

NÖTRON AKTİVASYON ANALİZİ YÖNTEMİ İLE

CAM İÇİNDE $^{59}_{27}\text{Co}$ BELİRLENMESİ

83039

Yüksek Lisans Tezi

İsmail ÇELİK

83039

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 19 Ocak 1998

Tezin Savunulduğu Tarih : 15 Aralık 1998

Tez Danışmanı : Doç. Dr. Erdinç EDGÜ

Diğer Jüri Üyeleri : Prof. Dr. Şarman GENÇAY

: Prof. Dr. Ahmet BAYÜLKEN

: Prof. Dr. Atilla ÖZGENER

: Prof. Dr. Ali GİRGİN (İ.Ü.)

Erdinç Edgü
Şarman Gençay
Ahmet Bayülken
Atilla Özgener
Ali Gırgın

TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
NÜKLEER ENERJİ ENSTİTÜSÜ
DOĞRU

Ocak 1999

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
KISALTMALAR	iv
TABLO LİSTESİ	v
ŞEKİL LİSTESİ	vi
ÖZET	viii
İNGİLİZCE ÖZET	ix
BÖLÜM 1. GİRİŞ	1
BÖLÜM 2. NÖTRON AKTİVASYON ANALİZİ YÖNTEMİ	2
2.1. Genel Bilgiler	2
2.1.1. NAA Uygulama Esasları, Analizin Yapılışı	2
2.1.2. Nötron Aktivasyon Analizinin Kullanım Alanları	4
2.1.3. NAA'nın Üstünlükleri	6
2.2. Nicel İnceleme	8
2.2.1. Radyoaktif Elementin Aktivitesi	8
2.2.2. Belirlenecek Elementin Miktarı İçin Yöntemler	12
2.2.2.1. Mutlak Yöntem	12
2.2.2.2. Karşılaştırma Yöntemi	13
BÖLÜM 3. SAYMA DÜZENEKLERİ	15
3.1. Dedektörler	15
3.1.1. Sintilasyon Dedektörü	15
3.1.2. Yarı İletken Dedektör	17
3.2. Düzenekler	21
3.2.1. Çok Kanallı Analizör	21
3.2.2. Eş Etki (Koensidans) Yöntemi ve Düzeneği	23

BÖLÜM 4. GERÇEKLEŞTİRİLMESİ DÜŞÜNÜLEN ÇALIŞMA	27
BÖLÜM 5. DENEYSEL ÇALIŞMA	32
BÖLÜM 6. SONUÇ	43
KAYNAKLAR	45
EK - A. NAA ÜZERİNE BİR LİTERATÜR GEZİNTİSİ	47
A.1. NAA ile Yakın Geçmişte Yapılmış Bir Kaç Çalışma	47
A.1.1. Yüksek Sıcaklıkta Süperiletken Olan Modellerin İz Elemenleri Kirliliklerinin Belirlenmesi	47
A.1.2. Belediye Katı Atıklarının Yakılmasıyla Oluşan Küllerin Element Karakterizasyonu	48
A.1.3. Son Model Otomobillerden Havaya Karışan Parçacıklar	49
A.1.4. Çevreden Alınan Örneklerde İz Elementinin NAA ile Belirlenmesi	50
A.1.5. Nötron Aktivasyon İzleyicileri Kullanarak Stronsiyum ve İttriyum'un Kromatografik Ayırım Çalışması	50
A.2. NAA Işınlamalarında Problemler ve Hatalar	52
A.3. NAA da Başlıca Standartlar	54
A.3.1. Nükleer Analitik Kimyada Standartların Kullanımı	54
A.3.2. Aktivasyon Analizinde Başlıca Standartlar	55
A.4. Öğretim Aracı Olarak Dünya Üniversitelerinde NAA	56
A.4.1. Washington Eyalet Üniversitesi'nde NAA	56
A.4.2. MIT Nükleer Reaktör Laboratuvarının Lise Öğretim Programı	57
A.4.3. Dalhousie Üniversitesi'nde NAA ile Kimya Öğretimi	59
A.4.4. Eğitim Aracı Olarak Illinois Üniversitesi'nde NAA	60
A.4.5. UCI (University of California at Irvine)'da Analitik Kimyada NAA Öğretimi	61
A.4.6. Pennsylvania Eyalet Üniversitesi'nde NAA	63
TEŞEKKÜR	65
ÖZGEÇMİŞ	66

KISALTMALAR

INAA	: İInstrumental Nötron Aktivasyon Analizi
NAA	: Nötron Aktivasyon Analizi
RNAA	: Radyokimyasal Nötron Aktivasyon Analizi
MCA	: Çok Kanallı Analizör
ppm	: Milyonda Bir Parçacık
Ge(Li)	: Germanyum Lityum (Dedektörü)
NaI	: Sodyum İyodür (Dedektörü)
ADC	: Analog Dijital Konverter
PHA	: Darbe Yükseklik Analizörü
GM	: Geiger-Müller Tüpü

TABLO LİSTESİ

	Sayfa
Tablo 5.1 1800 s'lik sayım verileri	36
Tablo 5.2 1800 s'de elde edilen γ -spektrumları	36
Tablo 5.3 Hesaplanan $^{59}_{27}\text{Co}$ miktarları	41



ŞEKİL LİSTESİ

	Sayfa
Şekil 2.1	7
Bazı elementlerin; INAA ile iz elementi olarak ve diğer farklı analitik tekniklerle belirlenmesinde sınır değerleri	
Şekil 2.2	10
T1 süre ışınlandıktan sonra çıkarılan örneğin; çıkarıldıktan t süre sonraki aktivitesi	
Şekil 3.1	15
Sintilasyon sayıcısı	
Şekil 3.2	18
(a) Saf Silisyum (b) Arsenik konulmuş n-tipi yarı iletken (c) Galyum konulmuş p-tipi yarı iletken	
Şekil 3.3	19
(a) Dış akım uygulanmamış p-n birleşmesi (b) Ters akım uygulanırsa, elektrik alanın etkisiyle hem potansiyel hem de x_0 derinliği artacaktır	
Şekil 3.4	19
Ters akım uygulanmış yarı iletken dedektör	
Şekil 3.5	20
Yarı iletken Ge veya Ge(Li) dedektör sistemi.	
Şekil 3.6	22
Çok kanallı analizör blok diyagramı	
Şekil 3.7	22
Çok kanallı γ -ışını spektrometre sistemi şeması	
Şekil 3.8	24
Eş etki devresinin özelliği	
Şekil 3.9	25
Eş etki yöntemi için aktivite sayma düzeneği	
Şekil.4.1	27
$^{59}_{27}\text{Co}$ için aktivasyon çizelgesi	

Şekil. 4.2	28
$^{60}_{27}\text{Co}$ ve $^{60m}_{27}\text{Co}$ ' nin bozunma şeması	
Şekil. 4.3	29
$^{60}_{27}\text{Co}$ ve $^{60m}_{27}\text{Co}$ ' nin basite indirgenmiş bozunma şeması	
Şekil 5.1	37
1 numaralı Standart için γ - spektrumu	
Şekil 5.2	38
2 numaralı Standart için γ - spektrumu	
Şekil 5.3	39
5 numaralı Örnek için γ - spektrumu	
Şekil 5.4	40
6 numaralı Örnek için γ - spektrumu	

ÖZET

Bu çalışmada, dünyada son otuz yıl içinde büyük bir gelişme gösteren Nötron Aktivasyon Analizi'ni incelemek, temel bilgileri vermek ve dünyada yapılan öğretim çalışmalarını aksettirerek bu konuda ulaşılan sınırlar konusunda fikir vermek amaçlanmıştır.

Nötron Aktivasyon Analizi'nin teorik incelendiği bölümde temel bilgiler verilmiştir. Bunun yanı sıra, bir Nötron Aktivasyonu uygulama çalışması yapılırken kullanılan metotlar ve uygulama adımlarından sözedilmektedir. Yine bu anlatılanları pekiştirmek ve metodun ne kadar önemli olduğunu belirtmek amacıyla, dünyada çeşitli üniversitelerde yapılan gerek eğitim - öğretim çalışmalarına gerekse deneysel çalışmalara yer verilmiştir.

İ.T.Ü. Nükleer Enerji Enstitüsü TRIGA Mark - II reaktörü ile ışınlama yapılarak, NAA yöntemi kullanılarak bir örnek madde içinde iz element belirlemesinin bir uygulaması yapılmıştır. Söz konusu örnek madde, ülkemizdeki yüksek tirajlı gazeteler tarafından satışı arttırmak amacıyla yaygın bir biçimde dağıtılmış olan koyu mavi renkli cam gıda kaplarından bir bardaktır.

Örnek maddede bulunup bulunmadığı ve varsa miktarı belirlenecek olan iz element, belli ölçülerden fazlasının bulunması halinde insan sağlığı için zararlı olduğu bilinen Co-59 maddesidir.

Ancak, burada gözetilen amaç, iz elementin ilgili örnekteki miktarının sağlığa zararlı olup olmadığının belirlenmesi ile kesin hükme varmak değil, bir yüksek lisans tezi çerçevesinde böyle bir hükme temel olabilecek verilerin saptanması imustur.

Cam örnek içindeki Co-59 miktarı Nötron Aktivasyon Analizi Yöntemi ile belirlenip, elde edilen sonuç diğer çalışmalarla karşılaştırıldı. Bulunan $(443 \pm 14,3)$ ppm değerinin karşılaştırma yapılan x-ışını fluoressan yöntemi ile yapılan bazı çalışmalara göre duyarlık bakımından daha doyurucu olduğu görülmüştür.

İNGİLİZCE ÖZET

DETERMINATION of Co in GLASS by the METHOD of NEUTRON ACTIVATION ANALYSIS

The main objective of this study is to confirm the role of Neutron Activation Analysis (NAA) by using its fundamental aspects and to progress the applicant's ability.

An adaptation of determination of a trace element in a defined sample has been carried out by using of the method Neutron Activation Analysis in our institute's TRIGA Mark-II type reactor.

The defined sample is selected to be a glass, which is a part of dark blue colored translucent kitchen ware set, that was commonly promoted a few years ago, throughout the country by the highest circulated newspapers of Turkey, for a period of almost two years.

The trace element whose presence - and if present, its amount - is to be determined in the sample, is cobalt, $^{59}_{27}\text{Co}$ which is known to be harmful for human health, if exceeds some certain amount.

However; the aim of the research here is not to give a final decision concerning human health, but to supply data for likely decisions; by determining the amount of trace element in the sample. This research also includes the investigation of some of the research and education programs from different universities.

The analytical technique of Neutron Activation Analysis has played an important role in research and education fields for the last thirty years; and still continues to be one of the primary methods used at technical laboratories all over the world. The NAA technique has natural capabilities such as high sensitivity, great selectivity, multielement capability, freedom from most blank problems and the ability to analyze many samples nondestructively. NAA technique also has a redundant quality assurance capability that can lead to high accuracy even at very low elemental concentrations.

In order to get the best accuracy and precision in trace element analysis, the Neutron Activation Analysis technique can be separated into five distinctive functional areas. These are the criteria that are to be taken into consideration throughout the research studies. The five functional areas are the sampling and sample handling; irradiation parameters; radiochemical separations (if used); detection and counting and, data reduction and calculation.

The first stage of irradiation is the sampling and sample handling. Thus; before the irradiation, a sample should be prepared properly in an adequate container. At this point, the analysts should be extremely careful not to contaminate the container to be used. The instruments used for the irradiation are made of polyethylene, silica and aluminum foil. It should be evident that the samples are to be handled in dry and clean areas. The analyst should also use clean materials, clean plastic gloves and cutting materials such as knives, files, tweezers and etc.

One of the five distinctive functional areas that concerns this study is the irradiation parameters. A NAA analyst has to consider five primary irradiation parameters throughout the irradiation facilities. These are the neutron energies; neutron flux density variations over the irradiation volume; neutron fluency rates as a function of time over each irradiation and between irradiations; sample temperatures generated within the irradiated samples; and, sample pressure generated within a sealed irradiation container.

For the experiment that is carried out in this research, two of the irradiation parameters that, affect the induced radioactivity in the samples, needed to be discussed. These are the neutron energies and the neutron flux density variations. It is evident that the fourth and the fifth items, sample temperatures generated within the irradiated samples and sample pressure generated within a sealed irradiation container, are safety factors.

One of the irradiation parameters that, affects the induced radioactivity in the samples, is the neutron energies. The neutron energy distribution can often change as a result of variations in the reactor's core loading, control rod or shim arm locations, fuel element burnup, and so forth. This type of distribution fluctuations may cause changes in the epithermal-to-thermal neutron ratios. Such changes should cause no problem if the analyses are adequately monitored for the appropriate neutron energy.

The second one of the irradiation parameters that, affects the induced radioactivity in the samples, is the neutron flux density variations. The variation of neutron flux densities over the irradiation volume, is one of the major remaining sources of error for activation analysts. Experimenters have to carefully evaluate the neutron distribution and other fluctuations that may occur as a result of core configuration changes, time spent into the fuel cycle, control rod or shim arm movements. In addition to these, the analysts should be aware of a secondary affect of neutron density by using adequate variations, which results from different activation levels within different parts of the sample.

As for the detection and counting of the irradiation sample; which is among the five distinctive functional areas, it is one of the main supporters of the Neutron Activation Analysis technique. After radiation is completed, the sample is to be counted by using an adequate system. The counting system depends on the detection of gamma and x - rays and very seldom on other particles. A basic counting system for activation analysis consists of a detector Ge(Li) or Si(Li), and

multichannel analyzer (MCA). These are mini computers that analyze the recorded data.

It should also be emphasized that using the standards is an important factor for obtaining high accuracy in Neutron Activation Analysis technique. The standards that are very significant for NAA are also specifically mentioned throughout this research.

The standard to be used is defined as a material or substance, whose value, that should be within specific limits, can be accepted without question, when it is used in order to establish the value of the same or different material with a related property. This definition is adapted for Neutron Activation Analysis so as to determine “a well-characterized pure element or compound, that will be known as to give out a high degree of accuracy”. The International Union of Pure and Applied Chemistry states that the degree of purity for a primary standard should be $(100 \pm 0,02) \%$.

In this research, the standard to be used is set to be cobaltchloride (CoCl_2). Standard and glass samples are irradiated at the central thimble of the reactor by the usage of 250 kW pulse type TRIGA Mark-II Nuclear Research Reactor of Institute for Nuclear Energy of İTÜ. Standard and glass samples are also irradiated and counted exactly under the same conditions.

As the general explanation of Neutron Activation Analysis is presented, the experimental part of the study is carried out. Thus, in the fifth chapter, the experiment to be done, and the weight of materials and standards used in the tubes are explained.

Institute for Nuclear Energy of İTÜ has a 250 kW pulse type TRIGA Mark-II Nuclear Research Reactor and other necessary equipment such as; multichannel analyzer, calibration sources, standards, solid state detector and electronic modules

and all of these facilities have been available throughout this study. Central thimble is used for the irradiation of samples.

In our study, the sample is a piece of glass and our aim is to determine the amount of Co-59 in the sample. For the determination of the trace element Co-59, there are three possible methods named as the absolute method, the comparison method and the coincidence method.

Out of the these three counting methods, the experimental study is set to base on the two techniques that are the comparison method and the coincidence method. The counting of γ - rays; that is the derivation γ - spectrum, by using the multichannel analyzer, gives out some values. By the help of the comparison method, these values are used to figure out the activity and thus the presence of the amount of element searched. As for the coincidence method, by the derivation of the β and γ and or the γ and γ - rays, using the β - γ or γ - γ coincidence respectively, the absolute activity and thus the amount of the element searched should be figured out.

Carrying out the application of the NAA technique, there are certain equipment that can be used throughout the experiments. These are the scintillation detector and the germanium semiconductor detector of multichannel analyzer (MCA). As for the determination of trace element Co-59, in this research, it has been decided to realize five different experiments.

Unfortunately because of the inappropriate condition of the β and γ detectors of our laboratory, it was impossible to use the coincidence method for the counting experiment. Therefore, the experiment had to be executed only by using the multichannel analyzer method. By this method, the derivation of two radioactive nuclei $^{60m}_{27}\text{Co}$ and $^{60}_{27}\text{Co}$ with 10.47 min and 5.24 y half lives respectively, is aimed.

Before it can be detected out among the other undesired radioactive nuclei around, the 10.47 min “short” half life $^{60m}_{27}\text{Co}$ nucleus has decayed; thus died. On the

other hand, by using the multichannel analyzer, 5.24 y “long” half life $^{60}_{27}\text{Co}$ nucleus is detected and by this derivation the amount of the element searched could easily be determined. However, since the other methods of derivation could not be executed, it was not possible to provide a control of assurance cross-check. In spite of this unfortunate situation, the values that were obtained could be compared with the other experiments done by using the x - ray fluorescent method, in İstanbul Technical University.

In a similar study with a similar sample, but with a different method of atomic absorption, the value is calculated as (500 ± 100) ppm value. Since the results obtained within this research are $(443 \pm 14,3)$ ppm; it shall be clearly seen that the precision of our estimated value is evident.

In another research done by the using of the very same glass sample, also with the technique of atomic absorption, the estimated data was $(800 \pm ?)$ ppm value. This value is again, greater than the calculated value of this research.

As it is cited in the literature; according to the frame of our research and the compared ones, it has been roughly experienced that the Method of Neutron Activation Analysis is an evidently more sensitive technique than the method of the x - ray fluorescent; concerning the determination of the trace element.

BÖLÜM 1

GİRİŞ

Bu çalışmada Nötron Aktivasyon Analizi Yöntemi ile bir madde içinde eser element belirlenmesinin bir uygulaması olmak üzere bir cam örnek içinde kobalt belirlenmesi yapılmıştır.

Ülkemizde yüksek tirajlı gazeteler tarafından, satışlarını daha da arttırmak amacıyla dağıtılmış olan “Arcopal” marka mor renkli cam gıda kaplarından bir bardak örneği temin edilerek içinde belli ölçüleri aşan miktarlarda bulunması halinde insan sağlığı için zararlı olduğu bilinen kobaltın bulunup bulunmadığı, eğer varsa, miktarının ne kadar olduğunun belirlenmesi amaçlanmıştır. Ancak burada amaç; sağlık açısından kesin bir hükme varmak değil, bir yüksek lisans tezi çerçevesinde bu hükme temel olabilecek bir belirlenmenin yapılabileceğinin gösterilmesidir.

Bu amaca yönelik olarak, Bölüm 2’de; Nötron Aktivasyon Analizinin genel bir tanıtımı yapılmış ve genel bilgiler verilmiştir. Belirlenecek eser element miktarının nicel olarak nasıl belirleneceği gösterilmiştir. Bu yöntemin bölümleri olan ışınlama, aktivite ölçülmesi ve sayım alma üzerinde durulmuştur.

Bölüm 3’te sayım alma konusuna daha yakından bakılmış ve yöntemde ve çalışmada kullanıldığı kadarıyla dedektör ve sayma düzenekleri anlatılmıştır.

Eser elementin belirlenmesi için yapılması düşünülen çalışmanın dayanakları ve esaslarının anlatılması Bölüm 4’ü oluşturmuştur.

Bölüm 4’teki amacın gerçekleştirilmesi için yapılan deneysel çalışma ve sonuçları Bölüm 5 ve Bölüm 6’yı oluşturmuş, Bölüm 6 ile ayrıca genel bir sonuç verilmiştir.

Nötron Aktivasyon Analizi Yöntemi ile ilgili olarak tam bir yakın geçmiş literatür gezintisi Ek-A olarak düzenlenmiştir.

TC YATIRIM VE İŞLERİ BAKANLIĞI
DOKÜMAN YÖNETİMİ
T.C. YATIRIM VE İŞLERİ BAKANLIĞI
DOKÜMAN YÖNETİMİ

BÖLÜM 2

NÖTRON AKTİVASYON ANALİZİ YÖNTEMİ

2.1. Genel Bilgiler

Giriş

Nötron aktivasyon analizi (NAA) bir elementel analiz metodudur. Nötronlar ile ışınlama sonunda meydana gelen radyoaktiviteyi ölçerek elementlerin tanınmasına ve kütlelerinin belirlenmesine dayanır.

