 | 20.4 | 0.01 | 0.06 | 0.02 | 3.1 | 23.2 | 9.4 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | |
| | Değer | Değişken | Asp-Nb | Asp-Zr | Asp-Au | k0-Nb | k0-Zr | k0-Au | eps-Nb | eps-Zr | eps-Au | Q0-Nb | Q0-Zr | Q0-Au | Er-Nb | Er-Zr | Er-Au | Ge-Nb | Ge-Zr | Ge-Au | C0-Nb | C0-Au | |
| -0.0095 | a | -0.0128 | -0.0126 | -0.0073 | -0.0095 | -0.0095 | -0.0097 | -0.0094 | -0.0094 | -0.0094 | -0.0094 | -0.0131 | -0.0092 | -0.0131 | -0.0095 | -0.0095 | -0.0095 | -0.0095 | -0.0095 | -0.0095 | -0.0095 | -0.0095 | |
| | Karlo (%) | 19.4 | 17.1 | 7.0 | 20.4 | 0.3 | 0.0 | 0.01 | 0.01 | 0.06 | 9.4 | 3.1 | 23.2 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | |
| | a = | -0.009 | +- | 0.006 | a (%) = | 63.7 | | | | | | | | | | | | | | | | | |

Şekil D.1: α parametresinin ve bileşik belirsizliğinin AuZr-1 monitörü ile Kragten-NPI programı kullanılarak hesaplanması.

| Au+Zr | | | | | | | | | | | | | | | |
|---------------------------|------------|-------------|------------------|-------------|-------------|---------------|-------------|--------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| RSD | 1s | Değer | Değişken | Asp Au | Asp Zr | k0-Au | k0-Zr | eps-Au | eps-Zr | Q0(a)-Au | Q0(a)-Zr | Ge-Au | Ge-Zr | Gth-Au | Gth-Zr |
| 0.5% | 5.66E+07 | 1.15E+10 | Asp Au | 1.16E+10 | 1.15E+10 | 1.15E+10 | 1.15E+10 | 1.15E+10 | 1.15E+10 | 1.15E+10 | 1.15E+10 | 1.15E+10 | 1.15E+10 | 1.15E+10 | 1.15E+10 |
| 1.2% | 5.47E+03 | 4.41E+05 | Asp Zr | 4.41E+05 | 4.46E+05 | 4.41E+05 | 4.41E+05 | 4.41E+05 | 4.41E+05 | 4.41E+05 | 4.41E+05 | 4.41E+05 | 4.41E+05 | 4.41E+05 | 4.41E+05 |
| 0.0% | 0 | 1 | k0-Au | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| 1.3% | 1.4E-06 | 1.1E-04 | k0-Zr | 1.10E-04 | 1.10E-04 | 1.10E-04 | 1.11E-04 | 1.10E-04 | 1.10E-04 | 1.10E-04 | 1.10E-04 | 1.10E-04 | 1.10E-04 | 1.10E-04 | 1.10E-04 |
| 0.0% | 1.1E-06 | 2.6E-03 | eps-Au | 2.59E-03 | 2.59E-03 | 2.59E-03 | 2.59E-03 | 2.59E-03 | 2.59E-03 | 2.59E-03 | 2.59E-03 | 2.59E-03 | 2.59E-03 | 2.59E-03 | 2.59E-03 |
| 0.0% | 5.8E-07 | 1.3E-03 | eps-Zr | 1.32E-03 | 1.32E-03 | 1.32E-03 | 1.32E-03 | 1.32E-03 | 1.32E-03 | 1.32E-03 | 1.32E-03 | 1.32E-03 | 1.32E-03 | 1.32E-03 | 1.32E-03 |
| 2.1% | 0.3 | 16.0 | Q0(a)-Au | 16.0 | 16.0 | 16.0 | 16.0 | 16.3 | 16.0 | 16.3 | 16.0 | 16.0 | 16.0 | 16.0 | 16.0 |
| 4.7% | 0.3 | 5.6 | Q0(a)-Zr | 5.6 | 5.6 | 5.6 | 5.6 | 5.9 | 5.6 | 5.6 | 5.9 | 5.6 | 5.6 | 5.6 | 5.6 |
| 0.0% | 0.0001 | 1 | Ge-Au | 1 | 1 | 1 | 1 | 1.0001 | 1 | 1 | 1 | 1.0001 | 1 | 1 | 1 |
| 0.0% | 0.0001 | 1 | Ge-Zr | 1 | 1 | 1 | 1 | 1.0001 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1.0001 | 1 | 1 |
| 0.0% | 0.0001 | 1 | Gth-Au | 1 | 1 | 1 | 1 | 1.0001 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1.0001 | 1 |
| 0.0% | 0.0001 | 1 | Gth-Zr | 1 | 1 | 1 | 1 | 1.0001 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1.0001 |
| U | 1.3 | 16.4 | f (Au+Zr) | 16.1 | 17.3 | 16.4 | 15.6 | 16.3 | 16.4 | 17.1 | 15.6 | 16.4 | 16.4 | 16.4 | 16.4 |
| U (%) | 7.8 | | Katku (%) | 3.9 | 27.5 | 0.0 | 36.9 | 0.4 | 0.0 | 17.8 | 23.8 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
| Au+Nb | | | | | | | | | | | | | | | |
| RSD | 1s | Değer | Değişken | Asp Au | Asp Nb | k0-Au | k0-Nb | eps-Au | eps-Nb | Q0(a)-Au | Q0(a)-Nb | Ge-Au | Ge-Nb | Gth-Au | Gth-Nb |
| U | 1.5 | 16.0 | f (Au+Nb) | 16.2 | 15.2 | 16.0 | 16.1 | 16.8 | 16.0 | 15.6 | 17.2 | 16.0 | 16.0 | 16.0 | 16.0 |
| U (%) | 9.1 | | Katku (%) | 1.0 | 20.7 | 0.0 | 0.5 | 23.8 | 0.0 | 4.6 | 49.4 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
| Nb+Zr | | | | | | | | | | | | | | | |
| RSD | 1s | Değer | Değişken | Asp Zr | Asp Nb | k0-Zr | k0-Nb | eps-Zr | eps-Nb | Q0(a)-Zr | Q0(a)-Nb | Ge-Zr | Ge-Nb | Gth-Zr | Gth-Nb |
| U | 1.0 | 16.1 | f (Nb+Zr) | 16.4 | 15.6 | 15.8 | 16.2 | 16.7 | 16.2 | 15.9 | 16.9 | 16.1 | 16.1 | 16.1 | 16.1 |
| U (%) | 6.1 | | Katku (%) | 6.0 | 18.7 | 6.4 | 0.5 | 18.53 | 0.01 | 5.6 | 44.5 | 0.0 | 0.0 | 0.0 | 0.0 |
| Ağırlıklı ortalama | | f = | 16.2 | +/- | 1.0 | U(%) = | 6.1 | | | | | | | | |