Bir nötron, bir hedef çekirdek ile etkileştiği zaman uyarılmış bir çekirdek meydana gelir. Bu çekirdek farklı yollarla enerjisini kaybeder. Nötronlarla başlatılan reaksiyonlarda en çok karşılaşılan yol bileşik çekirdeğin γ -fotonu yayması ile düşük enerjili hale geçmesidir. Bu reaksiyona ışınlı yakalama (n, γ) denir. Meydana gelen çekirdek, hedef çekirdeğin bir izotopudur ve genellikle radyoaktiftir.

Radyonüklidler bilinen bir yarıömür ile bozunurlar. Bozunma sırasında karakteristik radyasyonlar salınır. Radyonüklidler bu iki özellik ile tanımlanabilirler.

Nicel belirleme, meydana gelen radyonüklidin aktivitesi ile örnekte bulunan elementin miktarı arasında lineer bir bağıntı olmasına dayanır.

NAA günümüzde tıp, biyoloji, kimya, arkeoloji, kriminoloji ile yüksek saflıkta materyal araştırmalarında ve çevre analizlerinde geniş ölçüde kullanılmaktadır [1].

2.1.1. NAA Uygulama Esasları, Analizin Yapılışı

NAA ile element belirlemesi; örnek hazırlama, ışınlama, ışınlanmış örneğin γ ve β ışınlılarının sayımından ibaret olan radyoışın ile veri toplanması ve toplanan verilerin işlenmesi yoluyla sonuçların hesaplanması kademelerini içerir.

Örnekler tartılır ve kuvarz veya polietilenden yapılmış kapalı kaplar içinde, reaktörde uygun bir yerde ve akıda, istenilen süre ısıtılırlar. Nötronlar yüksüz olduklarından örneklerden kolayca geçebilirler. Böylelikle, örneğin üniform ısıtılması sağlanmış olur.

Örnek ve standart hazırlanırken incelenen örneklerin en uygun şekilde hazırlanması, dışarıdan karışabilecek maddelerden arındırılması gerekir. Kaya ve metal cisimler kesilirken ve öğütülürken sert elmas kesiciler kullanılmalı veya bor-karbür malzemeler kullanılmalıdır. Diğer malzemeler de en uygun yöntemlerle hazır hale getirilmelidir. İncelenen örneğin yapısında suyun olmamasına dikkat edilmelidir. Uzun süreli ısıtımlarda hidrojen-oksijen patlayıcı karışımı oluşarak örnek kabına zarar verebilir. Diğer yandan, radyokimyasal nötron aktivasyon analizinde bileşikte amonyum tuzları varsa azot gazı ve hidrojen; asetatlar varsa karbondioksit ve metan oluşarak kaba zarar verebilir. Örnekler sıvı ise polipropilen veya politetrafluoretilenden yapılan şişelere konur. Örneklerin bulunduğu malzemelerin istenen başlıca özellikleri şunlardır:

- a- Yüksek radyasyona karşı ısı direnci,
- b- Düşük miktarda aktiflenebilir elementler ihtiva etmesi,
- c- Kullanımının kolay olması.

Bu özelliklere sahip olup, en çok kullanılan malzemeler polietilen, kuvarz ve alüminyumdur. Uzun süreli ısıtımlarda kaplar özelliklerini yitirerek şekil değişikliğine uğrayabilirler. Ayrıca uygun ısıtımdan sonra örnekler ısıtılma kaplarından alınarak temiz kaplara nakledilmelidirler. Ancak kontaminasyondan kaçınmak için örneklere elle temas edilmemelidir; edilmesi durumunda Na, P, Mn, I kirlenmesine rastlanır. Paketleme ve laboratuvar aletleri alkol, demineralize su ve asetonla yıkanmalıdır. Dikkat edilecek bir başka husus, standart ve örnek maddelerin şekil ve matris bileşimi bakımından olabildiğince aynı kılınmasıdır. Böylece kendi kendini perdeleme ("self-shielding") etkisi azaltılmış olur. Miktar belirlenmesinde, uygun nükleer parametrelerden hesaplama ve içinde aranan elementin miktarının çok iyi bilindiği bir standartla karşılaştırma teknikleri kullanılır.

NAA'nde kullanılan nötron kaynakları nükleer reaktörler, parçacık hızlandırıcıları ve radyoaktif kaynaklardır. Nükleer reaktörler en kuvvetli nötron kaynaklarıdır ve 10^{15} n.cm⁻².s⁻¹ mertebesinde devamlı nötron akısı verebilirler.

NAA; instrumental (INAA) ve radyokimyasal (RNAA) olmak üzere iki yolla yapılabilir. Radyokimyasal yol uygulanacaksa, ışınlama ve gerekli soğuma zamanından sonra örnek taşıyıcı ile çözülür. Taşıyıcılar, ışınlamada oluşan elementi ve kimyasal bakımdan ona benzer bir elementi içeren ve radyoaktif olmayan bileşiklerdir. Yarımikrokimyasal ayırma yöntemleri uygulanır. İstenen element ayrılır, saflaştırılır, verim tayin edilir ve sayım yapılır. RNAA yöntemi ile ilgili bu kadarla sınırlı söz ederek, biz çalışmamızda INAA yöntemini kullanacağımızı belirtelim.

INAA yönteminde örnekler ışınlanır ve uygun radyoaktif soğuma zamanından sonra kimyasal işlem yapılmadan sayılırlar.

Günümüzde yüksek ayırma güçlü dedektörlerin ve bilgisayarların gelişmesi ile INAA; araştırma ve rutin uygulamalarda çabuk ve doğru element analizi yapabilen önemli bir teknik olmuştur. Analizden sonra örnek değişmemiş kalır ve çok sayıda analiz kısa sürede yapılabilir.

İlgilenilen çekirdeğin aktivitesini tayin etmek için bozunma sırasında meydana gelen radyasyon ölçülür. α , β ve β' salıverilmesi ile bozunan radyonüklidlerin çoğu, radyoaktif halden kararlı hale geçerlerken aynı zamanda γ -ışınları da yayarlar. Elektron yakalama ve iç dönüşmede çıkan X-ışınları da, birçok hallerde, elementlerin tanınması ve belirlenmesinde kullanılırlar.

2.1.2. Nötron Aktivasyon Analizinin Kullanım Alanları

NAA'nin farklı alanlarda kullanımına ait örnekler şöyle sıralanabilir:

Yüksek saflıktaki malzemelerde, optik camlar, çeşitli kimyasal referans maddelerinde ve katalizlerde, Al, Ti, Se, Pd, Pt, Au'da ppb (milyarda bir parçacık) mertebesinde element analizlerinde çalışmalar NAA ile yapılmaktadır. Süperiletkenlerde kullanılan Niobium içinde Cr, Fe, Co, Ta; silikonda P ve Au saptanması örnek olarak verilebilir.

14 MeV enerjili nötronlar kullanılarak, NAA ile çelikte O, N, F, Si, P, Al belirlemeleri endüstride rutin olarak yapılmaktadır.

Petrol endüstrisinde petrolün orijini ve kalitesini belirlemek için yapılan eser element analizlerinde ve bir kataliz zehiri olan vanadyum belirlenmesinde NAA kullanılmaktadır.

NAA endüstrinin birçok dalında, araştırma yanında, üretim yolu boyunca ham madde, ara ürün ve mamul madde analizlerinde kullanılmaktadır.

Elektronik, nükleer malzemeler, inşaat malzemeleri, kağıt, tekstil ve gıda endüstrisinde özel analitik problemlerin çözümünde ve kimi zaman da otomatik proses kontrolünde NAA'ndan yararlanılmaktadır.

Jeoloji ve kozmoloji alanında toprak, kayalar, aydan alınan örnekler, meteoritler ve derin deniz sedimentlerinin analizi NAA ile yapılmaktadır. NAA'nin diğer bir uygulama yeri ay, meteoritler ve dünya orijinli kayalarda yaş belirlemesidir.

Çevre analizlerinde, çeşitli hava ve su örnekleri, fabrika baca gazları, uçucu kül, atık sular, otomobil egzoz gazları ve sigara dumanında element analizleri için NAA kullanılmaktadır.

İnsanlarda ve hayvanlarda başlıca elementler yanında birçok eser elementin (F, I, V, Co, Zn, Se gibi) büyüme ve sağlık için gerekli olduğu bilinmektedir. Bazı elementlerin ise (Li, Be, As, Cd, Pb, Bi gibi) zehir etkisi olduğu bilinmektedir. NAA; nadir toprak elementlerinin biyolojik örneklerde belirlenmesi için etkin bir metottur. Kan, plazma, serum, idrar, saç, kemik, karaciğer, böbrek gibi vücudun hemen her yerinden alınan örnekler NAA ile analiz edilmektedir. 2-10 mg kadarlık biopsi örneklerinde element belirlemeleri yapılmaktadır.

Aktivasyon analizcileri ve tıp dalında araştırma yapanların işbirliği ile vücutta nadir toprak elementlerinin rolü ve normal hal ile hastalık halinde mevcut miktarları daha iyi anlaşılmaktadır. Bu nedenle günümüzde NAA tıpta tanıda, bilhassa kanda veya özel bir organda bazı eser elementlerin miktarlarında önemli değişmelere yol açan bazı hastalıkların tanısında, büyük kullanım alanı bulmaktadır.

NAA yönteminin özel bir uygulama alanı da izotopik kaynaklar veya hızlandırıcılardan elde edilen nötronlar ile canlıda eser element tayinidir. Genellikle özel bir organda veya bütün vücutta Na, Ca, N, P, Cl, I, Cu, Cd gibi elementler belirlenebilmektedir. Elementlerin çevreden insan vücuduna geçiş yollarını aydınlatmak üzere yapılan araştırmalarda, hayvan, bitki ve deniz ürünlerinden alınan örneklerin analizinde NAA kullanılmaktadır. NAA ile problemlerin çözüldüğü diğer bazı alanlar; tarım, arkeoloji, sanat tarihi ve adli tıptır.

Tarımda, zararlılara karşı mücadelede kullanılan ilaçların tarım ürünleri üstündeki kalıntılarının belirlenmesi, toprak-bitki ilişkisi ve bitki beslenmesi konularında yapılan araştırmalarda NAA kullanılmaktadır.

Arkeolojik kazılarda bulunan eski tarihi eserlerin bileşiminin saptanmasında, ünlü resamlara ait tabloların orijinal olup olmadıklarının araştırılmasında; eski paralarda Au, Ag, Cu belirlenmesinde NAA'ndan yararlanılmaktadır.

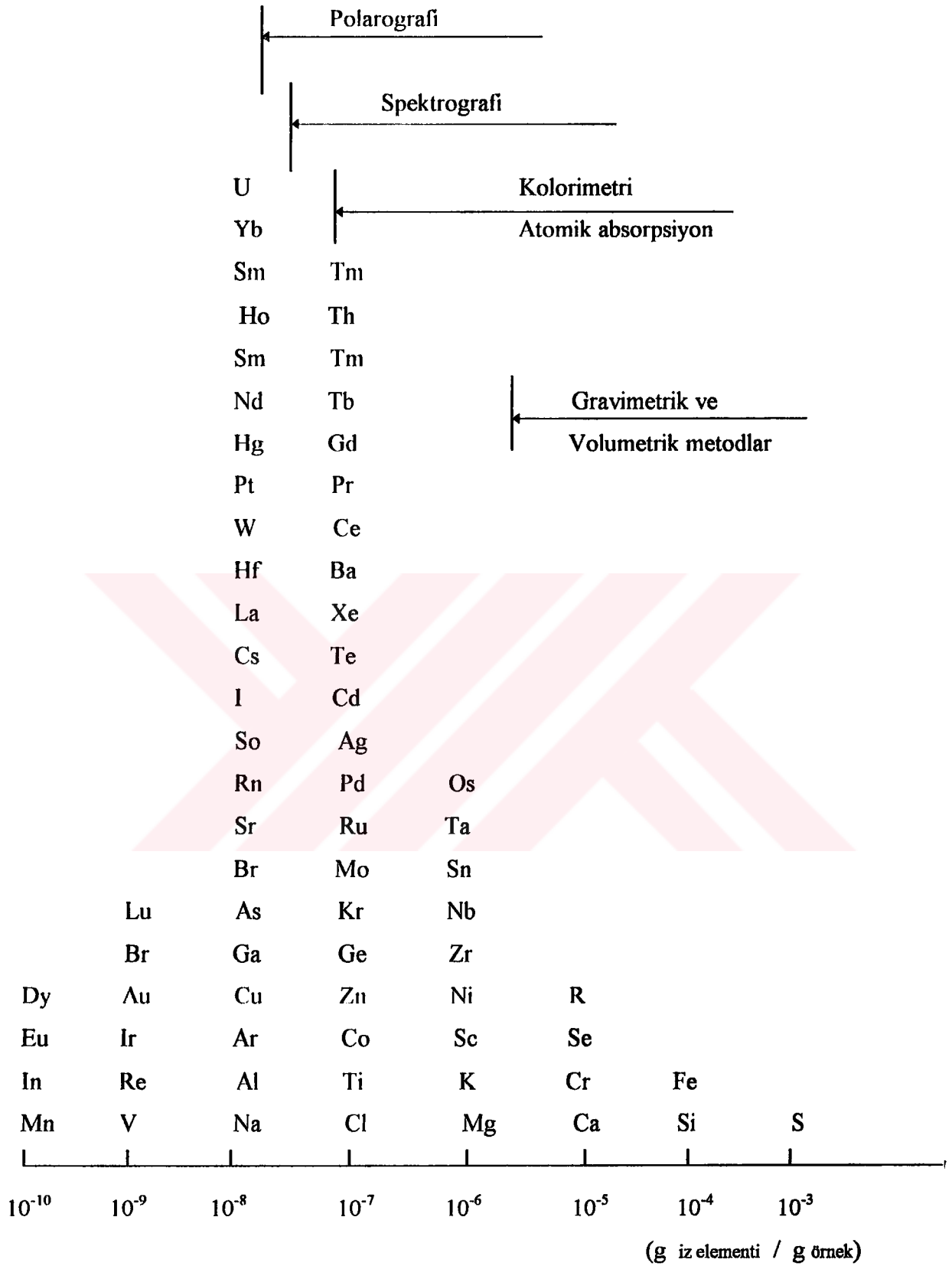
Kriminolojide olay yerinde bulunan az miktar saç, kumaş, kan, oto boyası ve çamur örneklerinin sanığa ait olup olmadığının saptanmasında veya ateşlemeden sonra elde kalan Sb ve Ba artıklarının belirlenmesinde, zehirlenme olaylarında vücutta Hg, As gibi elementlerin belirlenmesinde, narkotiklerin coğrafi orijininin belirlenmesinde NAA kullanılmaktadır.

Bütün bu çalışmalara bir ışık tutmak amacı ile, hangi maddelerin ne gibi bir duyarlık sınırı içinde bulunabileceği, ne gibi maddelere bu yöntemin uygulanıp uygulanamayacağı, Şekil 2.1'de gösterilmektedir

2.1.3. NAA'nın Üstünlükleri

- Hassaslığı çok yüksektir. NAA ile elementlerin belirleme sınırları elemente göre 10^{-6} g ile 10^{-11} g arasında değişir. Birçok element için bu sınır ppb sınırının altındadır.
- Gravimetri, volumetri, atomik absorpsiyon, kolorimetri, spektrometri, polarografi gibi diğer analitik teknikler ile karşılaştırıldığında NAA daha duyarlıklı olup doğru sonuç alma şansı diğer tekniklerden büyüktür.
- Analiz çok sayıda elemente ve geniş aralıkta örnek tiplerine uygulanabilir.
- Elementler hem nükleer, hem de kimyasal özellikleri ile belirlenebilirler.
- Çok sayıda element belirlenmesi bir arada yapılabilir.
- Genellikle tahribatsız olarak uygulanabilir.

Radyokimya kullanıldığı zaman işlemler çabuk ve basittir. Aktif olmayan taşıyıcılar ilavesi ile yarımikro metotlar kullanılabilir.



Şekil 2.1 Bazı elementlerin; INAA ile iz elementi olarak ve diğer farklı analitik tekniklerle belirlenmesinde sınır değerleri [2].

2.2. Nicel İnceleme

2.2.1. Radyoaktif Elementin Aktivitesi

Nötron aktivasyon analizi yöntemi ile incelemek istediğimiz örneği; reaktörde ϕ nötron akısı altında ışınlamaya bırakalım. Bir yandan radyoaktif çekirdekler oluşurken, diğer yandan, o ana kadar oluşmuş radyoaktif çekirdeklerden bozunanlar olur.

Demek ki, iki olayla karşı karşıyayız. Birincisi, nötronların bir kısmının belli bir sayıda hedef çekirdeği tarafından soğrulması; ikincisi, bu soğrulma sonucu oluşan yapay radyoaktif çekirdeklerin belli bir yarı ömürle çözünmeleridir.

Bu olaylardan birincisinde birim zamanda oluşan yapay radyoaktif çekirdek sayısı, reaksiyon hızı adını alır :

$$R = \sigma \phi N_A \quad (2.1)$$

Burada;

σ : Hedef çekirdeğin mikroskopik tesir kesiti ,

ϕ : Işınlamanın yapıldığı yerdeki nötron akısı ,

N_A : Hedef ana çekirdek sayısı ,

R : Reaksiyon hızı.

Birim zamandaki radyoaktif çekirdek sayısındaki değişme, bir başka deyişle, çekirdek sayısının değişim hızı, bu süre içinde oluşan ve bozunan çekirdek sayıları farkına eşittir:

$$\frac{dN}{dt} = \sigma \phi N_A - \lambda N \quad (2.2)$$

Burada;

N : Radyoaktif çekirdek sayısı,

λ : Radyoaktif çekirdeğin bozunma sabiti.

Zamanın fonksiyonu olan $N(t)$ 'ye göre bir, birinci mertebeden lineer diferansiyel denklem olan (2.2) denklemi; $t=0$ anında hiç radyoaktif çekirdek bulunmadığı, $N(0)=0$

olduğu, başlangıçta N_A sayıda kararlı ana çekirdek varken, bunların bir bölümünün ışınlama ile radyoaktif çekirdeklere dönüşmesine rağmen, N_A 'nın zamanla değişiminin ihmal edilebileceği varsayımı ile çözüldüğünde;

$$N(t) = \frac{\sigma\phi N_A}{\lambda} (1 - e^{-\lambda t}), \quad (2.3)$$

elde edilir.

(2.3) bağıntısı; $t=0$ anında başlamış olan ışınlama sürerken herhangi bir t anındaki radyoaktif çekirdek sayısını vermektedir. Böylelikle; ışınlama devam ederken, yine aynı radyoaktif çekirdek nedeniyle; herhangi bir t anındaki aktivite;

$$A(t) = \lambda N(t), \quad (2.4)$$

olacaktır. (2.3) bağıntısıyla birlikte;

$$A(t) = \sigma\phi N_A (1 - e^{-\lambda t}), \quad (2.5)$$

olur.

ϕ nötron akısı altında örneğin ışınlaması sonsuz zaman sürecek olursa, (2.5) bağıntısından, sonsuz sürede erişilen aktivite bulunur. Bu aktiviteye doyma aktivitesi, A_∞ denir.

$$A_\infty = \sigma\phi N_A. \quad (2.6)$$

Doyma aktivitesinin, (2.1) bağıntısı ile verilen reaksiyon hızına eşit olduğu açıktır.

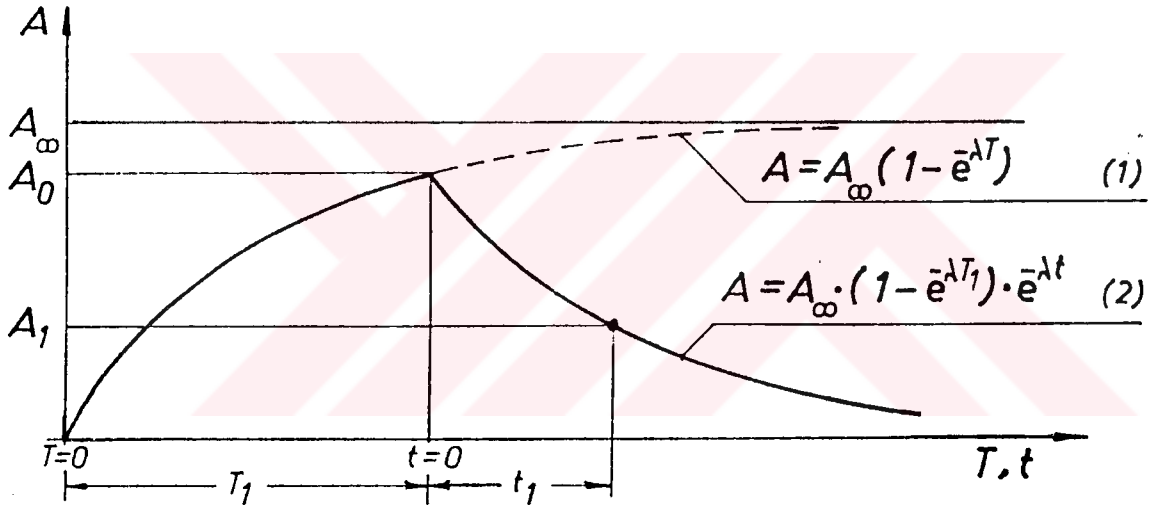
Uygulamada, sonsuz süre ışınlama yerine, yeterince büyük bir süre ışınlama ile de doyma aktivitesine pratikçe ulaşıldığı kabul edilir. Radyoaktif elementin yarı ömrünün 6 katından büyük bir süre ışınlama ile, doyma aktivitesine; % 98,4'den daha büyük bir yaklaşıklık ile ulaşılır.

Demek ki, tesir kesiti bilinen bir σ olan ve belirlenmesi istenen toplam çekirdek sayısı N_A olan bir örnek malzemenin, bilinen bir ϕ nötron akısı içinde belli bir süre ışınlamasına ilişkin doyma aktivitesi hesaplanabiliyorsa, (2.6) bağıntısından, aranan N_A çekirdek sayısı bulunabilir.

Doyma aktivitesini hesaplamak, aktiviteyi ölçmek için nötron akısı içinde bulunan örneğin çıkarılması gerekmektedir. Ancak göz önünde bulundurulmalıdır ki, bu örnek içinde artık, çıkarılma anından başlayarak, yalnızca yapay radyoaktif çekirdeklerin çözünmeleri olmakta, bununla birlikte yeni radyoaktif çekirdek oluşumu olmamaktadır. T_1 süre ışılandıktan sonra çıkarılan örneğin; çıkarıldıktan t süre sonraki aktivitesi:

$$A(t) = A_{\infty} (1 - e^{-\lambda T_1}) e^{-\lambda t} \quad (2.7)$$

Şekil 2.2'de sözü edilen aktivitenin zamana göre değişimi görülmektedir.



Şekil 2.2 T_1 süre ışılandıktan sonra çıkarılan örneğin; çıkarıldıktan t süre sonraki aktivitesi [3]

T_1 süre ışılanmış bir örneğin, nötron akısı içinden çıkarıldıktan t_1 süre geçtikten sonraki $A_1 = A(t_1)$ aktivitesi ölçülebilir. Doyma aktivitesi (2.7) bağıntısından bulunabilir. Bulunan doyma aktivitesi, (2.6) bağıntısındaki yerine konarak; başlangıçta ne kadar olduğu bilinmeyen ana çekirdek sayısı, N_A bulunmuş olur.

Örnek madde içinde aradığımız ana çekirdeğin sayısı, N_A belirlendikten sonra, aranan bu maddenin miktarı;

$$m = \frac{N_A \cdot A}{N_0} , \quad (2.8)$$

olarak bulunur. Burada:

A : Ana çekirdeğin atom ağırlığı,

N_0 : Avagadro sayısı,

m : Aranan madde miktarı.

Sayım Sırasında Aktivitenin Değişimi :

Deneylerimizden bir grubunda 10,5 dakika yarı ömürlü radyoaktif bozunmaları ele alacağımız için; örneğin 100 s lik sayım süreleri bile, bu sürenin başındaki ve sonundaki aktivitelerin pratikçe eşit sayılamayacağı kadar uzun sürelerdir. Bu nedenle deneyde hepsini dedekte etmek istediğimiz çekirdek sayısı; t_1 ve $t_1 + \Delta t$ süreleri arasında bozulan toplam çekirdeklerin sayısıdır.

Başlangıçtaki N_0 adet radyoaktif çekirdek var iken zamana bağlı çekirdek sayısının değişimi;

$$N(t) = N_0 e^{-\lambda t} , \quad (2.9)$$

olur.

t_1 anından başlayarak, Δt süresi içinde çözünen toplam çekirdek sayısı, $N_{\Delta t}$;

$$N_{\Delta t} = N_0 (e^{-\lambda t_1} - e^{-\lambda(t_1 + \Delta t)}) , \quad (2.10)$$

ve,

$$N_{\Delta t} = N_0 e^{-\lambda t_1} (1 - e^{-\lambda \Delta t}) , \quad (2.11)$$

olur.

Örneğin; $\Delta t = 100$ s ise $N_{\Delta t}$, 100 s süre içinde, aktivite bir yandan azalırken çözünmüş toplam çekirdek sayısı olur.

Ancak, çalışmamızın deneysel bölümünde; bu 10,5 dakikalık yarı ömürlü çözünmeleri sağlıklı bir biçimde bulgularıp, sağlıklı bir deney sonucu elde edemediğimiz için (2.9)'dan (2.11)'e kadar olan bağıntıları kullanmak gerekmemiştir.

2.2.2. Belirlenecek Elementin Miktarı için Yöntemler

2.2.2.1. Mutlak Yöntem

NAA yöntemi ile belirlenmesi istenen maddenin m miktarı doğrudan doğruya mutlak yöntemle bulunabilir.

$$m = \frac{N \cdot A}{(\phi_{th}\sigma + \phi_e\sigma_e) \cdot N_0 \cdot f_i \cdot \epsilon_\gamma \cdot S \cdot D \cdot C} \quad (2.12)$$

denklemini kullanılır.

$S = 1 - e^{-\lambda t_i}$	: Doyma faktörü
t_i	: Işınlama süresi
$D = e^{-\lambda t_c}$	: Bozunma faktörü
t_c	: Soğuma süresi
$C = \frac{1 - e^{-\lambda t_m}}{\lambda}$	: Ölçme süresindeki bozunma miktarı faktörü
t_m	: Ölçme süresi
ϕ_{th}	: Termal akı
ϕ_e	: Epitermal akı
f_i	: İzotopik bolluk
ϵ_γ	: Dedektör verimi
N	: Verilen izotop için sayım değeri
N_0	: Avagadro sayısı
σ_e	: Epitermal nötronlar için soğurma tesir kesiti
λ	: Verilen izotopun bozunum sabiti
A	: Ana çekirdeğin atom ağırlığı
σ	: Termal nötronlar için soğurma tesir kesiti

Bu yöntem; ϕ_{th} , ϕ_c 'nin doğru olarak bilinmesini, ölçme aletlerinin doğru, kalibrasyonunu ve σ , σ_o , f_i , ϵ_γ , λ verilerinin güvenilir olmasını gerektirir.

Biz çalışmamızda bu yöntemi kullanmayacağımız için anlatımın bu kadarıyla yetineceğiz

2.2.2.2. Karşılaştırma Yöntemi

Bu yöntemde reaktörde ışınlanmış örneklerin aktivitesi, yarı iletken Ge dedektörlü bir çok kanallı analizör yardımıyla ölçülecektir. Dedektör; ışınlanmış örneğin radyoaktif çözünmesinde salıverdiği değişik enerjili γ ışınlarına karşı duyarlıdır. Böylece γ 'ların sayısı ile aktiviteyi bulacağız.

Diğer yandan analizöre bağlı sayaçtan okuyacağımız sayının, kaynağın sayım anındaki gerçek aktivitesi, A değil; bir toplam verimle elde edilmiş olan A_1 olacağı, göz önünde bulundurulmalıdır.

Burada gerçek A aktivitesinin bulunması için, toplam verimin bilinmesi gerekmektedir. Toplam verimi bilmek için iki yol vardır. Birincisi, (2.12) bağıntısında karşılaşılan etmenleri teker teker hesaplamak ve buradan toplam verimi hesap yolu ile bulmaktır ki, biz bu yolu izlemeyeceğiz. İkincisi, aktivite sayma düzeneğimizin toplam verimini bir bütün olarak deneysel yoldan bulmaktır ki, işte bu yola karşılaştırma yöntemi diyoruz. Gerçek aktivitesi bilinen bir örneğin, bizim deney düzeneğimizde vereceği sayım (aktivite) ile gerçek aktivite arasındaki oran, deney düzeneğimizin bu sayım için toplam verimi olacaktır.

Böylece bulunan toplam verimin, bütün deney süresince kullanılabilmesi için, değişmez tutulması gerekir. Demek ki, toplam verimi oluşturan etmenlerin değerleri teker teker bilinmese de durağan tutulmalıdır. Bunun için sayma düzeneğinin geometrisi bütün deney süresince değiştirilmemelidir. Böylelikle hem geometrik etmen değiştirilmemiş olur, hem de kaynağın öz soğurma etmeni her durumda eşit sayılabilir.

Bu yöntemde örnek, içinde miktarı bilinen element ihtiva eden standartlarla karşılaştırılır. Bu standartları çok değişik şekillerde bulmak mümkündür. Kullanılacak standartlar isteğe bağlı olarak elementel, katı bileşik, sulu çözelti olarak, çözelti uygun matrise emdirilerek (jel vs.) sulu kısmının buharlaştırıldığı artık halde ve içinde element konsantrasyonu bilinen malzemeler olarak kullanılırlar. Pratikte elementin bilinen

konsantrasyonunun kullanıldığı yöntem en iyisidir. Örnekler uygun standart maddelerle birlikte ışınlanarak, aynı sayım geometrisinde aktiviteler dedekte edilerek incelenir.

Işınlama ve sayım şartları aynı oldukları için;

$$\frac{m_1}{m_2} = \frac{A_1}{A_2} , \quad (2.13)$$

bağıntısı yazılabilir.

Burada:

- m_1 : Örnek içinde aranan element miktarı,
- m_2 : Standart içinde bulunan ve bilinen element miktarı,
- A_1 : Örnek aktivitesi,
- A_2 : Standart aktivitesi.



BÖLÜM 3

SAYMA AYGIT ve DÜZENEKLERİ

Giriş

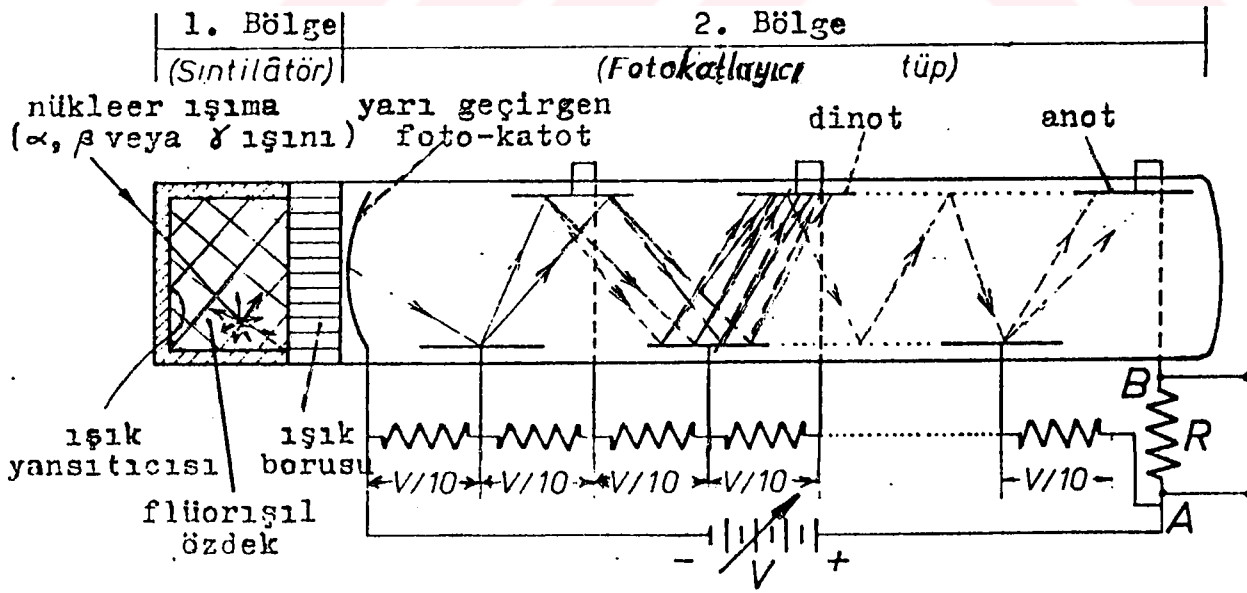
Tezimiz çerçevesinde gerek mutlak yöntem, gerekse karşılaştırma yöntemi ile aktivite bulunmasında γ ve β ışımalarının sayılması gerekmektedir.

Bu ışımaların sayılması aşağıdaki düzenekler ve o düzeneklerdeki dedektörler yardımıyla yapılmaktadır.

3.1. Dedektörler

3.1.1. Sintilasyon Dedektörü (Parıldama Sayıcısı)

Nükleer ışımaların (α , β veya γ ışınları) birtakım flüorışıl maddeler üzerine düştüklerinde bir parıldama oluşturdıkları 1900 senelerinden beri bilinen fiziksel bir olaydır. Bugün flüorışıl madde olarak inorganik tuzlar, naftalin, antrasen, talyum ile aktiflenmiş sodyum ve potasyum iyodür v.b. kullanılmaktadır.



Şekil 3.1 Sintilasyon sayıcısı [3]

Şekil 3.1'de görülen parıldama (sintilasyon) sayıcısı iki asal bölümün birleşmesinden oluşmuştur. Birinci bölüm, nükleer ışımaların flüorışıl madde üzerine düşerek parıldama verdiği bölüm, sintilatördür. Parıldama, çevreyi kaplamış olan ışık yansıtıcısında yansıyarak, ikinci bölüm olan fotokatlayıcı tüpün katodu üzerine düşer. Işık, foto-katottan foto-elektrik olay sonucu elektronlar koparır. Tüpün içinde $dinot$ adı verilen ve kendisine, kendinden önce gelene uygulanan gerilimden daha yüksek gerilim uygulanmış olan birkaç (örneğin 10-15) elektrot vardır. Kopan elektronlar, katot ile ilk dinot arasındaki gerilim farkının oluşturduğu elektriksel alan içerisinde hızlanarak dinota çarparlar ve kendi sayılarının birkaç (örneğin 8-10) katı sayıda elektron fırlatırlar. Olay ilk dinot ile ikinci dinot arasında da ve ondan sonraki dinotlar arasında da yukarıdaki gibi olur. Böylece katottan fırlayan bir elektron, anotta milyonlarca elektronun toplanmasına ve R direnci üzerinde gözlenebilir bir V_R gerilim düşümü oluşmasına neden olur. Bu gerilim, bir sayacı uyarır ve her bir -yükü parçacık- nedeniyle parıldamaya karşılık sayaçta artan bir sayı okunmuş olur.

Burada, parıldama sayıcısı çıkışındaki uyarımın, V_R geriliminin, büyüklüğü üzerinde de durmak yararlı olur. Sintilatörde oluşan parıldamanın şiddeti parıldama sayıcısının flüorışıl maddesine düşen γ ışınının enerjisi ile orantılıdır. (Olay, gerçekte bu kadar yalın olmayıp; gelen γ ışını, üzerine düştüğü flüorışıl maddenin elektronu ile genel olarak -bizim çalışmamızda söz konusu olan düşük γ enerjilerinde- iki türlü olaya yol açar. Bunlardan birinde elektronu atomundan fırlatır ve ayrıca daha düşük enerjili bir γ' ışını durumuna gelir (Compton olayı).). Bu parıltıdaki ışık, foto-elektrik olay nedeniyle, foto-katodun duyarlı yüzeyinden enerjisi ile orantılı sayıda elektron koparır. Elektron sayısının çokluğu ise, parıldama sayıcısının çıkışından alınan uyarımın yüksekliğinin büyük olmasını sonuçlandırır. Özet olarak, parıldama sayıcısının çıkışından alınan uyarımın yükseklikleri, sayıcıya girmiş olan γ ışınlarının enerjileri ile orantılı olacaktır. Diğer yandan; aşırı duyarlı olması nedeniyle fotokatlayıcı tüpün görünür ışık ve morötesi ışıktan korunması gerekir. Eğer bu ışıklar sintilasyon maddesine ulaşırsa sahte sintilasyonlar oluşturabilirler [3].

Gelen ışının dedeksiyonu için yeterli soğurma ortamı bulunmayan gazlı dedektörler ve organik sintilatörler γ ışını dedeksiyonunda kullanılmazlar. Organik sintilatörler genellikle β sayımı için kullanılırlar. İnorganik kristalli sintilatörler γ -ışını dedeksiyonu için çok uygundurlar. NaI kristaline Tl gibi uygun element eklendiğinde

sayma verimleri daha da artar. Bunu sağlamak için NaI kristaline % 0,5 Tl katılır. Sintilasyon dedektörleri verimleri yüksek ve büyük hacimli üretilebilirler.

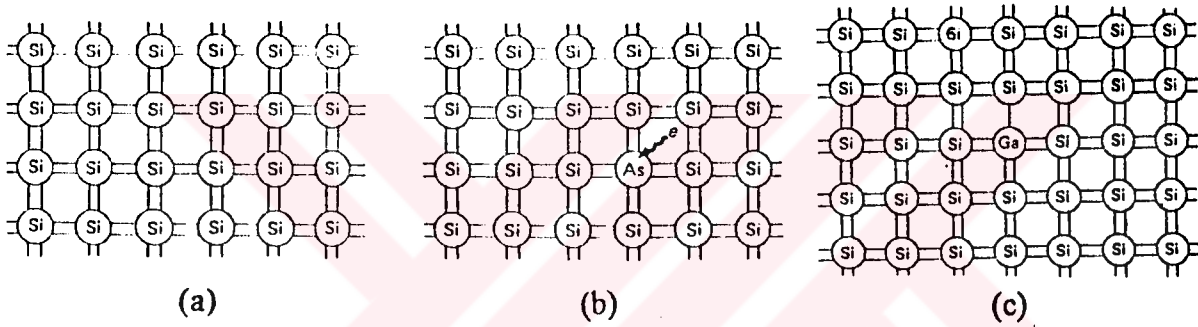
3.1.2. Yarı İletken Dedektör

Bir yarı iletken ya da yalıtkandaki süreç, bir gaz içindeki iyonizasyona benzer şekilde, bir elektronun en yüksek doldurulmuş banttaki, valans bantına ve iletkenlik bantına yükseltilmesi biçimindedir. Bu iki bant arasındaki enerji farkına bant aralığı, E_g denir. Yarı iletkenlerde E_g , 1 eV düzeyinde ve ısısal uyarımın bir miktar iletme yol açmasına yetecek kadar küçüktür. Yalıtkanlarda ise E_g , birkaç kat büyük değerdedir. Bir elektron iletkenlik bandına yükseltildiği ve böylece yüksek hareketlilik kazandığı zaman, valans bantında pozitif bir delik ortaya çıkar. Pozitif delik bir elektrik alanının etkisi altında, iyonun kristal içinde bizzat hareketi ile değil, komşu kafes yapıları arasındaki peş peşe elektron değişimi ile hareket eder. Bir elektron boşluk çiftini üretmek için, gerekli olan enerji ϵ , her zaman, E_g 'den fazladır, çünkü her zaman bir miktar enerji, elektronları kafes titreşimine bağlamak için harcanır. Bu, uyarım ve ayrılma süreçlerinde bir miktar enerji kullanıldığı için; gazlardaki iyon-çifti formasyonu için gerekli enerjinin her zaman iyonizasyon potansiyelini aştığı, duruma benzer. Bu etkiye rağmen ϵ , iyonize radyasyonun enerjisinden belirgin şekilde bağımsız, yalnızca sıcaklığa biraz bağımlıdır, ve farklı iyonize radyasyonlar için pratikçe aynı olup, ağır iyonlar için farklıdır. Germanyum için $\epsilon = 2,96$ eV (77 K'de ve γ -ışınları ile elektronları içerir); 300 K'de silikon için $\epsilon = 3,76$ eV'tur. Uygun E_g değerleri de sırasıyla; 0,67 ve 1,10 eV'tur. Germanyum için düşük E_g değeri; germanyum dedektörünün düşük sıcaklıklarda kullanılmasını gerektirir. Diğer yandan; fazla ısısal gürültüyü önlemek için de soğutucu olarak sıvı azotun kullanılması gerekmektedir. Bu dezavantaja rağmen germanyum dedektörleri, γ -ışını dedektörleri olarak, çok geniş alanlarda kullanılmaktadır.