Şekil D.2: f parametresinin ve bileşik belirsizliğinin AuZr-1 monitörü ile Kragten-NPI programı kullanılarak hesaplanması.

| RSD | 1s | Değer | Değişken | Asp Au | f | k0-Au | eps-Au | Q0(a)-Au | Ge-Au | Gth-Au |
|---------------------------|-------------|---------------|------------------|---------------|---------------|----------------|---------------|---------------|---------------|---------------|
| 0.5% | 5.66E+07 | 1.15E+10 | Asp Au | 1.16E+10 | 1.15E+10 | 1.15E+10 | 1.15E+10 | 1.15E+10 | 1.15E+10 | 1.15E+10 |
| 6.1% | 1.0 | 16.2 | f | 16.2 | 17.2 | 16.2 | 16.2 | 16.2 | 16.2 | 16.2 |
| 0.0% | 0 | 1 | k0-Au | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| 0.0% | 1.13245E-06 | 2.6E-03 | eps-Au | 2.6E-03 | 2.6E-03 | 2.6E-03 | 2.6E-03 | 2.6E-03 | 2.6E-03 | 2.6E-03 |
| 2.1% | 0.3 | 16.0 | Q0(a)-Au | 15.96 | 15.96 | 15.96 | 15.96 | 16.29 | 15.96 | 15.96 |
| 0.0% | 0.0001 | 1 | Ge-Au | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1.0001 | 1 |
| 0.0% | 0.0001 | 1 | Gth-Au | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1.0001 |
| U | 5611 | 138924 | Fc-Au | 139605 | 134773 | 138924 | 138864 | 137506 | 138917 | 138917 |
| U (%) | 4.0 | | Katkı (%) | 2.3 | 87.4 | 0.0 | 0.0 | 10.2 | 0.0 | 0.0 |
| | | | | | | | | | | |
| RSD | 1s | Değer | Değişken | Asp Nb | f | k0-Nb | eps-Nb | Q0(a)-Nb | Ge-Nb | Gth-Nb |
| U | 5980 | 139699 | Fc-Nb | 142844 | 139210 | 139281 | 139638 | 135119 | 139686 | 139698 |
| U (%) | 4.3 | | Katkı (%) | 31.6 | 0.8 | 0.6 | 0.0 | 67.0 | 0.0 | 0.0 |
| | | | | | | | | | | |
| RSD | 1s | Değer | Değişken | Asp Zr | f | k0-Zr | eps-Zr | Q0(a)-Zr | Ge-Zr | Gth-Zr |
| U | 8106 | 139414 | Fc-Zr | 141145 | 133352 | 137625 | 139353 | 137762 | 139411 | 139404 |
| U (%) | 5.8 | | Katkı (%) | 6.6 | 80.4 | 7.0 | 0.0 | 6.0 | 0.0 | 0.0 |
| | | | | | | | | | | |
| Ağırlıklı ortalama | | Fc = | 139,330 | +/- | 5611 | U (%) = | 4.0 | | | |

Şekil D.3: $F_{c,Au}$ parametresinin ve bileşik belirsizliğinin AuZr-1 monitörü ile Kragten-NPI programı kullanılarak hesaplanması.