Yukarıda bant aralıklarında belirtildiği gibi, bir elektrik alanı uygulandığında, bir miktar sızıntı akımı geçirmek, yarı iletkenlerin doğasında vardır. Yarı iletkenleri parçacık dedektörü olarak kullanışlı kılmak için, fazla sızıntı akımı olmayan uygun

elektrik alanları uygulanabilmelidir. Bu amacı gerçekleştirebilmek için, çeşitli teknikler ile birlikte, sonuçlanan dedektör tiplerinin özellikleri aşağıda verilmiştir.

Elektrik iletkenliği bakımından maddeleri iletken, yalıtkan ve bir de yarı iletken diye ayırabiliriz. Örneğin Si atomu 4 valans elektronuna sahiptir (Şekil 3.2.a) ve komşu diğer Si atomlarıyla kovalent bağlıdır. Şimdi saf Si atomlarından birinin yerine beş değerlikli As atomu koyalım. Beşinci elektron diğer atomlarla kovalent bağlı olmayacaktır ve çok küçük enerji verilerek iletim bandına çıkarılabilir (Şekil 3.2.b). Yine bu sefer As atomu yerine son yörüngesinde 3 elektronu bulunan Ga koyalım (Şekil 3.2.c). Si elektronları arkalarında boşluk (delik) bırakarak Ga'ya gitmek eğiliminde olacaklardır.

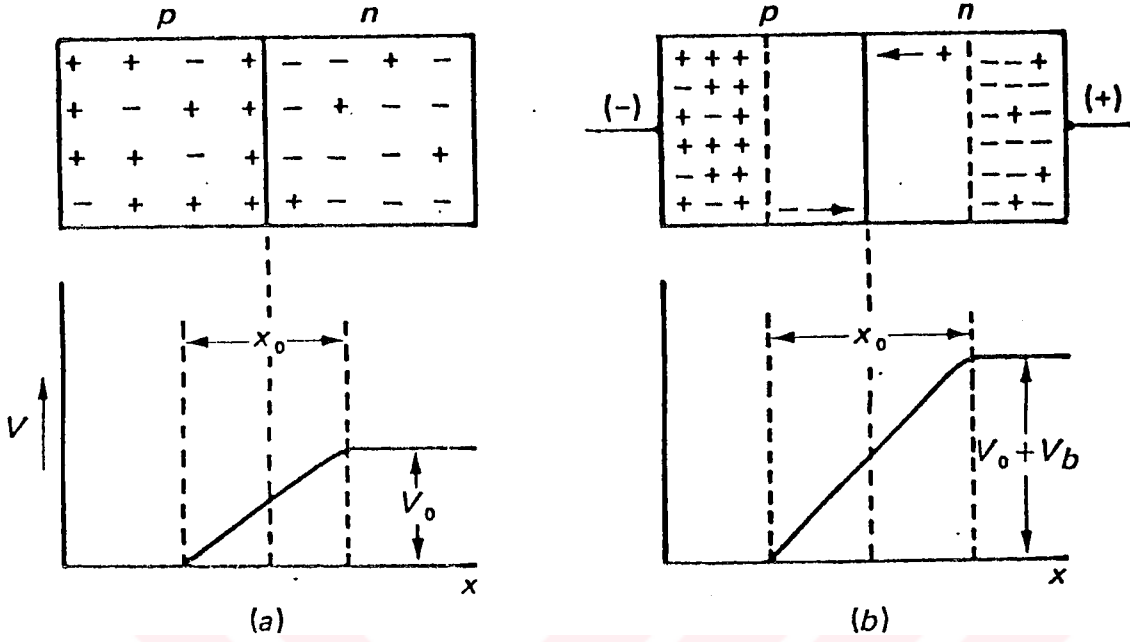


Şekil 3.2 (a) Saf Silisyum. (b) Arsenik konulmuş n-tipi yarı iletken.
(c) Galyum konulmuş p-tipi yarı iletken. [4]

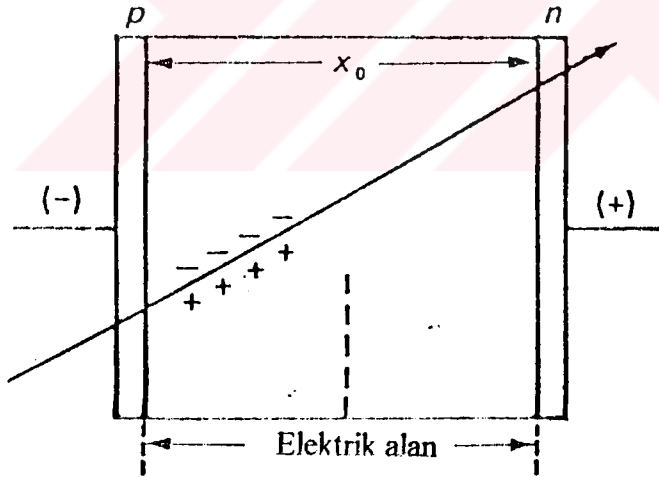
İşte bu şekilde fazla elektron konsantrasyonuna sahip yarı iletkenlere n-tipi, düşük elektron konsantrasyonuna sahip yarı iletkenler de p-tipi olarak isimlendirilirler.

p-n Tipi Dedektörler: Bu tip bir dedektör sırasıyla, n-tipi ve p-tipi yarı iletkenler olarak adlandırılan fazla negatif (elektron) ve fazla pozitif (delik) yük taşıyıcılarına sahip bölgeleri, bir araya getiren bir diod yapısı kullanımını gerektirir. Fazla yük taşıyıcıları üretmek için, küçük kirlilik konsantrasyonları kullanılabilir. Örneğin, fosfor ve arsenik, silikon ve germanyumda elektron vericidir ve n-tipi üretirler; diğer yandan, bor ve galyum elektron alıcılarıdır ve p-tipi üretirler. Kirlilik, ısısal işlemler ile yarı iletkenlere nüfuz ettirilebilir, ya da iyi tanımlanmış bir ince

tabakaya iyon implantasyonu ile gerçekleştirilebilir. Fazlaca miktarda uyarılmış p-tipi ve n-tipi yarı iletkenler p+ ve n+ olarak belirtilir.



Şekil 3.3 (a) Dış akım uygulanmamış p-n birleşmesi. (b) Ters akım uygulanırsa, elektrik alanın etkisiyle hem potansiyel hem de x_0 derinliği artacaktır [4].



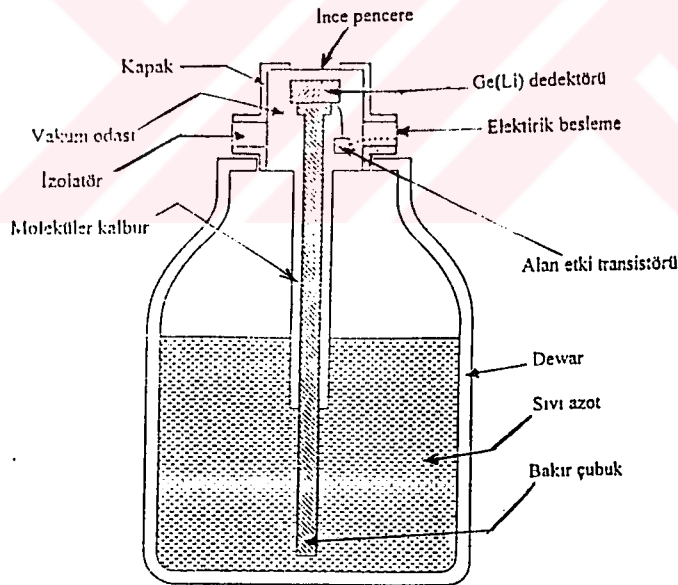
Şekil 3.4 Ters akım uygulanmış yarı iletken dedektör [4].

Yarı iletken dedektörler p-n bağ meydana getiren p ve n tipi malzemelerden oluşur. Gelen foton kristal ile etkileşerek enerjisini kaybeder, bu etkileşmeler sonucunda kristal atomlarından koparılan elektronlar ve oluşan boşluklar uygulanan

elektrik alanı ile kristal boyunca sürüklenir ve bir voltaj darbesi elde edilir. Bu darbeler bir yükselticide yükseltilerek, dedektöre bağlı bir yükseklik analizörüne gönderilir.

NaI(Tl) sintilasyon dedektörü birbirine çok yakın düşük şiddetli γ -ışınlarını ayıramazlar. Bu sorunu aşmak üzere geliştirilmiş dedektörler ise Germanyumdan yapılmış yarı iletken dedektördür. Bu tip dedektörler ya saf halde veya Lityum diffüzenmiş halde kullanılırlar. Ge(Li) dedektörleri 50 KeV ile 10 MeV aralığında; saf Ge dedektörleri ise 2 KeV ile 10 MeV aralığında kullanılırlar.

Bu tip dedektörlerin hassasiyetlerinin çok iyi olmalarına rağmen iki dezavantajı vardır. Birincisi; sintilasyon dedektörleri gibi büyük yapılamazlar. Bu nedenle verimleri düşük olur. İkincisi ise; yarı iletken dedektörlerin sıvı azot sıcaklığında -196 K'de soğutulma gerekliliğidir. Ge(Li), Si(Li) ve saf Ge, yarı iletken dedektör olarak kullanılırlar. Saf Germanyum (Ge) dedektörü yalnızca çalışırken soğutulmaya ihtiyaç duyduğu halde, Germanyum-Lityum (Ge (Li)) dedektörü her zaman sıvı azot içinde bulunmalıdır (Şekil 3.5). Ayrıca bu tip dedektörler isteğe göre bir çok şekilde tasarlanıp, gerçekleştirilebilirler. Örneğin bir yüzeyine lityumun doldurulduğu dilim veya silindirik geometride tasarlanabilirler [5].



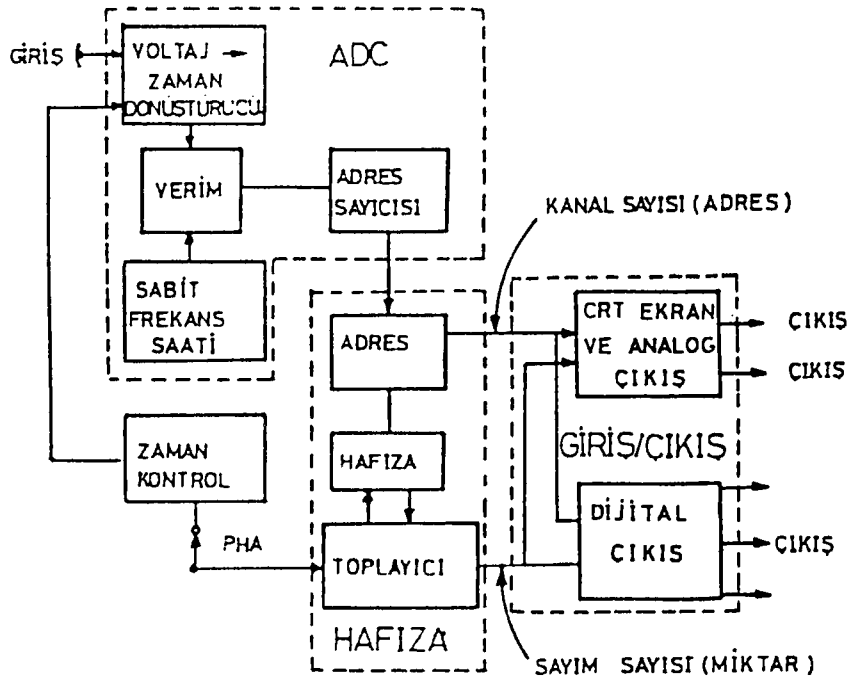
Şekil 3.5 Yarı iletken Ge veya Ge(Li) dedektör sistemi.

Yarı iletken dedektörlerin verimi, sintilasyon dedektörlerine göre düşük, fakat ayırma güçleri çok yüksektir. Bu nedenle çok sayıda element içeren örneklerin analizi için yarı iletken dedektörler kullanılır.

3.2. Düzenekler

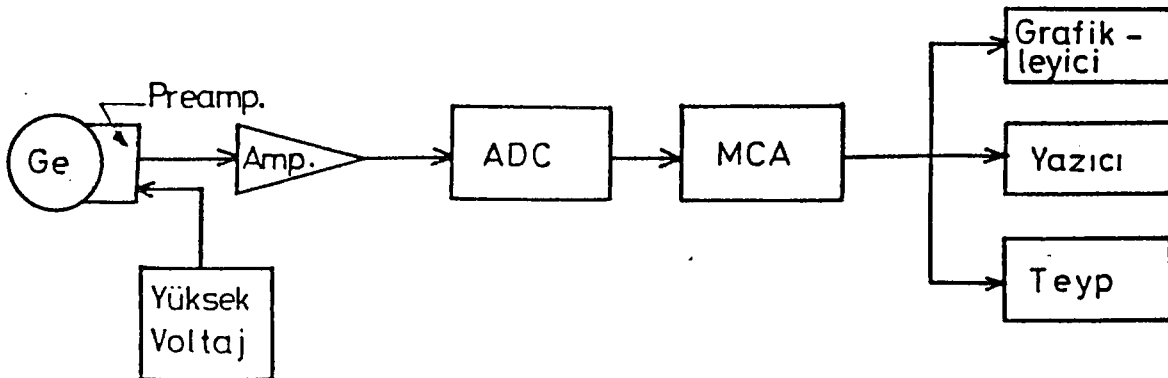
3.2.1. Çok Kanallı Analizör

Yarı iletken dedektörlerde oluşan darbe akımı, yüksekliği giren foton enerjisiyle orantılı bir çıkış gerilim darbesi üreten elektrik yüküne duyarlı bir önyükseltici tarafından kuvvetlendirilir. Enerji spektrometrisi için en basit spektrometre sistemi, dedektör (önyükseltici ve yüksek gerilim süzgecini içerir), yüksek gerilim güç kaynağı, spektroskopi amplifikatörü ve darbe yüksekliği analizöründen oluşur. Enerji spektroskopisi radyasyon demeti içindeki parçacıkların enerjiye göre sınıflandırmasını verir. Dedektör elementi gelen x ya da γ - ışını ile etkileşir, bu etkileşim sonucu bir sinyal üretir; bu da gerilim darbesi olarak gözlenir, elde edilen gerilim darbesi önyükselticide kuvvetlendirilir ve amplifikatöre gelir, burada da 1000 katına ya da daha fazlasına yükseltilir, genelde maksimum çıkış gerilimi 10 V tur. Amplifikatörden çıkış darbeleri, darbe yüksekliği analizörüne (Pulse Height Analyser) gelir, darbé yüksekliklerine göre sıraya dizilerek kanallarda saklanırlar. Böylece PHA, kanal başına düşen sayımları darbe yüksekliği ya da enerjinin fonksiyonu olarak verir. PHA'da giriş sinyali doğrudan ADC'ye (Analog Digital Converter) gider. ADC gelen her darbenin genliğini ölçer ve darbe yüksekliği ile orantılı dijital bir sinyal üretir. Bu dijital sinyal çok kanallı analizöre gelir, burada uygun hafıza adresine bir sayım eklenir, bu hafıza adresi uygun kanal sayısı olarak adlandırılır. Belirli bir darbenin sayıldığı kanal sayısı, gelen darbe yüksekliğine karşılık gelir. 4096 kanallı analizörle çalışılınca, amplifikatörün maksimum çıkış gerilimi 10 Volt olduğuna göre, 2,44 mV'luk darbeler 1. kanalda, 4,88 mV'luk darbeler 2. kanalda,, 10 Volt'luk darbeler ise 4096. kanalda toplanacaktır. Çok kanallı analizör gerilim darbeleri yüksekliğini ölçerek boylarına göre gerekli kanala sayım kaydeder, her kanaldaki darbe sayısı toplamı o kanala karşılık gelen enerjideki sayımı verecektir. Şekil 3.6'da çok kanallı analizör blok diyagramı görülmektedir.



Şekil 3.6 Çok kanallı analizör blok diyagramı [2]

Sintilasyon ve yarı iletken dedektörler oluşan gerilim darbelerini yüksekliklerine göre sınıflandıracak bir analizörle birlikte kullanıldığında, sistem γ -spektrometresi olarak tanımlanır. Yükselticiden gelen darbeler, elektronik bir düzenek yardımıyla, darbe yüksekliği ile orantılı kanal numaralarına bir sayım olarak depolanır. Dolayısı ile, sayımlar analizörün hafızasında, darbenin oluşmasına neden olan enerjinin değerine göre belirli bir kanalda birikir; böylece her bir kanal belirli bir enerjiye karşılık gelir. Bu sayımlar enerjiye karşı grafiğe geçirilince, γ -spektrumu elde edilir [6]. Şekil 3.7’de çok kanallı γ -ışını spektrometre sistemi şeması görülmektedir.



Şekil 3.7 Çok kanallı γ -ışını spektrometre sistemi şeması [2].

Radyoaktif bir kaynak belirli enerjide fotonlar yayıyorsa, sayımların büyük kısmı bu enerjiye karşılık gelen kanalda toplanır; bununla birlikte dedektör içindeki sistem gürültüsü ve elektron boşluk çiftlerinin üretiminin rastlantısallığı aynı enerjideki fotonların darbe yüksekliklerinde bile salınım üretir. Böylece ortaya çıkan pik (“peak”, doruk, tepecik) birçok kanal üzerinde yayılır, bu dağılımın genişliği bir dedektörün kalitesini tanımlayan parametrelerden biri olan ayırma gücünü, enerji rezolüsyonu belirler.

3.2.2. Eş Etki (Koensidans) Yöntemi ve Düzenegi

Aktivite ölçülmesinde ikinci yöntem olarak kullanılacak olan eş etki yönteminin ilgi çekici oluşu, buradan bulunan radyoaktivitenin doğrudan doğruya mutlak aktivite oluşundan ileri gelir.

Aktivitesi ölçülecek yapay radyoaktif gereç olarak, $^{60m}_{27}\text{Co}$ ve $^{60}_{27}\text{Co}$ ele alınacaktır. Bu izotopların basite indirgenmiş çözünme şeması, Bölüm 4'te (Şekil 4.3) olarak verilmiştir.

Burada $^{60m}_{27}\text{Co}$ 'nin çözünmesinin bir yolunun bir β parçacığının atılmasıyla başladığı görülmektedir. Bu yolda β parçacığının peşi sıra 1,332 MeV enerjili bir γ -ışını salıverdiği de görülmektedir.

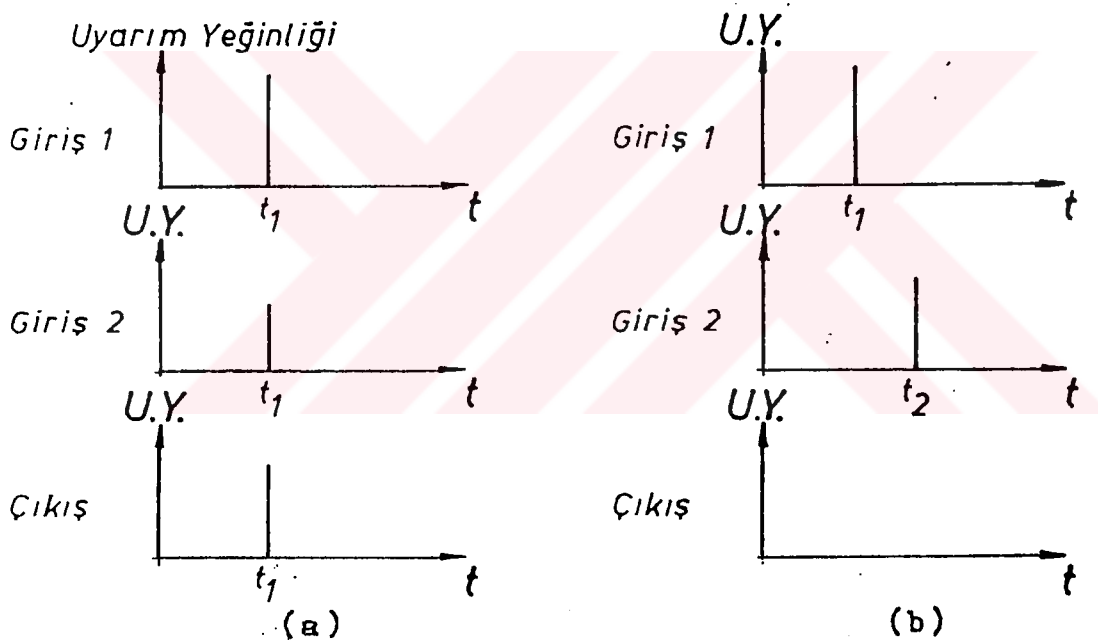
Burada β parçacığının atılmasından sonra, çekirdeğin 1,332 MeV'lik ara enerji düzeyinde uyarılmış olarak kalması 10^{-11} s den daha az bir süre kadardır. Buna karşılık bizim deneylerimizde elde edilecek aktiviteler en çok 10^{-3} çözünme/saniye kadardır. Bu demektir ki, bir β parçacığı atıldıktan sonra; ortalama olarak, en çabuk 10^{-3} saniye sonra ikinci bir β parçacığı atılmaktadır. Yani sonuç olarak, radyoaktif gerecin çekirdeklerinin bu yolla çözünmesi; bir çekirdeğin bir β ve hemen peşinden bir γ salıvermesi bir süre sonra bir başka çekirdeğin bir β salıvermesi ve hemen peşinden bir γ salıvermesiyle kararlı bir çekirdeğe dönüşmeleri biçiminde olmaktadır.

Benzer sözleri bir kez de $^{60}_{27}\text{Co}$ 'ın çözünmesi için söyleyebiliriz. Bir β -ışını salıverilmesinden hemen sonra, 10^{-11} s den daha kısa bir süre sonra, 1,173 MeV enerjili bir γ -ışını salıverdiği ve yine aynı mertebe bir süre bekledikten sonra, bu kez

1,332 MeV enerjili ikinci bir γ -ışını salıverildiği ve böylelikle kararlı bir çekirdeğe dönüştüğü görülmektedir.

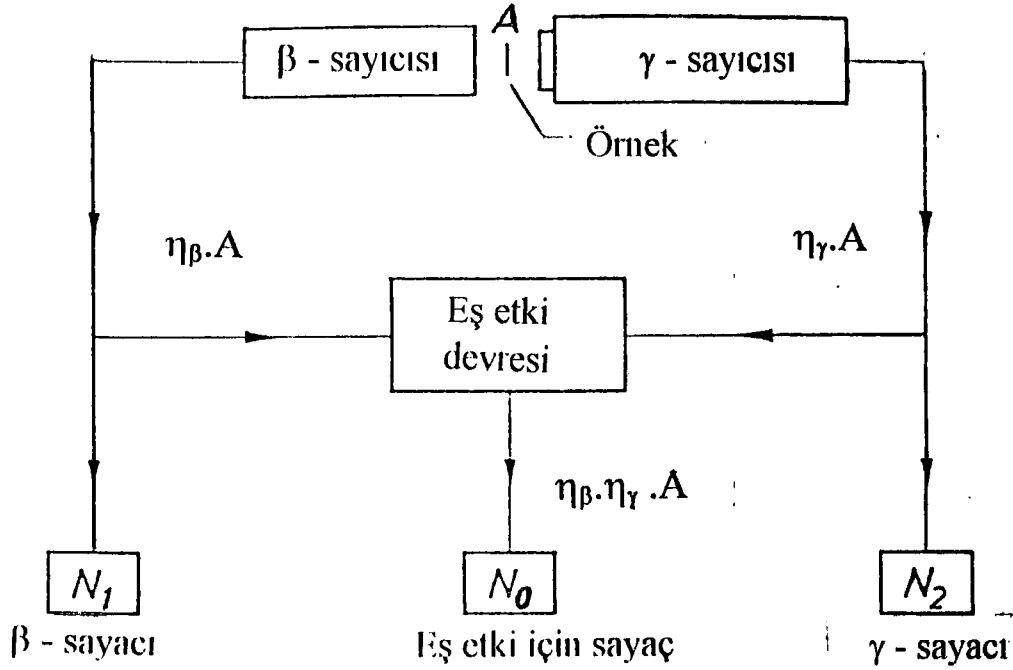
Eş etki yönteminde ilke; yukarıda sözü edilen süreler nedeniyle pratikçe birlikte oluştukları, doğdukları kabul edilebilecek olan bu β ve γ ışımlarının veya bir başka kez, γ ve γ ışımlarının eş etki devresi adı verilen elektronik bir düzeni uyarması ve buradan mutlak aktivitenin aşağıda anlatılacağı gibi bulunmasıdır.

Eş etki devresi iki veya daha çok girişi ve bir çıkışı olan bir devredir. Devrenin özelliği, girişlerin her birine aynı anda birer uyarım geldiğinde (Şek. 3.8.a), çıkışta bir uyarım vermesi, buna karşılık girişlere değişik anlarda gelen uyarımların (Şek. 3.8.b), çıkışta hiç bir uyarım vermemesidir. Biz burada, bu işlemin elektroniğine girmeyeceğiz, yalnızca devreyi yukarıda belirtilen özelliği nedeniyle deneylerimizde kullanacağız.



Şekil 3.8 Eş etki devresinin özelliđi [3]

Mutlak aktivitenin bu yöntemle nasıl bulunacağını sayma düzeneğinin şeması, Şekil 3.9 üzerinde izleyelim.



Şekil 3.9 Eş etki yöntemi için aktivite sayma düzeneği.

Reaktör içinde nötron akısı altında aktiflenmiş örnekler ve standartlar bir β sayıcısı ve bir parıldama sayıcısının arasına konacaktır. Radyoaktif örneğin çözünmesiyle salıverilen β 'ları β sayıcısı, γ 'ları parıldama sayıcısı dedekte eder. Bu nedenle N_1 sayacından β sayımlarını, N_2 sayacından da γ sayımlarını okuyabiliriz. Ancak gerek β sayıcı, gerekse parıldama sayıcısı kaynağın bütün çevrelerini kaplayamadıkları için, β ve γ ışınların büyük bir bölümü de dedektörler tarafından dedekte edilmemiş olur. Bundan başka, sayıcılara gelen ışınların da ancak belli bir sayma verimi ile sayılabileceği de unutulmamalıdır. N_1 ve N_2 sayaçlarının, örneğin A aktivitesini sırasıyla η_{β} ve η_{γ} toplam verimleri ile sayıldığını kabul edersek, sayaçlardan okunan sayımlar için ;

$$N_1 = \eta_{\beta} \cdot A , \quad (3.1)$$

$$N_2 = \eta_{\gamma} \cdot A , \quad (3.2)$$

bağıntıları yazılabilir.

Diğer yandan, β sayıcısı ve parıldama sayıcısının çıkışlarından eş etki devresinin girişlerine birer bağlantı yapılırsa; girişlere birlikte gelen her uyarım çifti için, eş etki sayacından (N_0 'dan), artan bir sayı okunur. N_0 sayacından, A aktivitesinin; önceki iki verimin çarpımına eşit bir verimle okunacağı açıktır.

Böylece N_0 için ;

$$N_0 = \eta_\beta \cdot \eta_\gamma \cdot A , \quad (3.3)$$

yazılır.

Bu son üç bağıntıdan, radyoaktif örneğin sayım anındaki mutlak aktivitesi bulunur.

$$\frac{N_1 \cdot N_2}{N_0} = \frac{\eta_\beta \cdot A \cdot \eta_\gamma \cdot A}{\eta_\beta \cdot \eta_\gamma \cdot A} , \quad (3.4)$$

ve böylece;

$$A = \frac{N_1 \cdot N_2}{N_0} , \quad (3.5)$$

olduğu, ve aktivitenin dedektörlerin sayma verimlerine bağlı olmadığı görülür.

Buradan şu sonucu çıkarıyoruz ki, Şek. 3.9 'daki bir sayma düzeneğinde, özdeş bir anda alınacak N_1 , N_2 ve N_0 sayımları, bize doğrudan doğruya sayım anındaki mutlak aktiviteyi verir [3].

Burada anlattıklarımız $\beta - \gamma$ koensidansı için olmuştur. β -ışını yerine ikinci bir γ -ışını dedeksiyonu yapılmış olsaydı; bununla, $\gamma - \gamma$ koensidansı yapılabileceği ve β -ışını için söylenenlerin, ikinci γ -ışını için de geçerlikte olacağı açıktır.

BÖLÜM 4

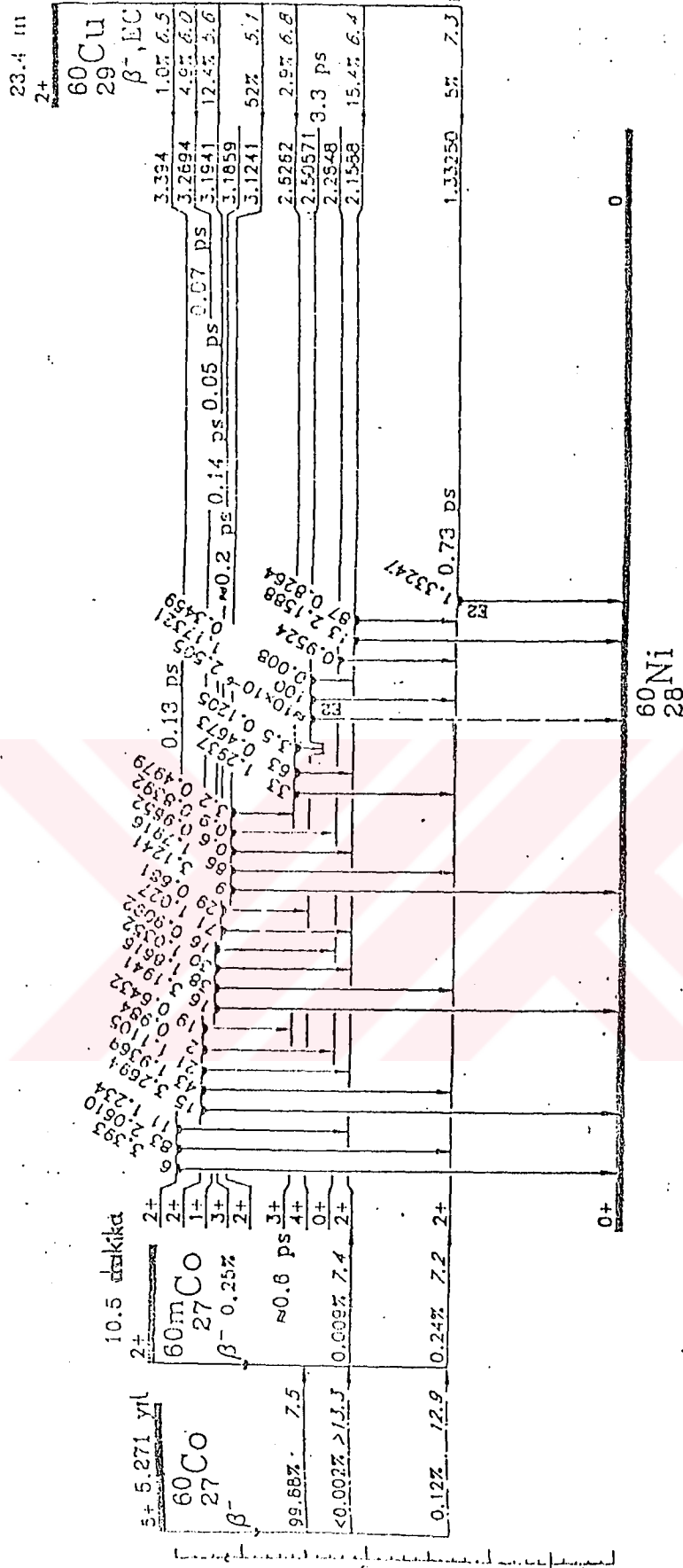
GERÇEKLEŞTİRİLMESİ DÜŞÜNÜLEN ÇALIŞMA

Örneğimizin içinde ne miktarda kobalt bulunduğunu, INAA yöntemi ile saptamaya çalışıyoruz. Bunun için reaktörde ışınladığımızda; örneğin içindeki diğer elementler gibi, eğer varsa kobaltın da aktifleneceğini biliyoruz. Kobaltın; 10'un üzerinde sayıda izotopunun olduğunun bilinmesine rağmen, doğada %100'e yakın izotopik bollukta bulunan kararlı izotopu, Co-59'dur. Co-59; (n, γ) reaksiyonuyla Co-60m ve Co-60 izotoplarını verir. Şekil 4.1'de kobaltın aktivasyonu ile ilgili bilgiler görülmektedir.

İradef ekirdek e bolluğu	Reaksiyon	Ürün çek. yarı ömrü	Tesir kesitleri		Aktivasyon ürünleri [1 µg başına boz./ s]						Başlıca γ ışımları
			σ	I	ışınlama		süre		doyma		
					1 s.	1 dak.	1 saat	1 gün			
Kobalt Z = 27 A = 58.9332 σ _{ab} = 37.2 ± 0.2 b I _{ab} = 75.5 ± 1.5 b											
Yavaş nötronlar											
φ _t = 10 ¹³ , φ _{epi} = 2x10 ¹¹ n cm ⁻² s ⁻¹											
> 59/100	Co-60m ^{af}	10.48 dak.	20 ± 2 b	36.5 ± 0.5 b ¹²⁾	2330	1.36E5	2.08E6	2.1	2.1	2.12E6	58.6(2.1)
	Co-60	5.272 s.	17 ± 2 b	39 ± 2 b ¹³⁾							
	Co-60 (cum)	—	37.2 ± 0.2 b	75.5 ± 1.5 b	7.6E-3	0.472	51.2	1410	28200	3.93E6	1173.2(99.9),13

Şekil 4.1 ⁵⁹Co için aktivasyon çizelgesi [7]

Radyoaktif çekirdekler olan Co-60m ve Co-60'ı bulgulayabilmek için onların salıverdiği γ ve β ışınlarnın özelliklerinin bilinmesi gerekir. Bu özellikleri gösteren; radyoaktif çekirdeklerin bozunma şemalarıdır. Şekil 4.2'de Co-60 ve Co-60m'nin bozunma şeması görülmektedir.



Şekil 4.2 $^{60}_{27}\text{Co}$ ve $^{60\text{m}}_{27}\text{Co}$ 'nin bozunma şeması [8]

3- Co-60m'nin yaklaşık %0,3 olasılıkla bir β salıvermesiyle 1332 keV enerjili ara enerji düzeyine geldiği ve buradan da 1332 keV'lık bir γ -ışını salıvererek, Ni-60'a dönüştüğü görülmektedir.

4 - Co-60'ın 5,27 yıl yarı ömür ile ve % 99,85 olasılıkla 310 keV maksimum enerjili β -ışını ve arkasından 1173 keV ve peşi sıra 1332 keV γ -ışınları salıvererek Ni-60'a dönüştüğü görülmektedir.

Biz örneğimizde izotopik bolluğu % 100 olan Co-59'u bulgulamaya çalıştığımız için; örneği ışınladıktan sonra, aşağıda gerçekleştirilmek istenen deneylerle amacımıza ulaşmayı düşünüyoruz:

İlk iki deneyimiz yaklaşık 10,5 dak.'lık yarı ömürlü Co-60m'nin bozunması ile ilgili olacaktır.

Deney No : 1

56,7 keV enerjili γ -ışını aktivitesinin çok kanallı analizörde dedekte edilebilmesi ve buradan başlangıçtaki örnekte bulunan Co-59 miktarının belirlenmesi.

Deney No : 2

Deney No :1'deki aktivitenin yaklaşık olarak 400'de biri büyüklüğünde olsa da, yine aynı yarı ömürle peşpeşe salıverilen önce 1541 keV maksimum enerjili bir β -ışını ve sonra 1332 keV enerjili bir γ -ışınının bir β - γ koensidans düzeneğinde dedekte edilmesi ve buradan başlangıçtaki örnekte bulunan Co-59 miktarının belirlenmesi.

Gerek Co-59'un ışınlanmasında doğrudan doğruya, gerekse yine bu ışınlamada oluşmuş olan yaklaşık 10,5 dakika yarı ömürlü Co-60m'nin dönüşmesinden oluşan Co-60'ın; % 99,85 olasılıkla, sırasıyla bir β , bir γ ve ikinci bir γ salıvererek izlediği yol göz önüne alınarak, bu kez aşağıdaki üç deneyi gerçekleştirmek istiyoruz:

Deney No : 3

1173 ve 1332 keV enerjili γ -ışınlarının aktivitelerinin çok kanallı analizörde dedekte edilebilmesi ve buradan başlangıçtaki örnekte bulunan Co-59 miktarının belirlenmesi.

Deney No 4:

Bir β -ışını ve ardından 1173 keV enerjili (veya 1332 keV enerjili) bir γ ışınının bir β - γ koensidans düzeneğinde dedekte edilmesi .

Deney No 5:

1173 keV ve 1332 keV enerjili iki γ -ışınının, bir γ - γ koensidans düzeneğinde dedekte edilmesi.

Bu beş ayrı deney ile farklı biçimlerde $^{59}_{27}\text{Co}$ miktarının belirlenmesi yoluyla, aynı sonuca ulaşmayı umuyoruz.

Bu deneylerle ilgili yapılanlar ve varılan sonuçların anlatılması Bölüm 5'e bırakılmıştır.



BÖLÜM 5

DENEYSEL ÇALIŞMA

Amaç :

Ülkemizde yüksek tirajlı gazeteler tarafından satışlarını arttırmak amacıyla dağıtılmış olan “Arcopal” marka koyu mavi renkli cam gıda kaplarından bir bardak örneği temin edilerek içinde kobalt bulunup bulunmadığı, eğer varsa, miktarının ne kadar olduğunun belirlenmesi amaçlanmıştır.

Örnek ve Standart Hazırlama :

Bu amaçla cam bardak plastik poşet içinde kırılarak, parçalar alınıp çok sert agat mermer havan içine konulup dövülerek çok ince toz cam haline getirildi. Aynı işlem beyaz (saydam) cam için de tekrar edildi. Standart referans maddesi olarak kullanacağımız kobaltklorürden (CoCl_2 'den) 1 gram mertebesinde (hassas değeri 1,07457 g) alınarak, 100 ml'lik balonjoje içinde distile suyla karıştırılarak çözelti haline getirildi. Hazırlanan toz saydam cam ve koyu mavi cam örnekleri hassas terazide tartılarak aşağıdaki madde miktarları verilen, sekiz adet mini polietilen tüpün içine kondu. Örnek ve standartlar için, yaklaşık ağırlıkları 10 mg ve 100 mg olan miktarlar ele alındı. Her iki ağırlık grubundan standartlara da yaklaşık 150 μg ve 500 μg Co içeren CoCl_2 eriyiği eklenmiştir. Hazırlanan kobalt çözeltisinden mikropipetle alınan örnekler ilk dört adet mini tüpe damlatılarak buharlaşmaları için kapakları açık tutularak buharlaştırıcı görevini gören ışık altına konarak bir gün bekletildi. Diğer dört tüpün kapakları ise tartımdan sonra kapatıldı. Tüpler ve içindeki madde miktarları şöyledir:

1 numaralı mini tüp

99,30 mg saydam toz cam ve
34 μl çözelti eklendi
(167 μg Co içeriyor)

2 numaralı mini tüp

103,36 mg saydam toz cam ve
104 μl çözelti eklendi
(511 μg Co içeriyor)

3 numaralı mini tüp

11,32 mg saydam toz cam ve
34 µl çözelti eklendi
(167 µg Co içeriyor)

4 numaralı mini tüp

12,48 mg saydam toz cam ve
104 µl çözelti eklendi
(511 µg Co içeriyor)

5 numaralı mini tüp

107,41 mg koyu mavi cam

6 numaralı mini tüp

106,7 mg koyu mavi cam

7 numaralı mini tüp

10,34 mg koyu mavi cam

8 numaralı mini tüp

9,4 mg koyu mavi cam

Ağızları kapatılan bu 8 adet mini tüp 1, 2, 5, 6 ve 3, 4, 7, 8 şeklinde 4'er adet iki ağırlık grubu halinde en uygun formda sığabilecekleri çapta daha büyük ve 12 cm. boyunda ayrı bir polietilen tüpün içine uca gelecek şekilde iki sıra halinde uygun durumda yerleştirilerek sıkıca kapatıldı.