EKE

The list of deselected peaks is more for QA purposes than anything else:
Deselected peak energies:
in spectrum #0
72.80 keV
74.97 keV
84.94 keV
87.30 keV
511.00 keV

We are now in the "ordinary samples" section of the report.

Sample: 13 2711
Nov 20 2014 12:00:0.000: 80.860 mg of sample packaged in recipient 1 (PE-bag)
Nov 21 2014 09:55:0.000 (04h11): in ITU at flux: 5.938E+016 +/- 5.0E+015
Nov 26 2014 16:08:33.000 (01h38, DT: 8.4 %): with GMX at 135.0 mm
Jan 21 2015 12:00:0.000: sample unpacked from recipient 1 (PE-bag)

Results:

| Element | Concentration | acc. | prec. | Detection limit |
|---------|----------------------|--------|----------|------------------|
| Na | 1.204E+004 mg/kg +/- | 8.5 % | (8.5 %) | 2.913E+001 mg/kg |
| K | 2.346E+004 mg/kg +/- | 12.8 % | (9.0 %) | 1.640E+003 mg/kg |
| Ca | 0.000E+000 mg/kg +/- | 0.0 % | (0.0 %) | 1.162E+005 mg/kg |
| Sc | 7.603E+000 mg/kg +/- | 27.1 % | (8.5 %) | 1.968E-001 mg/kg |
| Cr | 0.000E+000 mg/kg +/- | 0.0 % | (0.0 %) | 1.958E+001 mg/kg |
| Fe | 2.347E+004 mg/kg +/- | 15.1 % | (9.2 %) | 2.195E+003 mg/kg |
| Co | 0.000E+000 mg/kg +/- | 0.0 % | (0.0 %) | 3.938E+000 mg/kg |
| Cu | 0.000E+000 mg/kg +/- | 0.0 % | (0.0 %) | 2.733E+001 mg/kg |
| Zn | 0.000E+000 mg/kg +/- | 0.0 % | (0.0 %) | 1.521E+002 mg/kg |
| Ga | 0.000E+000 mg/kg +/- | 0.0 % | (0.0 %) | 8.038E+001 mg/kg |
| Ge | 0.000E+000 mg/kg +/- | 0.0 % | (0.0 %) | 1.406E+004 mg/kg |
| As | 9.155E+001 mg/kg +/- | 13.1 % | (11.0 %) | 8.618E-001 mg/kg |
| Se | 0.000E+000 mg/kg +/- | 0.0 % | (0.0 %) | 9.361E+001 mg/kg |
| Br | 3.094E+000 mg/kg +/- | 45.2 % | (17.6 %) | 6.364E-001 mg/kg |
| Rb | 0.000E+000 mg/kg +/- | 0.0 % | (0.0 %) | 5.040E+001 mg/kg |
| Sr | 0.000E+000 mg/kg +/- | 0.0 % | (0.0 %) | 8.588E+002 mg/kg |
| Zr | 0.000E+000 mg/kg +/- | 0.0 % | (0.0 %) | 4.650E+003 mg/kg |
| Pd | 3.193E+004 mg/kg +/- | 48.4 % | (12.3 %) | 5.911E+001 mg/kg |
| Ag | 0.000E+000 mg/kg +/- | 0.0 % | (0.0 %) | 5.812E+001 mg/kg |
| Cd | 3.614E+001 mg/kg +/- | 34.3 % | (14.9 %) | 7.173E+000 mg/kg |
| In | 0.000E+000 mg/kg +/- | 0.0 % | (0.0 %) | 3.240E+001 mg/kg |
| Sn | 0.000E+000 mg/kg +/- | 0.0 % | (0.0 %) | 9.519E+003 mg/kg |
| Sb | 1.812E+001 mg/kg +/- | 13.9 % | (12.5 %) | 1.848E-001 mg/kg |
| La | 3.126E+001 mg/kg +/- | 8.9 % | (8.5 %) | 3.680E-001 mg/kg |
| Ce | 4.078E+001 mg/kg +/- | 33.9 % | (13.3 %) | 1.066E+001 mg/kg |
| Pr | 0.000E+000 mg/kg +/- | 0.0 % | (0.0 %) | 3.087E+001 mg/kg |
| Sm | 0.000E+000 mg/kg +/- | 0.0 % | (0.0 %) | 1.634E+001 mg/kg |
| Gd | 0.000E+000 mg/kg +/- | 0.0 % | (0.0 %) | 5.594E+003 mg/kg |
| Ho | 0.000E+000 mg/kg +/- | 0.0 % | (0.0 %) | 2.948E-001 mg/kg |
| Lu | 0.000E+000 mg/kg +/- | 0.0 % | (0.0 %) | 9.374E-001 mg/kg |
| Hf | 0.000E+000 mg/kg +/- | 0.0 % | (0.0 %) | 7.222E+000 mg/kg |
| Ir | 0.000E+000 mg/kg +/- | 0.0 % | (0.0 %) | 1.380E+000 mg/kg |
| Au | 2.932E+001 mg/kg +/- | 12.7 % | (12.7 %) | 2.697E-002 mg/kg |
| U | 0.000E+000 mg/kg +/- | 0.0 % | (0.0 %) | 6.643E+000 mg/kg |