İşinlama :

İşinlama için İ.T.Ü. Nükleer Enerji Enstitüsü TRIGA Mark-II reaktörüne inildi. Reaktör çalıştırılarak 250 kW güçte kritik hale getirildi. Örnekler, polietilen tüp içinde eksenel işinlama tüpünde, akının en yüksek (10^{12} n.cm⁻².s⁻¹ mertebesinde) olduğu yere gelecek biçimde yerleştirildi. Saat 12.00'de işinlamaya başlandı ve tam 1 saat işinlama yapıldı. Saat 13.00'de reaktör durduruldu. Örnekler, hemen, işinlama kanalından görevli sağlık fizikçi uzman denetiminde çıkarıldı. (Taşıyıcı tüpün; tank su yüzeyine çıkarıldığında, Al eksenel işinlama tüpünün içinde ve dedektörden 8-10 cm uzakta radyasyon dozu, 10 R/saat olarak ölçülmüştür.) Taşıyıcı tüp hızla radyoaktif izotop laboratuvarına götürüldü. (Burada her iki 4'er adet mini tüp grubu paketinin tam yüzeyinden 10 R/saat'lik radyasyon miktarı ölçüldü.) Radyasyonun çok yüksek olduğu ölçüldüğünden biraz soğumaya bırakıldı. Örnekler polietilen büyük tüpten çıkarılarak kurşun zırha kondu. İlk dört örnek kurşun domuza konularak, çok kanallı analizörde sayılmak üzere kimya laboratuvarına götürüldü. (Domuz yüzeyinden 25 - 30 mR/saat radyasyon dozu ölçüldü.) Burada; içindeki işinlanmış madde ile mini

minitüpler, sırasıyla Al folyolara sarılarak plastik taşıyıcılara yerleştirildi. Ardından pikleri görmek amacıyla yarı iletken dedektör sistemi sayım odasına götürüldü. Burada kısa, orta ve uzun süreli olmak üzere ölçümler yapıldı. Sayımlarda Canberra 90, çok kanallı analizör, ORTEC (Amplifikatör ve Ge dedektör) kullanıldı.

Sayımların Alınması :

Bölüm 4'te sözü edilen beş deneyi, oradaki deney numaralarını kullanarak, yapmaya çalıştık. Hemen başında belirtelim ki, bu beş deneyden dördü, ya gerçekleştirilemedi, ya da bizi kabul edilebilir bir sonuca ulaştırmadı.

Yine bu deneylerden Co-60m'nin bozunumuna dayanan ilk ikisi yaklaşık 10,5 dakikalık yarı ömür nedeniyle çok kısa sürede (50-60 dakika) gerçekleştirilmesi gereken deneylerdir. Bu süreden sonra aranan radyoaktif çekirdek Co-60m; pratikçe bitecektir.

DENEY No : 1

Çok kanallı analizörde Co-60m'nin 56,7 keV'lik γ 'sını bulgulamak için örnek ve standartlar reaktörde ışınlamadan çıkarıldıktan yarım saat sonrasında itibaren, 100'er s lik sürelerle sayılmaya başlandı. Işınlanan örnek ve standart malzemenin içindeki Si, Na gibi diğer elementler; ve standart yapımında kullandığımız, CoCl_2 eriyiği içindeki Cl gibi elementler de radyoaktif oldular.

Sözü edilen radyoaktif çekirdeklerin yarı ömürleri; Cl-38'in 37,29 dakika, Si-31'in 157,3 dakika, Na-24'ün 15 saattir [8]. Yarı ömürlerinin deneyimiz için uygunsuzluğu yanında; bunların örnek ve standartlardaki miktarları, aradığımız iz elementi yanında mukayese edilemeyecek kadar fazla olduğu için; γ -spektrumunda verecekleri gürültü, deneyimizi anlamsızlaştıracak ölçüde büyüktür ve öyle de olmuştur.

γ -spektrumunda 56,7 keV yerinde çok küçük "pik"e benzer bir çıkıntı görülmüş olmasına rağmen, diğer radyoaktif bozunmalardan gelen çok kuvvetli gürültüler nedeniyle, güvenilir bir sayısal sonuç elde edilememiştir. Böylelikle bu deney amacımıza ulaştırmayan, bu biçimiyle başarısız bir deney olmuştur.

DENEY No : 2 ve 4

Laboratuvarımızda çalışır durumda β dedektörü bulunamadığından; ya da mevcut dedektörler tarafımızdan çalıştırılmadığından hem 10,5 dak yarı ömürlü Co-60m'nin β - γ koensidans deneyi, hem de daha sonra Co-60'ın β - γ koensidansı gerçekleştirilememiştir.

Işınlamadan bir kaç gün sonra, diğer bütün, pek çok bozucu radyasyonun etkisinin geçmesinden sonra, 5 numaralı deneyi ve 3 numaralı deneyi gerçekleştirmeye çalıştık.

DENEY No : 5

Işınlamadan bir hafta sonra, örnek ve standardımızda artık pratikçe Co-60'ın 5,27 yıl yarı ömürlü 1173 keV ve 1332 keV enerjili γ -ışını kaldığı ve bunlarla bir γ - γ koensidansı yapabileceğimizi ummuştuk. Ancak laboratuvardaki iki adet NaI(Tl) sintilasyon dedektöründen yalnız birini çalıştırabildik. Böylelikle ikinci bir γ dedektörü olmaması nedeniyle γ - γ koensidansı deneyini de gerçekleştiremedik. Bu da, dördüncü ve sonuncu başarısız deneyimiz oldu.

DENEY No : 3

Işınlamadan bir hafta sonra, örnek ve standardımızda artık pratikçe Co-60'ın 5,27 yıl yarı ömürlü 1173 keV ve 1332 keV enerjili γ -ışını kaldığı gerçeğinden hareketle, çok kanallı analizörde bu kez; Co-60'ın sözü edilen γ -ışınlarını bulgulamak üzere 30'ar dakikalık sayımlar alındı. Sayımları alınan standartlar ve örnekler, 100 mg ağırlık grubunun 4 mini tüpü olan 1, 2, 5 ve 6 numaralı tüplerdi. Deney sonuçları Tablo 5.1'de verilmiştir.

Tablo 5.1 1800 s'lik sayım verileri

γ enerjisi	Çeşidi : <u>standart</u>		<u>örnek</u>	
	Tüp No:	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>5</u> <u>6</u>
1173 keV		69252	208249	19187 19285
1332 keV		61310	183479	16849 18049

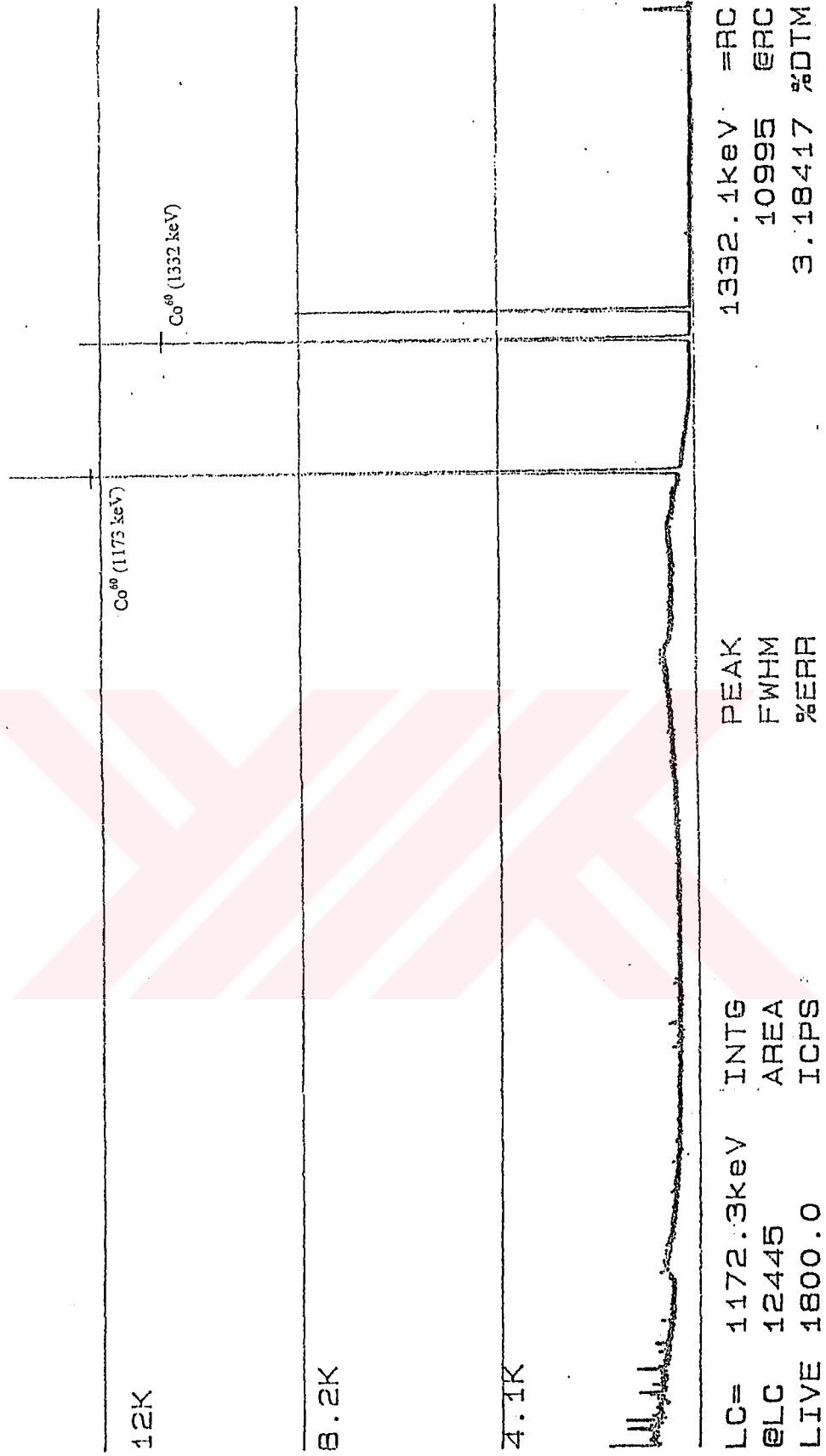
Çok kanallı analizörün 1800 s'lik sayımlar sonunda oluşturduğu γ -spektrumlarının çiziciden alınan grafikleri, Tablo 5.2 'de gösterildiği gibi, Şekil 5.1 den Şekil 5.4'e kadar verilmektedir.

Tablo 5.2 1800 s'de elde edilen γ -spektrumları

<u>İçindeki Co miktarı</u>	<u>Tüp No :</u>	<u>Çeşidi</u>	
Şek. 5.1	1	Standart	167 µg
Şek. 5.2	2	Standart	511 µg
Şek. 5.3	5	Örnek	Hesaplanacak
Şek. 5.4	6	Örnek	Hesaplanacak

1173 keV ve 1332 keV enerjili γ -ışını aktivitelerini ayrı ayrı ele alarak, 1 ve 2 numaralı standartları da ele alarak, 5 ve 6 numaralı örneklerdeki başlangıçtaki Co-59 miktarlarını hesaplayalım. Böylelikle iz elementinin örnek madde miktarı için 8 ayrı değer bulunacaktır.

TAG NO. = 14000002
 User Group Unit ROI#
 1 4 1
 CANBERRA Series 90
 TIME / DAY : 14:38 Wed 14-Jan-98
 COLLECTED AT: 13:04:50.4 14-Jan-98



Şekil 5.1 1 numaralı Standart için γ - spektrumu

TAG NO. = 13000005
 User Group Unit ROI#
 1 3 1
 CANBERRA Series 90
 TIME / DAY : 14:31 Wed 14-Jan-98
 COLLECTED AT: 12:31:00.1 14-Jan-98

66K

49K

33K

16K

Co⁶⁰ (1332 keV)

Co⁶⁰ (1173 keV)

	LC=	1173.6keV	INTG	PEAK	
QLC	30929	AREA	FWHM		
LIVE	1800.0	ICPS	%ERR		
				1332.1keV	=RC
				32968	@RC
				6.74058	%DTM

Şekil 5.2 2 numaralı Standart için γ - spektrumu

TAG NO. = 12000005
 User Group Unit ROI#
 1 2 1
 CANBERRA Series 90

TIME / DAY : 14:25 Wed 14-Jan-98
 COLLECTED AT: 11:57:54.5 14-Jan-98

8.2K

6.1K

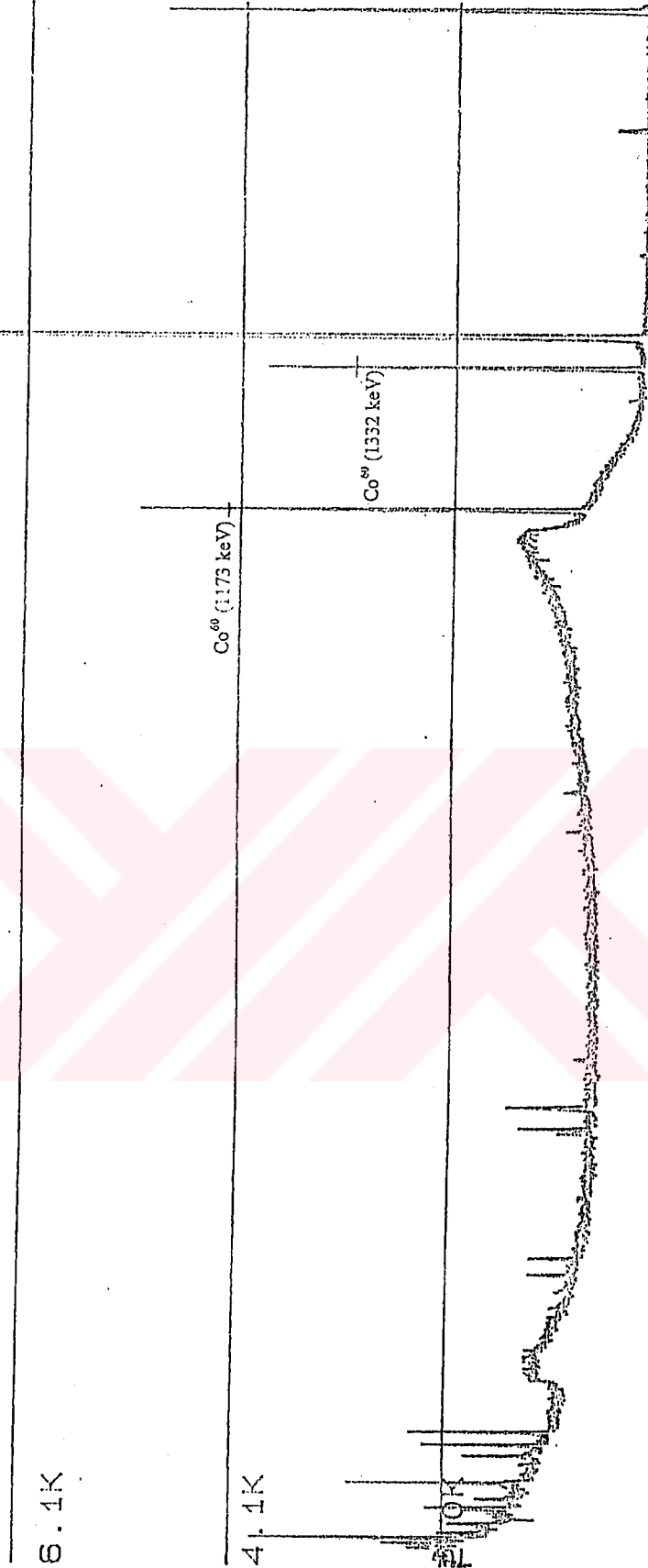
4.1K

Co⁶⁰ (1173 keV)
 Co⁶⁰ (1332 keV)

LC=	1172.3keV	INTG	PEAK	1332.5keV	=RC
@LC	3121	AREA	FWHM	3302	@RC
LIVE	1800.0	ICPS	%ERR	6.6729	%DTM

Şekil 5.3 5 numaralı Örnek için γ - spektrumu

TAG NO. = 11000011
 User Group Unit ROI#
 1 1 1
 8.2K
 TIME / DAY : 14: 16 Wed 14-Jan-98
 COLLECTED AT: 13: 36: 45.3 14-Jan-98
 CANBERRA Series 90



LC=	1172.3keV	INTG	PEAK	1332.5keV	=RC
@LC	4191	AREA	FWHM	2991	@RC
LIVE	1800.0	ICPS	%ERR	6.5372	%DTM

Şekil 5.4 6 numaralı Örnek için γ - spektrumu

Bunlardan 1173 keV, 1 numaralı standart ve 5 numaralı örnek için yapılan hesabı buraya yazalım.

69252 sayımı 167 µg verirse

19187 sayımı kaç µg verir

$$X = 46,27 \mu\text{g}$$

Bulunan 46,27 µg Co-59 ; 107,41 mg örnek madde içinde bulunduğuna göre ; iz elementi' nin ppm olarak değeri ;

$$\frac{46,27\mu\text{g}}{107,41\text{mg}} = 430 \times 10^{-6} = 430 \text{ ppm}$$

olur.

Benzer biçimde yapılan hesaplarla, iki standart ve iki örnek için alınan deneysel değerlerle iz elementi olarak bulunan Co-59 miktarları Tablo 5.3 'te gösterilmiştir.

Tablo 5.3 Hesaplanan $^{59}_{27}\text{Co}$ miktarları

γ enerjisi	Standart	Örnek	$^{59}_{27}\text{Co}$ miktarı
1173 keV	1	5	430 ppm
		6	436 ppm
	2	5	438 ppm
		6	443 ppm
1331 keV	1	5	427 ppm
		6	461 ppm
	2	5	437 ppm
		6	471 ppm

Tablo 5.3'ten görüldüğü gibi ele alınan örnekte Co-59 miktarları 427 ppm'den 471 ppm'ye kadar değişen değerler olarak hesaplanmaktadır.

Standart Sapma Hesabı :

$$\begin{aligned}\bar{x} &= \frac{1}{N} \sum_{i=1}^8 x_i = \frac{1}{8} \times (430 + 436 + 438 + 443 + 427 + 461 + 437 + 471) \\ &= \frac{1}{8} \times 3543 = 443\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\sigma^2 &= \frac{1}{N} \sum_{i=1}^8 (x_i - \bar{x})^2 = \frac{1}{8} \times (169 + 49 + 25 + 0 + 256 + 324 + 36 + 784) \\ &= \frac{1}{8} \times 1643\end{aligned}$$

$$\sigma = 14,3$$

$$\bar{x} \pm \sigma = 443 \pm 14,3$$

Böylelikle örnekte Co-59 miktarı $(443 \pm 14,3)$ ppm olarak bulunmuş olur.

Benzer malzeme üzerinde x-ışını floresan yöntemiyle Co-59 için yapılan bir çalışmada (500 ± 100) ppm değeri bulunmuştur [10].

Yine x-ışını floresan yöntemiyle; fakat bu kez bizim de üzerinde çalıştığımız örnek üzerinde yapılan bir çalışmada ise; çok kabaca olduğu vurgulanarak, $(800 \pm ?)$ ppm değeri bulunduğu belirtilmiştir [11].

Buradan da, özellikle ölçümlerin duyarlılığı açısından, bizim çalışmamız ve sözü edilen çalışmalar çerçevesi ile sınırlı olsa da, eser element saptanmasında Nötron Aktivasyon Analizinin x-ışını floresan yönteminden, literatürde yer aldığı gibi daha duyarlı bir yöntem olduğu çok kaba olarak görülmüş oldu.

BÖLÜM 6

SONUÇ

Nötron Aktivasyon Analizi Yöntemi ile bir örnek madde içinde iz element belirlenmesinin bir uygulaması olmak üzere bir cam örnek içinde, ülkemizde yüksek tirajlı gazeteler tarafından yaygın bir biçimde dağıtılmış olan, koyu mavi cam gıda kaplarından bir bardak örneği temin edilerek içinde $^{59}_{27}\text{Co}$ bulunup bulunmadığı, eğer varsa, miktarının ne kadar olduğunun belirlenmesini amaçlayan bir çalışma gerçekleştirilmiştir.

Nötron Aktivasyon Analizi'nin genel bir tanımı yapıp, genel bilgiler üzerinde durulduktan sonra, çalışmanın deneysel bölümüne geçilmiştir.

Deneysel çalışma iki ana sayma tekniği üzerine kurulmak istenmiştir. Bunlar; çok kanallı analizör yardımıyla γ - ışınlarının sayılması (γ - spektrumunun çıkarılması) ve buradan bulunan değerlerle, karşılaştırma yöntemi kullanılarak aktivitenin ve dolayısıyla, aranan madde miktarının bulunması; ve diğeri, koensidans yöntemi ile β ve γ 'ların ya da γ ve γ 'ların bulgulanarak β - γ veya γ - γ koensidansı ile ve mutlak aktivitenin bulgulanması yoluyla, aranan madde miktarının bulunması olmuştur.

Koensidans tekniği ile deney için laboratuvarımızdaki β ve γ sayaçlarının, kısaca, uygun olmayışı denebilecek nedenlerle, bu teknikle sayım yapılamamıştır.

Yalnızca, çok kanallı analizör ile deney seçeneği elde kalmıştır. Bununla da, kısa ve uzun yarı ömürlü iki radyoaktif çekirdeğin, $^{60m}_{27}\text{Co}$ ve $^{60}_{27}\text{Co}$ çekirdeklerinin bulgulanması amaçlanmıştır.

Kısa yarı ömürlü çekirdek, kendisiyle birlikte bulunan diğer istenmeyen pek çok radyoaktif çekirdek arasından seçilip, bulgulanıncaya kadar hemen sönmeye gitmiştir.

Diğer yandan, çok kanallı analizör ile, uzun yarı ömürlü $^{60}_{27}\text{Co}$ çekirdeği bulgulanmış ve buradan aranan madde miktarı hesaplanabilmiştir. Ancak, diğer yollardan bulgulanma yapılamadığı için, bu yolla bir kontrol güvencesi sağlanamamıştır.

Buna karşılık bulunan değerler; bir karşılaştırma olarak, üniversitemizde x-ışını fluoresanı yöntemi ile yapılan çalışmalarla karşılaştırılmıştır.

Nötron Aktivasyon Analizi Yöntemi'nin, literatürde yer aldığı gibi, iz elementi bulunması yönünde, x - ışını fluoresanı yöntemine göre, bizim çalışmamız ve sözü edilen çalışmalar ([10], [11]) çerçevesi ile sınırlı olsa da, daha duyarlı bir yöntem olduğu kabaca da olsa görülmüştür.



KAYNAKLAR

- [1] E. ÜNSEREN, Nükleer Kimya Ders Notları, İ.T.Ü.N.E.E. , 1989.
- [2] R. DEMİRALP, Toryum Cevherlerinden Nadir Toprak Elementlerinin Diantipirilmeyen ile Ayrılması, Doktora Tezi, İ.T.Ü. Nükleer Enerji Enstitüsü, 1988.
- [3] E. EDGÜ, İ.T.Ü. Nükleer Enerji Enstitüsü Laboratuvarında Bulunan, Parafin İçindeki Pu-Be Nötron Kaynağının Mutlak Akısının Ölçülmesi, Diploma Çalışması, İ.T.Ü. Makina Fakültesi, Nükleer Enerji ve Isı Transferi Kürsüsü, 1968-69.
- [4] N. TSOULFANIDIS, Measurement and Detection of Radiation, McGRAW-HILL BOOK COMP., 1983.
- [5] RICHARDS, SEARS, WEHR, ZEMANSKY, Modern Üniversite Fiziği, Optik ve Modern Fizik (Tercüme), Çağlayan Kitabevi, İstanbul, 1970.
- [6] Ş. GENÇAY, Radyasyon Ölçümleri Ders Notları, İ.T.Ü.N.E.E., 1994 .
- [7] G. ERDTMANN, Neutron Activation Tables, Kernchemie in Einzeldarstellungen, Verlag Chemie, Weinheim, New York, Volume 6, 1976.
- [8] C.M. LEDERER, V.S. SHIRLEY (Editors), E. BROWNE, J.M. DAIRIKI, R.E. DOEBLER (Principal Authors), A. A. SHIHAB-ELDIN, L. J. JARDINE, J. K. TULI, A. B. BUYRN (Authors), Table of Isotopes, National Standard Reference Data System, Department of Energy U.S.A., Seventh Edition, 1978.
- [9] W. KUNZ, J. SCHINTLMUSTER, Tabellen der Atomkerne, Akademie-Verlag, Berlin, 1958.
- [10] E. TULGAR, E. AÇMA, İ.T.Ü. UYGAR Projesi, Kimya-Metalurji Fakültesi, 1993.
- [11] E. GEÇKİNLİ, Kişisel Görüşme İ.T.Ü. Kimya-Metalurji Fakültesi, 1998.
- [12] D.A. BECKER, "Determination of Trace Element Impurities in High-Temperature Superconductor Starting Materials," Trans. Am. Nucl. Soc., 64, 228 (1991).

- [13] S. LANDSBERGER, B.A. BUCHHOLZ, M. PLEWA, "Elemental Characterization of Size - Fractionated Municipal Solid - Waste Incinerator Ash," Trans. Am. Nucl. Soc., 64, 229 (1991).
- [14] İ. ÖLMEZ, X. HUANE, G.E. GORDON, "Airborne Particles from Recent Model Automobiles," Trans Am. Nucl. Soc., 64, 230 (1991).
- [15] S.J. YEH, J.C. WEI, C.N. Ke, C.Y. YANG "Determination of Trace Elements in Environmental Samples by Neutron Activation Analysis," Trans. Am.Nucl. Soc., 64, 231 (1991).
- [16] W.A. JESTER, "Use of Neutron Activation Tracers for Studying the Chromatographic Separation of Strontium and Yttrium", Trans. Am. Nucl. Soc., 64, 234 (1991).
- [17] D.A. BECKER, "Problems and Errors in NAA Irradiations", Trans. Am. Nucl. Soc., 64, 8 (1991).
- [18] F.F. DYER, "Use of Standards in Nuclear Analytical Chemistry at Oak Ridge National Laboratory (ORNL)." Trans. Am. Nucl. Soc., 71, 45 (1994).
- [19] T.E. GILLS, D.A. BECKER, "Primary Standards in Activation Analysis Revisited," Trans. Am. Nucl. Soc., 71, 46 (1996).
- [20] R.H. FILBY, "Neutron Activation Analysis at Washington State University", Trans. Am. Nucl. Soc. 64, 222 (1991).
- [21] İ. ÖLMEZ, "MIT Nuclear Reactor Laboratory High School Teaching Program", Trans. Am. Nucl. Soc., 64, 223 (1991).
- [22] J. HOLZBECHER, A. CHATT, "Teaching Chemistry with Neutron Activation Analysis at Dalhousie University", Trans. Am. Nucl. Soc. 64, 223 (1991).
- [23] S. LANDSBERGER, "Neutron Activation Analysis as an Educational Tool at the University of Illinois", Trans. Am. Nucl. Soc. 64, 224 (1991).
- [24] G. E. MILLER, "Neutron Activation Analysis in Teaching Analytical Chemistry at UCI " Trans. Am. Nucl. Soc. 64, 225 (1991).
- [25] W.A. JESTER, D. C. RAUPACH, "Neutron Activation Analysis Instruction at Pennsylvania State University", Trans. Am. Nucl. Soc. 64, 225 (1991).

EK - A

NÖTRON AKTİVASYON ANALİZİ ÜZERİNE BİR LİTERATÜR GEZİNTİSİ

Giriş

Tez konumuzu çalışmaya başlamadan önce NAA yöntemi ile son yıllarda yapılmış olan çalışmalara bir göz atmak ve özellikle iz elemanı olarak Co ile ilgili çalışmaları önümüze almak üzere bir literatür taraması yapıldı.

A.1. Nötron Aktivasyon Analizi ile Yakın Geçmişte Yapılmış Bir Kaç Çalışma

A.1.1. Yüksek Sıcaklıkta Süperiletken Olan Modellerin İz Elementleri

Kirliliklerinin Belirlenmesi [12]

Son yıllarda, süperiletkenler dünyası; Bednorz ve Muller adlı araştırmacıların bazı metalik oksit türlerinin 35 K sıcaklıkta süperiletken olmalarını keşfetmesiyle devrim yaşamaya başladı. Bundan sonra araştırmacılar daha geniş çapta; maddelerin mekanizmalarını ve yapılarını oda sıcaklığına doğru araştırmaya başladılar. Yapılan program ve geliştirmeler ile hemen hemen 100 K sıcaklığa yaklaşıldı. Şimdi en çok gelecek vaadeden malzeme sistemi keşfedilen itriyum-baryum-bakır-oksijen sistemidir. Amerikan Ulusal Teknoloji ve Standartlar Enstitüsü'nün (NIST'in) süperiletkenlik programı çerçevesinde bir proje yapılmıştır. NIST'in nükleer metodlar grubu da, projede araştırma gruplarına analitik destek sunmuştur. Bu destekler kompozisyonel analiz ve stokiyometrik analizi içerir.

Yüksek sıcaklıklara doğru yapılan yarı iletken madde çalışmalarında INAA kullanılmaktadır. İz elementlerinin analizi; yüksek sıcaklıkta yarı iletken maddelerinin mekanizmalarını ve yapılarını anlamak için yararlı bilgiler sağlamıştır. Süperiletkenlerin yapılmasındaki değişkenlerin neler olduğu henüz tam olarak anlaşılamamıştır veya net değildir.

Yapılan deneylerde; 13 tane süperiletken örneği ele alınmıştır. Bunların içinde sayıları 19'a varan iz elemanları aranmıştır. Seçilen maddelerden 100'er mg'lık örnekler alınıp, polietilen küçük şişelere konup, kapatılıp ısıtılıyor. SRM (standart referans malzeme) numarası 1633 olan uçucu kömür külü kontrol maddesi olarak

kullanılmıştır. Örnekler ve standartlar 19 MW güçte ve $2,7 \cdot 10^{13} \text{ n/cm}^2 \text{ s}^{-1}$ lik nötron akılı NIST RT-4 nükleer reaktörünün pnömatik tüpünde 4 saatlik ışıma tabi tutulmuştur. Işınlamadan sonra örnekler kaplarından alınarak standart sayım tabaklarına konmuştur. Örneklerin; ağırlıkları kaydedildikten sonra, %15 verimli gamma-X yüksek saflıklı ve darbe yükseklik analiz sistemiyle desteklenen germanyum dedektörleriyle sayımlar; ışınlamadan yaklaşık 30 gün kadar sonra alınmıştır.

Bulunan değerler şöyledir:

İterbiyum: $<0,01-1,1 \text{ } \mu\text{g/g}$, Selenyum: $<0,01-0,7 \text{ } \mu\text{g/g}$, Toryum: $<0,003-0,7 \text{ } \mu\text{g/g}$
 Krom: $<0,02-6,1 \text{ } \mu\text{g/g}$, İridyum: $<0,02-6,2 \text{ } \mu\text{g/g}$, Hafniyum: $<2 \text{ ng/g}$
 Baryum: $<2-320 \text{ } \mu\text{g/g}$, Stronsiyum: $<1-970 \text{ } \mu\text{g/g}$, Sezyum: $<0,001-2,0 \text{ } \mu\text{g/g}$
 Terbiyum: $<0,002-0,32 \text{ } \mu\text{g/g}$, Skandiyum: $<0,05-37 \text{ ng/g}$, Rubidyum: $<0,2-13 \mu\text{g/g}$
 Demir: $<1-67 \text{ } \mu\text{g/g}$, Gümüş: $<0,01-2,9 \text{ } \mu\text{g/g}$

Alınan en kötü iz element kirlilik oranı itriyum-baryum-bakırda gözlenmiştir. Ölçülen kirlilik yaklaşık olarak $1300 \text{ } \mu\text{g/g}$ kadardır.

Sonuç olarak INAA'nın yüksek sıcaklıkta kullanılacak birçok süperiletken maddenin iz element kirliliklerinin ölçülmesinde ve değerlendirilmesinde çok kullanışlı analitik bir teknik olduğu görülmüştür.

A.1.2. Belediye Katı Atıklarının Yakılmasıyla Oluşan Küllerin Element

Karakterizasyonu [13]

Yakılan katı atıklar, hacimlerinin %80'ni kaybederler. Kirlilik etkilerinin yerleşim yerlerine ulaşabilmesi yanında, yeraltılarına süzülerek katılabilecek zararlı maddeler esas endişe konusunu oluşturmaktadır. Yanma sonucu oluşan küllerdeki metal konsantrasyonunu düşürmek için geliştirilen teknikler ise genelde çok pahalıdır. Bu nedenle küllerden süzülerek yeraltılarına karışabilecek elementlerin dağılımı NAA çalışmaları ile tayin edilir. Bunun için partiküller; çeşit ve büyüklüklerine göre şu şekilde sınıflandırılmıştır:

Kalıntılar $<0,300$ den 9.50 mm., kadar olarak altı bölüme; uçuşan küller <20 den 250 μm olmak üzere 7 bölüme ayrılmıştır. Böylelikle yanan ve uçuşan küllerin karışımı 20 μm den > 9.50 mm olmak üzere 11 parçaya ayrılmıştır. $1,18$ mm den büyük çaplı parçacıklar daha çok taş, kırık cam parçaları ve yığıntı metal parçalarıdır.

Yapılan bir çalışmada, yakılan belediye katı atıklarının ayrıştırılmasıyla ortaya çıkan kalıntıların (kül v.d.) epitermal nötron akısı ile ışınlanması çeşitli metal dağılım değerlerinin bulunması planlanmıştır. Özel bir Compton antikoincidans dedektörü kullanılarak 200 ve 800 keV arası γ ışını yayımlayan elementlerinin duyarlılıkları arttırılmıştır. Normal toprakla karşılaştırılınca atık külleri içinde başlıca elementlerin daha zengin olduğu görülmüştür. Bunlar Ag, Cd, Cr, Cu, Hg, Sb, Se, Sr ve Zn'dur. Uçuşan küllerden ve dumandan elde edilen analiz sonuçlarında ise oldukça yüksek oranda Ca bulunmuştur. Elde edilen element oranları ise As, Br, Ca, Cl, In, Sb'dir. Bazı elementler küçük parçacıklarda az olmalarına rağmen, büyük ölçekli iri parçalarda daha büyük oranda bulgulanmışlardır. Bunlar Al, La, Si, Sa, Ti ve Va'dır. Kül merkezinden alınan örneklerdeki metal oranının dışarıdan alınan örneklerdeki orandan daha büyük olduğu görülmüştür.

A.1.3. Yeni Tasarım Otomobillerden Havaya Karışan Parçacıklar [14]

MIT ve Maryland Üniversitesi'nde atmosfer kimyacıları son yıllarda, benzin yanması sonucu atmosfere karışan; bilinen kurşun ve bromun yanısıra, diğer elementleri de araştırmışlardır. Motorlu araçlar yakma sonucunda birçok hidrokarbon bileşiği ve diğer karbonlu maddeleri yayarlar. Bunlar bir dereceye kadar atmosferdeki reaksiyonlarıyla tehlikeli olabilirler. Mizohata 1986'da; Japonya'da 1982 ve sonrasında imal edilen otomobillerin hafif nadir toprak elementlerinin (REE's) benzin yakıtı araçlar kanalıyla atmosfere bırakıldığını belirlemiştir.

MIT ve Maryland Üniversitesi'nde bu çalışmadan sonra; 1975'de imal edilen 37 aracın partikülleri üzerinde araştırma yapılmıştır. Örnekler MIT reaktöründe (MIT R-II) 8×10^{12} n/cm².s akıda, 5 dakika ve 12 saat lik ışınlama tabi tutulmuşlar ve INAA yöntemiyle incelenmişlerdir. Spektrum gerçek Ge- γ dedektörüyle alınmıştır. Veriler nükleer Data 9900 Genie System ile birleştirilmiştir. Bu şekilde yaklaşık 30 element belirlenmiştir. Araştırmacılar nadir toprak elementlerinin konsantrasyonunu yeni

tasarım otomobillerde oldukça yüksek bulmuşlardır. Daha ayrıntılı bir çalışmada Baltimore-A.B.D yakınında şehirlerarası otoyol üzerindeki Ft. McHenry Tünelinde elde edilen örnekler incelenmiş ve Maryland Üniversitesinde elde edilen sonuç verilerden; gerek planlama gerekse üretimde yararlanılmıştır.

A.1.4. Çevreden Alınan Örneklerde İz Elementinin NAA ile Belirlenmesi [15]

Hızlı endüstrileşme ve yeni teknolojilerin geliştirilmesi Tayvan halkına büyük yararlar sağlamıştır. Ancak beraberinde getirdiği kirlenmeler halkı endişelendirmiştir. Örneğin büyük nehirler, yüzey suları, bunlardan yararlanan yerleşik insanlar için çok kötü şekilde kirlenmiş durumdadır. Bu koşullar altında halk sağlığı için acil ve güvenilir analitik metodlardan yararlanılması; kirliliğin denetim altında tutulması için gerekli bulunmuştur. Bunun için NAA; alınan kirlenmiş örneklerin içindeki element oranlarının belirlenmesi için etkili bir yöntem olarak ele alınmıştır. Kirlenmiş alanlardan özenle seçilen örnekler ile deneyler; örneklerin Tsing-Hua açık havuz tipli reaktöründe ışınlamaya tabi tutulmasıyla yapılmıştır. Ancak bazı örneklerde iz elementleri miktarları dedeksiyon limitleri altında kalmıştır. Laboratuvar çalışmalarında, sulu bir çözeltide, sulu magnezyum oksit tarafından birçok iyonun soğurulduğu görülmüştür.

A.1.5. Nötron Aktivasyon İzleyicileri Kullanarak Stronsiyum ve İttriyum'un Kromatografik Ayırım Çalışması [16]

Pensilvanya elektrik idaresinin nükleer güç merkezinin isteği üzerine yapılan bir projede, nükleer güç merkezinde mevcut iyon kromatografi cihazını kullanarak reaktör deşarj suyu örneğinde bulunan Sr-89 ve Sr-90 analizine yardımcı olabilecek bir yöntem geliştirilmiştir.

Daha önceleri kullandıkları yönteme göre örnekleri ticari bir kuruluşa göndermekte ve analiz sonuçları deşarj suyu çevreye bırakıldıktan en az bir ay sonra alınabilmekteydi. Geliştirilecek yönteme temel olan kavram stronsiyum ve ittriyum iyonlarının hem birbirleri hem de örnekteki diğer karışık radyoaktif iyonlar ile olan iyon değişimi ile ayırımı ve toplanmasını içermektedir.

İtriyum iyonları içeren bölüm, Y-90 aktivitesini ve böylece dengenin bozulduğu andaki Sr-90 aktivitesini ölçmek için sayılır. Stronsiyum içeren bölüm; hem Sr-89 hem de Sr-90 dan kaynaklanan aktiviteyi içerir. Böylece Sr-90 aktivitesi aradaki farktan ölçülür.

Geliştirilen yöntemde, radyoaktif olmayan stronsiyum ve itriyum iyonları başlangıç su örneğine ilave edilir; böylece, sistem iyon dedekte yeterliliği, ayrılmış stronsiyum ve itriyum bölümlerinin iyon değiştirici kolondan ayrıldığında dedekte etmekte kullanılır.

Yapılan çalışmada, yeni radyoaktif iz sürücü yöntemi, çeşitli kromatografik ayırıştırma metotlarını test ederek değerlendirmiştir. İz sürücüler Pensilvanya Eyalet Üniversitesi'ndeki TRIGA reaktöründe nötron aktivasyonu kullanarak üretilmiştir.

Stronsiyum iz sürücüsü temel olarak saf γ yayınlar, itriyum iz sürücüsü saf β yayınlar. Örnekler toplandığında sayımları, GM dedektörü ve NaI(Tl) dedektörüyle yapılır. GM dedektörü β parçacıklarına çok duyarlı fakat, γ fotonlarına çok az duyarlıdır. NaI dedektörü ise sadece γ fotonlarına duyarlıdır. Böylece GM sayıcısı itriyum iz sürücü ve NaI ise stronsiyum iz sürücü olarak hızlıca saymada kullanılır.

İtriyum iz sürücü; kullanılan itriyum nitratin nötron aktivasyonundan elde edilmiştir. Y-89'un izotopik bolluğu % 100'dür. Yalnızca iki termal nötron reaksiyonu mümkündür. Y-90m'nin Y-90'a tam dönüşmesi için, iz sürücü olarak kullanılmadan iki gün önce ışınlaması gerekir. Bu sürede, iz sürücü tam bir saf β yayınlayıcısı durumuna gelir.

Stronsiyum iz sürücü; olarak Sr-87m kullanılmış ve stronsiyum nitrat kristallerinin nötron aktivasyonu ile elde edilmiştir. Termal nötron ışınlaması ile elde edilen β yayınlayıcısı olan Sr-89 ışılandıktan sonraki bir kaç saat içinde kullanılırsa β aktivitesi, γ aktivitesinin. % 0,03 ünden daha da küçük olmaktadır.