Şekil E.1: 21.11.2014 ışınlanması k_0 -IAEA analiz raporu.


```

"Subject      : Neutron Activation Analysis Results (NAA)"
"Order       : 14-ANE-01 (our ref.: ANE)"
"Irradiations codes : WEPAL-ANE"
"Analysis procedure : NAA according to the k0-standardization method."
"The given uncertainty equals 2.00 standard deviations including 3.5% systematical uncertainty(*)"

mg/kg,mg/kg,mg/kg,
14-ANE-01,1547,,2711,,BLANK,,IPE-1,,IPE-2,,IPE-3,,IPE-4,,ISE-1,,ISE-2,,ISE-3,,ISE-4,,
,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,
mg/kg,Conc.,Unc.,LD,Conc.,Unc.,LD,Conc.,Unc.,LD,Conc.,Unc.,LD,Conc.,Unc.,LD,Conc.,Unc.,LD,Conc.,Unc.,LD,Conc.,Unc.,LD
Na,4.078E+1,3.525E+0,1.633E+0,1.071E+4,7.530E+2,1.473E+1,,2.191E-4,2.679E+3,1.077E+2,3.742E+2,2.739E+1,2.815E+0,1.182E+0,3.431E+1,2.679E+0,7.301E-1,9.191E+0,8.036E-1,4.049E-1,4.823E+3,3.383E+2,5.706E+0,1.833E+3,1.284E+2,2.
K,1.897E+4,1.347E+3,2.456E+2,2.045E+4,3.970E+3,3.694E+3,1.477E+0,2.066E+4,1.515E+4,4.981E+2,4.007E+4,2.816E+3,1.735E+2,,4.277E+3,7.027E+2,6.593E+1,5.557E+1,1.404E+4,1.951E+3,1.306E+3,5.038E+3,4.628E+2,3.893E+2,7.195E+3,6
Ca,,3.382E+3,,1.241E+4,,2.761E+2,,2.327E+4,1.344E+4,5.037E+3,7.451E+3,,4.087E+3,,2.476E+3,8.059E+4,6.756E+3,6.807E+3,,3.500E+3,2.518E+4,1.971E+3,1.619E+3,3.101E+4,2.932E+3,1.210E+3
Sc,3.609E-2,3.934E-3,3.542E-4,8.171E+0,5.743E-1,1.357E-3,3.787E-4,2.235E-2,,4.026E-3,4.371E-3,,3.302E-3,9.971E+0,6.997E-1,2.036E-3,7.240E-1,5.186E-2,4.886E-4,1.008E+0,7.195E-2,6.740E-4,6.127E+0,4.348E-1,8.860E-5
Ti,,3.460E+2,,1.300E+3,,9.959E+1,,1.097E+3,,6.420E+2,,2.111E+2,,2.500E+4,,7.000E+3,,1.000E+4,,3.500E+3
V,,2.445E+1,,1.181E+2,,5.832E+0,,1.193E+2,,3.777E-1,,1.75E+1,,1.270E-1,,5.452E+1,,3.199E+1,,1.330E-1,,3.269E+1
Cr,,1.500E+1,,3.420E+0,,6.802E-2,,4.868E+0,,1.781E+0,,1.621E+0,,1.350E+0,7.892E+1,1.122E+1,4.486E+0,3.725E+1,2.678E+0,9.805E-1,3.716E+1,2.724E+0,1.370E+0,2.948E+1,5.742E+0,2.152E-1
Mn,,,,,,,,,,,,,1.011E+3,,,,,,,,,,,,,9.661E+5,,,,,,,,,,,,,
Fe,1.646E+2,3.968E+1,2.988E+1,2.838E+4,7.172E+3,1.159E+2,,4.015E+0,4.475E+2,6.890E+1,1.449E+2,,4.059E+1,,5.138E+1,,3.289E+1,2.824E+4,2.030E+3,1.727E+2,2.231E+3,1.630E+2,3.306E+1,2.712E+3,2.117E+2,4.926E+1,1.617E+4,1.141
Co,,5.982E-2,8.517E+0,8.326E-1,3.817E-2,,4.884E-3,,2.020E-1,,4.406E-2,,5.573E-2,,4.621E-1,1.324E+1,1.039E+0,6.467E-2,7.013E-1,6.872E-2,1.182E-2,7.115E-1,1.147E-1,1.630E-2,7.764E+0,7.778E-1,2.739E-3
Ni,,2.079E+1,,1.295E+2,,7.649E-1,,2.312E-1,,1.542E+1,,1.513E+1,,1.117E+1,,1.650E+2,,2.135E+1,,1.425E+1,,6.500E+2
Cu,,7.000E+2,,1.500E+3,,1.000E-1,,1.500E+3,,7.000E+2,,2.411E+0,,1.500E+2,,5.000E+3,,1.200E+3,,2.000E+3,,2.150E+1
Zn,,3.052E+0,,3.216E+1,,1.633E-1,3.472E+1,4.648E+0,3.567E+0,4.882E+1,3.804E+0,1.525E+0,2.928E+1,2.531E+0,1.380E+1,1.273E+1,1.382E+0,4.479E-1,,3.432E+1,,4.707E+0,,6.233E+0,,2.679E+0
Ga,,2.722E+2,,2.800E+1,,1.655E-2,,6.458E+0,,2.275E+0,,1.245E+0,,5.701E-2,,4.000E+2,,1.000E+2,,6.242E+0,,3.000E+2
Ge,,1.426E+3,,1.892E+4,,7.639E+1,,3.746E+3,,1.218E+3,,7.500E+2,,4.348E+2,,5.831E+3,,3.522E+3,,1.883E+3,,4.555E+3
As,,3.205E-1,1.027E+2,1.423E+1,2.460E+0,,4.616E-3,,7.936E-1,,2.670E-1,,1.607E-1,7.435E-2,1.649E+1,1.296E+0,9.565E-1,1.307E+0,1.711E-1,2.764E-1,4.178E+0,4.859E-1,3.013E-1,8.654E+0,1.193E+0,6.819E-1
Se,,8.959E-2,,3.374E-1,,9.683E-3,,1.465E+0,,5.705E-1,,5.089E-1,,2.213E-1,,5.049E-1,,1.017E-1,,1.404E-1,,2.130E-2
Br,1.014E+1,4.935E-1,4.133E-1,5.789E+0,1.533E+0,2.291E+0,4.257E-3,2.038E+1,1.470E+0,1.077E+0,7.153E-1,1.345E-1,3.568E-1,9.484E-1,1.293E-1,1.43E-1,9.714E-2,6.334E+0,6.257E-1,1.011E+0,5.489E+0,6.614E-1,3.264E-1,6.637E+0,
Rb,1.590E+1,2.225E+0,3.401E+0,9.152E+1,2.110E+1,1.776E+1,2.173E-1,3.176E+1,4.482E+0,6.693E+0,,1.893E+0,9.868E+0,1.358E+0,1.968E+0,,1.293E+0,9.745E+1,1.887E+1,2.160E+1,2.323E+1,3.053E+0,4.527E+0,3.185E+1,4.124E+0,6.360E+
Sr,,4.221E+1,,1.634E+2,,1.604E+0,,1.608E+2,,5.483E+1,,5.116E+1,,4.126E+2,,2.323E+2,,4.759E+1,,6.625E+1,,1.036E+1
Zr,,5.319E+1,,2.860E+2,,1.786E+0,,2.620E+1,,4.695E+1,,4.493E+1,,1.726E+2,,1.954E+2,1.058E+2,2.556E+1,7.841E+1,2.294E+2,7.073E+1,1.138E+0,4.828E+2,1.442E+2,1.875E+1
Mo,,7.480E-1,,3.107E+0,,2.190E-1,,4.256E+0,,2.265E-1,,8.797E-1,9.695E-1,2.670E-1,5.156E-1,1.550E+0,8.711E-1,3.700E-1,8.712E-1
Ru,,1.383E+0,,2.512E+0,,2.541E-2,,2.362E+0,,8.133E-1,,7.857E-1,,1.500E+1,,3.430E+0,,7.197E-1,,1.004E+0,,1.585E-1
Pd,,2.936E+0,,3.532E+1,,4.844E-1,,1.400E+1,,6.447E+0,,5.653E+0,,3.805E+0,,1.192E+1,,7.085E+0,,3.315E+0,,8.757E+0
Ag,,3.995E-1,3.576E+0,9.305E-1,1.896E+0,,1.538E-2,,1.253E+0,,4.091E-1,,3.789E-1,,2.715E-1,,2.779E+0,,5.362E-1,,7.406E-1,,1.186E-1
Cd,,3.598E+0,3.057E+1,7.676E+0,1.462E+1,,1.987E-1,,1.070E+1,,3.115E+0,,1.814E+0,,9.432E-1,,6.665E+0,,2.798E+0,,1.745E+0,,3.911E+0
In,,3.751E-1,,1.000E+3,,4.077E-2,,3.837E+0,,1.562E+0,,1.284E+0,,8.812E-1,,5.000E+2,,4.196E-1,,5.828E-1,,9.107E-2
Sn,,1.199E+1,,5.318E+1,,1.426E+0,,1.338E+2,,5.112E+1,,3.943E-1,,2.617E+1,,6.465E+1,,1.276E+1,,1.791E+1,,3.292E+0
Sb,,9.014E-2,1.653E+1,1.540E+0,4.410E-1,,1.552E-3,5.063E-1,1.598E-1,2.968E-1,6.565E-2,5.615E-2,2.857E-2,1.171E+0,1.526E-1,2.891E-1,2.733E-1,3.970E-2,7.153E-2,4.967E-1,5.207E-2,7.638E-2,7.408E-1,9.926E-2,1.671E-1
Te,,7.346E+0,,3.749E+1,,6.915E-1,,2.797E+1,,1.001E+1,,7.156E+0,,3.635E+0,,2.340E+1,,7.407E+0,,5.919E+0,,2.232E+0
Cs,,4.756E-2,5.540E+0,5.024E-1,3.578E-1,,3.443E-3,,2.933E-1,,8.489E-2,,5.548E-2,,6.227E-2,9.502E+0,7.312E-1,5.546E-1,8.188E-1,1.334E-1,1.126E-1,1.399E+0,2.175E-1,1.563E-1,2.872E+0,2.887E-1,2.354E-2
Ba,1.002E+2,2.470E+1,5.914E+0,6.912E+2,8.053E+1,2.726E+1,8.212E-1,7.790E+1,3.433E+1,3.132E+1,1.320E+1,2.973E+1,1.461E+2,4.908E+1,6.265E+0,1.923E+2,6.923E+1,8.796E+0,,1.694E+0
La,7.497E+0,5.352E-1,1.252E-1,3.298E+2,2.452E+0,8.048E-1,7.63E-3,4.218E-1,,2.122E-1,,1.197E-1,2.400E-1,2.306E-2,2.915E-2,3.152E+1,2.616E+0,3.812E-1,3.772E+0,3.988E-1,9.331E-2,6.105E+0,4.729E-1,1.029E-1,2.296E-1
Ce,8.071E+0,5.831E-1,1.495E-1,4.522E+1,5.847E+0,4.390E-1,1.210E-2,1.936E+0,7.228E-1,6.669E-1,2.000E+0,3.385E+1,3.434E+0,1.428E-1,7.226E+0,5.189E-1,1.657E-1,1.400E+1,1.199E+0,2.305E-1,3.431E-2
Pr,,1.116E+1,,1.462E+2,,7.440E-2,,3.009E+1,,1.280E+1,,6.771E+0,,2.328E+0,,6.027E+1,,1.309E+1,,1.909E+1,,5.076E-1
Nd,4.611E+0,4.200E-1,4.195E-1,1.200E+3,4.521E-2,1.244E+1,5.824E+0,5.957E+0,2.609E+0,2.560E+0,7.610E-1,1.730E+0,3.556E-1,4.992E-1,9.775E-2
Sm,9.549E-1,6.692E-2,3.597E-3,1.473E-2,9.672E-4,8.738E-2,1.152E-2,1.949E-2,7.672E-3,1.057E-4,2.934E-3,5.658E+0,3.966E-1,7.666E-3,3.658E-3,8.007E-1,6.077E-2,1.887E-3,3.387E+0,1.540E+0,4.575E-3
Eu,1.672E-1,1.199E-2,2.633E-3,8.372E-3,2.334E-4,4.126E-2,1.733E-2,1.496E-2,6.081E-3,1.301E-2,3.000E+0,3.000E+0,5.000E+0
Gd,1.676E-1,6.295E-1,1.687E-2,3.625E+0,1.643E+0,1.417E+0,4.633E-1,1.468E+0,1.934E-1,2.656E-1,6.245E-2
Tb,9.729E-2,1.086E-2,5.125E-3,1.555E-2,4.196E-4,4.030E-1,3.675E-2,3.541E-2,1.069E-2,2.392E-2,3.000E+0,6.363E-3,4.000E+1

```

Şekil F.1: 21.11.2014 ışınlaması Kayzero for Windows analiz raporu.

ÖZGEÇMİŞ



Ad Soyad : Ayşe Nur Esen
Doğum Yeri ve Tarihi : Ankara, 15.11.1983
E-Posta : aysenursolmaz@gmail.com

ÖĞRENİM DURUMU:

- **Lisans** : 2005, Ankara Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Fizik Mühendisliği
- **Yükseklisans** : 2008, Ankara Üniversitesi, Nükleer Bilimler Enstitüsü, Medikal Fizik Anabilim Dalı

MESLEKİ DENEYİM VE ÖDÜLLER:

- 2014 yılında TÜBİTAK-BİDEB 2214-A Yurt Dışı Araştırma bursunu kazandı.
- 2013 yılında TÜBİTAK-BİDEB 2211-C Öncelikli Alanlara Yönelik Yurt İçi Doktora bursunu kazandı.
- 5-7 Haziran 2014’de düzenlenen “International Conference on Energy and Management (ICEM 2014)” konferansında Organizasyon Komitesi Üyesi olarak çalıştı.
- 2013 yılında “17th Topical Meeting on Research Reactor Fuel Management (RRFM), 21-25 April 2013, Saint Petersburg, Russian Federation” konferansına katılmak için IAEA bursu kazandı.
- 2011 yılından beri İstanbul Bilgi Üniversitesi Mühendislik ve Doğa Bilimleri Fakültesi Enerji Sistemleri Mühendisliği Bölümü’nde Araştırma Görevlisi olarak çalışmaktadır.
- 2007-2010 yılları arasında Ankara Üniversitesi Nükleer Bilimler Enstitüsü’nde Uzman olarak çalıştı.

DOKTORA TEZİNDEN TÜRETİLEN YAYINLAR, SUNUMLAR VE PATENTLER:

- **Esen, A.N.**, Hacıyakupoğlu, S., Erentürk, S., Kubešová, M., Kucera, J., 2015. Feasibility study of ko -INAA at the ITU TRIGA Mark II research reactor, Turkey. *14th International Conference on Modern Trends in Activation Analysis*, August 23-28, 2015 Delft, The Netherlands.
- **Esen, A.N.**, Kubešová, M., Hacıyakupoğlu, S., Kucera, J., 2015. Instrumental neutron activation analysis of plant tissues and soils for phytoremediation study in Istanbul. *11th International Conference on Nuclear Analytical Methods in the Life Sciences*, August 23-28, 2015 Delft, The Netherlands.
- Hacıyakupoğlu, S., **Esen, A.N.**, Erentürk, S., 2014. Experimental parameters optimization of instrumental neutron activation analysis in order to determine selected elements in some industrial soils in Turkey, *Radiation Physics and Chemistry*, 101, 24-29.
- Hacıyakupoğlu, S., **Esen, A.N.**, Erentürk, S., Okka, M., Genceli, M., Mercimek, M., Genceli, E., Yusan, S., Gur, F., Olgen, K., Camtakan, Z., Kiziltas, S., Tanbay, T., 2014. Determining distribution of heavy metal pollution in terms of ecological risk levels in soil of industrially intensive areas around Istanbul, *Toxicological and Environmental Chemistry*, 97(1), 62-75.
- **Esen, A.N.** (Araştırmacı), Hacıyakupoğlu, S., Farklı Matrislerdeki Örneklerin Nötron Aktivasyon Analiziyle Elementel Karakterizasyonu, İstanbul Teknik Üniversitesi, Bilimsel Araştırma Projeleri, Lisansüstü Tezlerini Destekleme Programı Projesi, 2013-.
- **Esen, A.N.**, Nötron Aktivasyon Analizi ile Element Tayini Seminer, İ.T.Ü. Enerji Enstitüsü, 9 Ekim 2013.
- Hacıyakupoğlu, S., **Esen, A.N.**, Erentürk, S., 2013. Determination of chromium in proficiency testing soil samples by neutron activation analysis. *The Fourth International Proficiency Testing Conference*, September 18-20, 2013 Brasov, Romania.
- Hacıyakupoğlu, S., **Esen, A.N.**, Erentürk, S., Okka, M., Genceli, M., Mercimek, M., Genceli, E., Yusan, S., Gur, F., Olgen, K., Camtakan, Z., Kiziltas, S., Tanbay, T., 2013. Determining spatial distribution of heavy metal pollution in terms of ecological risk levels in the industrially intensive areas around Istanbul. *Fourth International Conference on Environmental Management, Engineering, Planning and Economics*, June 24-28, 2013 Mykonos Island, Greece.
- **Esen, A.N.**, Orucoglu, E., Hacıyakupoğlu, S., Erentürk, S., 2013. Arsenic Determination in Coal and Ash Samples by Neutron Activation Analysis. *European Research Reactor Conference*, April 21-25, 2013 St. Petersburg, Russia.

DİĞER YAYINLAR, SUNUMLAR VE PATENTLER:

- Karaman, C., **Esen, A.N.**, Oruçoğlu, E., Hacıyakupoğlu, S., Bayram, O., 2015. Assessment of Natural Radioactivity and Associated Radiological Implications

- in Marble Samples from Turkey. *3rd International Conference on Po and Radioactive Pb Isotopes*, October 11-14, 2015 Kuşadası, Turkey.
- Hacıyakupoğlu, S., Orucoglu, E., **Esen, A.N.**, Erentürk, S., Yusan, S., 2014. Kinetic modeling of selenium (IV) adsorption for remediation of contaminated aquatic systems based on meso-scale experiments, *Desalination and Water Treatment*, 1-9.
 - Hacıyakupoğlu, S., Orucoglu, E., **Esen, A.N.**, Yusan, S., Erentürk, S., 2013. Modeling of Selenium Adsorption for Remediation of Contaminated Aquatic Systems. *Fourth International Conference on Environmental Management, Engineering, Planning and Economics*, June 24-28, 2013 Mykonos Island, Greece.
 - Hacıyakupoğlu, S., Oğuz, I., **Esen, A.N.**, 2012. Determination of Spatial ¹³⁷Cs Distribution in Ugrak Watershed. *Fifth International Conference on Water, Climate and Environment*, May 28-June 2, 2012 Ohrid, FYR of Macedonia.
 - Yücel, H., Uyar, E., **Esen, A.N.**, 2012. Measurements on the spectroscopic performance of CdZnTe coplanar grid detectors, *Applied Radiation and Isotopes*, 70, 1608-1615.
 - Yücel, H., Uyar, E., **Esen, A.N.**, Bor, D., 2011. Correction methodology for the spectral interfering γ -rays overlapping to the analytical peaks used in the analysis of ²³²Th, *Applied Radiation and Isotopes*, 69, 890-897.
 - Yücel, H., **Solmaz, A.N.**, Köse, E., Bor, D., 2010. Methods for spectral interference corrections for direct measurements of ²³⁴U and ²³⁰Th in materials by gamma-ray spectrometry, *Radiation Protection Dosimetry*, 138(3), 264-277.
 - Yücel, H., **Solmaz, A.N.**, Köse, E., Bor, D., 2010. True coincidence-summing corrections for the coincident gamma-rays measured with coplanar grid CdZnTe detectors, *Applied Radiation and Isotopes*, 68, 1040-1048.
 - Yücel, H., **Solmaz, A.N.**, Köse, E., Bor, D., 2010. A semi-empirical method for calculation of true coincidence corrections for the case of a close-in detection in γ -ray spectrometry, *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, 283, 305-312.
 - Yücel, H., **Solmaz, A.N.**, Köse, E., Bor, D., 2010. Spectral interference corrections for the measurement of ²³⁸U in materials rich in thorium by a high resolution γ -ray spectrometry, *Applied Radiation and Isotopes*, 67, 2049-2056.
 - Yücel, H., **Solmaz, A.N.**, İnal, T., Bor, D., 2009. Virtual Photon Interaction Depths in the CZT Detector in the Energy Range of 50-662 keV, *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, 280(3), 569-575.
 - **Solmaz, A.N.**, Yücel, H., Köse, E., Bor, D., 2008. Comparison of the Activity Results Measured in the well-type HPGe Detector by Using Radionuclide Specific and Absolute Efficiency Calibrations *The Fifth Eurasian Conference on Nuclear Science and Its Application*, October 14-17, 2008 Ankara, Turkey.
 - Yücel, H., Köse, E., **Solmaz, A.N.**, Bor, D., 2008. Interference Corrections for Some Spectral Peaks Used in Gamma Spectrometric Analysis of ²³⁸U and ²²⁶Ra in Presence of Thorium in Samples. *The Fifth Eurasian Conference on Nuclear Science and Its Application*, October 14-17, 2008 Ankara, Turkey.

- **Solmaz, A.N.**, Yücel, H., Bor, D., 2008. Efficiency Calibration of a Well-Type Ge Detector for Voluminous Samples in Cylindrical Geometry. *New Techniques for the Detection of Nuclear and Radioactive Agents*, May 26-30, 2008 Muğla, Turkey.
- Yücel, H, **Solmaz, A.N.**, Kurt, A., İnal, T., Bor, D., 2008. Disk Kaynak Geometrisi için 30-670 keV Gama Işını Enerji Aralığında CdZnTe Dedektörünün Dedeksiyon Verimi, *Gazi Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Dergisi*, 23(1), 699-707.