İtriyum ve stronsiyumun nükleer özelliklerinin çok uygun gelen bu kombinasyonu, basit fakat seçkin bir metot olarak bu iyonların, iyon kromatografi kolonlarında çeşitli adsorbanlarla test edilmesine olarak tanımıştır. Bu yöntem, çok pahalı ve zaman alıcı analizler yerine, kullanılabilecek çok yararlı sonuçlar vermiştir.

A.2. Nötron Aktivasyon Analizi Işınlamalarında Problemler ve Hatalar [17]

Amerikan Ulusal Teknoloji ve Standartlar Enstitüsü'nde (NIST'te) iz elementleri referans maddelerinin sınıflandırılmasında nötron aktivasyon analizinin analitik tekniği, ana önemli metod olarak kullanılmaya devam etmektedir. Bu teknik gerçekte bu konuda çalışan dünyanın bütün diğer laboratuvarları için de geçerlidir. Bu esas olarak tekniğin yüksek duyarlılık, mükemmel seçicilik, çok element kullanabilme özelliği ve tahribatsız metotla birçok elementi analiz edebilme yeteneğine sahip olabilmesiyle yakından ilgilidir. Tekniğin çok yararlı olması ikinci nedeni; gereğinden fazla kalite güvencesi yeteneğine sahip bir yöntem olması, hatta düşük element konsantrasyonu olması halinde bile, yüksek doğruluğun temin edilebilmesidir. NIST'te nükleer metodlar grubu; NAA tekniğinin hem instrumental (INAA), hem de radyokimyasal (RNAA) potansiyel problemlerinin ve hatalarının tanımlanması ve hesaplanması konusunu; her bakımdan; yıllardır çalışmaktadır. NAA kullanılarak yapılan iz analizi yönteminde en doğru ve hassas sonuçlara ulaşabilmek için, analitik işlemlerin bütün durumları ve bu durumların elde edilecek sonuca etkisi göz önüne alınarak değerlendirmeler yapılmaktadır.

NAA teknikleri beş ayrı fonksiyonel alana ayrılabilir :

- 1- Örneklem ve örneğin ele alınması ,
- 2- Işınlama ,
- 3- Eğer kullanılırsa radyokimyasal ayırıştırma ,
- 4- Dedeksiyon ve sayma ,
- 5- Verileri indirgeme ve hesaplama.

Işınlama Parametreleri:

NAA analistleri için ışınlama düzeneklerini kullanırken, esas olarak beş tane ışınlama parametresi vardır. Bunlar;

- 1- Nötron enerjileri ,
- 2- Işınlama hacmi üzerindeki nötron akısı yoğunluğunun değişimleri ,
- 3- Işınlama süreleri, ışınlama aralıkları sürelerinin üzerinde nötron etki oranlarının zamanın bir fonksiyonu olması ,

4- Işınlanan örneklerde oluşan ısı enerjisi ,

5- Işınlanan cismin konulduğu kaptaki basınç .

İlk üç özellik radyoaktivitenin ışınlanan maddede neden olduğu etkiler ve ortaya çıkan değerlerle ilgilidir. Dördüncü ve beşinci maddeler ise daha çok güvenlik açısından önemli olup, herhangi bir yerde bulunabilecek değerler ile ilgili bilgi içindir.

Nötron Enerjileri:

Nötron enerji dağılımı birçok nedene, örneğin kontrol çubuğunun konumuna, reaktör kalbinin yüklenmesine, yakıt elemanlarının tüketimine vb. göre değişim gösterir. Bunlar hızlı-yavaş (veya epitermal-termal) nötron oranlarını değiştirir. Eğer analiz ve nötron enerjisi uygun olarak ayarlanmışsa (monitörize edilmişse), bu tür değişimler sorunlara neden olmaz. Örneğin ışınlamadan önce Cd plaka eşik enerjili kaplama olarak kullanılırsa, yapılan seri ışınlamalarda birçok kez epitermal nötron akısının dağılımının değişmediği varsayılır. Birçok durumda eğer bir hızlı nötron monitörü kullanılırsa termal ve epitermal nötron etkilerinin değişmezliği korunacaktır. Bu konuda çarpıcı bir örnek, Donald A. Becker'in NIST'te demir plakaları kullanarak, yıllarca hem termal (Fe-59) kullanarak, hem de hızlı nötronları (Mn-54) kullanarak incelemelerini yapmış olmasıdır.

Nötron Akı Yoğunluğu Değişimleri:

Işınlanan hacim üzerindeki nötron akısı yoğunluğunun değişimleri, aktivasyon analistleri için mümkün olan hata kaynaklarının en önemlilerinden biri olarak kalmaktadır. Birçok reaktör ışınlama tertibatı açısından sınıflandırılmıştır. Bu bakımdan deneysel çalışan uzmanlar, yakıt çevriminin zamanı, kontrol çubuklarının hareketlerinden dolayı oluşacak geometrik (konfigüratif) değişimlerde yaptıkları ışınlama ve incelemelerde nötron akısının dağılımını dikkatlice ölçmelidirler. Yine Becker örnekten örneğe ışınlama düzeneğindeki uygun olmayan nötron dağılımından dolayı, % 20 den daha fazla değişimlerin olduğunu, birçok laboratuvarından aldığı analitik sonuçlarda görmüştür. Ele alınan örneğin farklı bölümlerinde değişik ışınlama seviyeleri yüzünden nötron yoğunluğu değişimi oluşmaktadır. Analist bu değişimin neden olduğu ikincil bir etkiyi de hesaba katmalıdır. Dedektöre yakın olan örneklerden

alınan sayımlar da saymanın geometrisinden dolayı ek bir hatanın gelmesine neden olur.

Nötron Akı Oranları:

Nötron akı oranlarının zamanın fonksiyonu olarak ele alınması, belki de en önemli konulardan biridir. Bu konu, yüksek doğruluk ve duyarlılık istendiğinde daha da önem kazanır. NIST'te orta ve kısa yarı ömürlü aktivasyon ürünlerinin sınıflandırılması ile standart referans malzemeleri (SRM) çalışmaları yapılmıştır. Diğer yandan NAA ışınlama düzeneklerinin nötron karakteristiklerinin ayrıntılı olarak anlaşılması; baştan başa analitik işlemin anlaşılmasının çok önemli bir bölümüdür.

A.3. Nötron Aktivasyon Analizinde Başlıca Standartlar

A.3.1. Nükleer Analitik Kimyada Standartların Kullanımı [18]

Oak Ridge Ulusal Laboratuvarı'nda (ORNL'de), nükleer analitik kimyada standartların; ampirik bilimlerin biraraya getirilmesindeki önemi çok uzun zamandan beri bilinmektedir.

Nükleer programın ilk gününden beri radyoaktif elemanların bozunum şemaları ve yarı ömürleri, standart oluşturmak için kullanılmıştır. Standartların en ilgi çekici kullanımı ay toprağının analizinin yapıldığı Apollo programıdır.

ORNL'de daha önce kullanılan standartlara göz atıldığında, çok elementli NAA çalışmalarında saf Ge γ -dedektörü kullanılarak, karşılaştırma yapıldığı görülür. 1960'larda dedektör olarak NaI(Tl) dedektörü kullanılmıştır. ORNL'de daha çok karşılaştırmalı çalışmalar yapılmıştır. Toprak analizleri çalışmaların büyük bir bölümünü kapsar. Kalibrasyon standartları yüksek saflıkta elementleri içeren maddelerden hazırlanmıştır. Standart oluşturmak için kullanılan eriyiklerin bazıları ORNL'de hazırlanmıştır. Büyük bölümü ise Amerikan Ulusal Teknoloji ve Standartlar Enstitüsü (NIST) tarafından kaliteleri onaylanmış olan satıcılardan satın alınır. Eriyikler; küçük şişelere doldurulan standartlar, tam sayıya bölünebilir biçimde

(örneğin 100 µl, 300 µl) olarak hazırlanmışlardır. Hazırlanan bu maddeler çalışma örneğine eklenir, ışınlama kabından alınan örneklerin sayımı sonucu oluşan fotopikler ve altındaki alanlar hata oranları düşük olacak şekilde olmaları nedeniyle kolaylıkla ölçülerek elementlerin nicelikleri hakkında bilgi edinilebilir. Örneğin bir çalışma örneği kısa yarı ömürlü radyoaktif çekirdekler içeren, kısa yarı ömürlü çekirdekler üreten Al ve Mn gibi elementlerin ölçümünde ışınlama standartı hazırlamada kullanılabilir. Başka bir çalışma örneği ise orta ve uzun yarı ömürlü radyoaktif çekirdekler veren elementler içerebilir. Standartları orta ve uzun yarı ömürlü çekirdekleri veren elementlerin ölçümü açısından ayırmak yararlı olur. Buna rağmen, bazı örneklerde fotopiklerin giriştiği görülmüştür; bu durumlarda girişim düzeltilmelidir.

1960'lı yıllarda çok elementli analizler NaI(Tl) dedektörüyle gerek ORNL'de gerekse bütün dünyada mümkündü. Ancak kaliteyi değerlendirme çalışmaları beraberinde zor problemler getiriyordu. O dönemde yaklaşım; basit element standart gruplarının ışınlanması ve alınan γ -spektrumuyla, örneklerin spektrum analizleri biçimindeydi. Alınan karmaşık spektrum örnek karışımında bulunan en muhtemel elementi belirlemek için en küçük kareler yöntemi ile tek element spektrumuna uydurulurdu. HPGe dedektöründen alınan spektrumdan, farklı spektrumların hangi elementleri içerdiklerinin kesinlikle ve tam olarak belirlenmesinin mümkün olmadığı, matematik zorluktan dolayı anlaşılmıştır. Bu sorun nitelik belirlenmesini çok büyük oranda etkilemekte ve HPGe spektroskopisinin karşı karşıya olduğu sorunların da çözümüne katkıda bulunmuştur. Compton spektral dağılımı, geri saçılma ve diğer nedenler, HPGe dedektörünün çok yüksek ayırmalı olması sonucu γ -spektrumu fotopik ölçümlerinin sorunsuz olmadığı görülmüştür.

A.3.2. Aktivasyon Analizinde Başlıca Standartlar [19]

D.A.Becker yayımladığı bir makalede NAA yönteminde yüksek doğruluğun elde edilmesi için standartların kullanılmasının önemini vurgulamıştır. Bunu birincil veya asıl standartlar, ikincil standartlar, referans malzemesi, onaylanmış referans malzemesi, standart referans malzemesi (SRM), kalite garantisi, kalite kontrolü, kalite onayı, kontrol malzemesi tanımlamaları izledi. Kabul edilebilir ölçüde asıl standart;

tanım olarak; spesifik limitler içinde değeri sorunsuz kabul edilebilen ve kullanıldığında diğer bir maddenin ilgili özelliğini saptamaya yarayan malzeme veya maddedir. Uluslararası Saf ve Uygulamalı Kimya Birliği (IUPAC), asıl standart saflığının % (100 $\pm$ 0,02) olmasını şart koşmuştur.

NIST'te gerçekleştirilen standart referans maddeleri (SRM) çok sayıdadır ve birçok amaca hizmet etmektedirler. Birkaç örnek; yüksek saflıkta çinko metal (SRM 83d), kalsiyum karbonat (SRM 915), galyum (SRM 1968) şeklinde verilebilir.

Son zamanlarda gerek laboratuvarların, gerekse kullanıcıların istekleri doğrultusunda kalite referansları kullanılmaktadır. Referanslar gerek tek, gerekse çok elementli standartlar halinde sınıflandırılmışlardır. Spektrometrik eriyik standartlar da mevcuttur. Tek elementli maddeler SRM 3101'den 3169'a; çok elementli eriyikler SRM 3171, 3172 ve 3174; iyonik eriyikler SRM 3181'den 3186'ya kadar numaralandırılmışlardır.

A.4. Öğretim Aracı olarak Dünya Üniversitelerinde NAA

A.4.1. Washington Eyalet Üniversitesi'nde NAA [20]

NAA 1969 yılından beri biyolojik, veterinerlik, tarımsal bilimlerde, fiziksel ve yer araştırmalarında önemli rol oynamıştır. Washington State Üniversitesi'nde araştırma programları 1 MW TRIGA Mark-III tipi reaktör ile desteklenmiştir. Laboratuvarlarında γ ışını spektrometresi, radyokimya ve düşük enerji düzeyi sayım çalışmaları yapılabilmektedir.

Cihazlar ve düzenekler ve her türlü olanak hem araştırmayı, hem de öğretim laboratuvarlarını desteklemektedir. Burada radyasyon merkezinde bulunan cihaz ve düzenekler üniversite ölçeğinde danışmanlık veren kuruluş tarafından idare edilir. Bu danışmanlık yapısı NAA'nın üniversite bünyesindeki fakülteler tarafından, tekniğin etkin olarak yararlanılmasını olanaklı kılmaktadır. Fakülteler aşağıda verilen dallarda çalışma imkanlarına sahiptir.

Fakülteler	Bölümleri
Bilimler ve Sanatlar	Antropoloji, Biyokimya, Botanik, Kimya Genetik, Jeoloji, Fizik, Zooloji
Eczacılık	Eczacılık
Tıbbi Veterinerlik	Hayvan Bilimleri, Entomoloji (böcek bilimleri),
Zirai Bilimler	Gıda, Ev Ekonomisi (tarla ve bahçe bilimi), Doğal kaynaklar ve Toprak Bilimleri
Mühendislik	İnşaat, Çevre ve Mekanik v.s.

İki kredili ders konarak, mezuniyet aşamasındaki öğrencilerin teorik ve pratik yetiştiklikleri güçlendirilmek istenmiştir. Böylece doktora yönelik çalışanlar da desteklenmiş olmaktadır. Çalışmalar kimya bölümü ve nükleer radyasyon merkezinin işbirliği ile yürütülmektedir. Kurs haftada bir saati teorik uygulama ve NAA'nın temellerini öğretmeye yönelik olarak dört saat laboratuvar uygulaması şeklindedir.

Laboratuvar çalışmaları ve aletlerin öğretilmesi, altı ve sekiz haftalık periyotlar şeklinde uygulanmaktadır. Bu çalışmalarda radyasyon dedeksiyonunu gösteren egzersizler, gamma ışını spektrometresi, ölçme istatistiği, nükleer reaksiyonlar, aktivasyon işlemleri, (n, γ) , (n, p) , (n, f) reaksiyonları ile bir dakikanın altında yarı ömürlü radyonüklitlerin kullanılmalarının öğretilmesini kapsamaktadır. Laboratuvar çalışmalarının en önemli kısmı, yarıyılın son yarısında öğrencilerin ilgi ve isteklerine yönelik NAA ile ilgili bir araştırma yazısı istenmesidir. Bu laboratuvar da tetkik edilir ve çalışılır. Çalışmalar dönem sonunda makale halinde getirilerek tez halinde sunulur. Şimdiye kadar yapılan çalışmaların sonucunun çok başarılı olduğu tespit edilmiştir. Öğrencilerin % 30'dan fazlasının çalışmalarına daha sonra bu alanda devam etmek istedikleri görülmüştür.

A.4.2. M. I. T. Nükleer Reaktör Laboratuvarı'nın Lise Öğretim Programı [21]

New England bölgesi M.I.T. Nükleer Laboratuvarı'nın akademik personeli, aileleri ve lise öğrencilerine yönelik gece seminerleri düzenlemektedirler. Seminerlerde aşağıdaki listede verileceği gibi genel bilginin yanısıra nükleer teknoloji, nükleer tıp, nükleer kimya, radyasyon fiziği konuları ve çevre ile ilgili araştırmalar yapılmaktadır. Bu programların sonucunda bilim öğretmenlerinin nükleer teknolojiye bakış açılarının değiştiğinin görülmesi ilginç olmuştur.

Seminer Programı :

1. Kısa reaktör turu ve M.I.T. reaktöründeki çalışma ve araştırma projelerine göz atma;
2. İyonlaştırıcı radyasyon ve insana etkisi;
 - a. Doğal ve yapay iyonlaştırıcı radyasyonunun doğası ve sınıflandırılması,
 - b. Radyasyondan korunma teknikleri ve programları,
 - c. Radyoaktif ve radyoaktivite içeren maddelerin taşınımı, ambalajı ve pazarlanması,
 - d. Radon'un tehlikeleri ve kontrolü,
 - e. Yiyecek ışınlaması.
3. Nükleer Tıp;
 - a. Kötü huylu beyin tümörlerinin boron nötron terapisi yöntemiyle iyileştirilmesi,
 - b. İlaç bilimi için radyoizotop üretimi,
 - c. Tümörler için diagnostik imaj tekniği,
 - d. Romatoid artrit'in radyasyon sinovektomi ile tedavisi.
4. Çevre Araştırmaları;
 - a. Çevreden alınan ve nötronlarla aktif hale getirilmiş bir örneğin gamma ışıını spektrometresi ile dedekte edilerek nadir toprak elementleri hakkında bilgi edinilmesi.
 - b. Konular; Tarihsel iklim değişiklikleri, asit yağmurları ve dinazorların yok olması teorileri vs.

Instrumental NAA, esas olarak kısa bir teorik bilgiyi izleyen iki laboratuvar deneyine dayanır. Seminere katılanlara gösterilen bir örnek, pnömatik tavşan sistemi kullanılarak kısa süre ışınlanan bir maddenin analizidir. Sonra yapılan sayımda örnek matrisinde oluşan elementler, katılanlar tarafından izotoplara özgü karakteristik gamma ışınları tespit edilerek belirlenir. Bu çalışmalar katılanları aktivitelerinden dolayı memnun etmektedir ve daha önceleri onlara müphem görünen kavramları öğretmektedir. Bu kavramlar nükleer gücün yararları ve günlük hayatta kullanımı, nükleer reaksiyonların sebepleri, nükleer reaktörlerde radyoaktif izotop üretimi, nadir toprak elementleri ve onların biyolojik, jeolojik ve çevre araştırmalarındaki önemi, dedeksiyon limitleri, spesifik analitik metodoloji, kalite kontrolü ve kalite garantisi için bilimsel veri toplama ve analitik bir metod elde edilmesi, yarı ömürler, bozunma sabitleri ve gamma ışınları spektroskopisi vs. gibi kavramlar hakkında etraflı bilgi verilmektedir.

A.4.3. Dalhousie Üniversitesi'nde NAA ile Kimya Öğretimi [22]

Dalhousie Üniversitesi'ndeki Slowpoke-2 Reaktörü (DUSR) 1976 Temmuz'undan beri birçok öğretim programına değerli katkılarda bulunmuştur. Bu tip reaktörlerin tasarımındaki amaç üniversitelerinin öğretim ve araştırma programlarına, hastanelere, araştırma merkezlerine vb. hizmet etmektir. DUSR kurulduğundan beri Kimya Bölümü'nün Analitik Kimya'ya bağlı bir iz analizi araştırma merkezine bağlı olarak çalışmaktadır.

DUSR'deki öğretim programı, çok farklı seviyelerde ve dallarda devam etmektedir. Hatta öğrenciler üniversiteye başlamadan önce oluşturulan programa katılabilmektedir. Bu programda öğrenciler DUSR' nin tanıtım gezisinden sonra bir küçük programa alınırlar, ardından daha önce ışınlanmış bir örneğin sayımı ve soru cevap ile devam edilir. Kurs sonunda öğrencilerin en çok ilgilendikleri konuların yapay ve doğal radyoaktivite, hava ve çevre kirlenmeleri, kirlilik yapan elementlerin belirlenmesi konuları oldukları tespit edilmiştir. Lisans öğrencilerine birinci yıl bir saatlik ileri kimya adı altında bir program uygulanır. Bu programda, iz elementlerinin

bulunması için önce sayımın yapılması, sonra da oluşturulan fotopiklerle elementin veya miktarının belirlenmesi, ya da bir süzgeç yardımıyla alınan hava ve su örneklerindeki değişim günden güne incelenerek NAA uygulamaları benimsetilir.

İkinci sınıf öğrencilerinin hepsi analitik teknikler dersini almaktadırlar. İki-üç konferanstan sonra, öğrencilerin laboratuvar çalışmalarında kendi saç örneklerinin, INAA kullanılarak uygulama ve ölçmeleri sağlanmaktadır. Bu örnek sayımının geometrisi ayrıca ortaya konulur. DUSR'de üretilen I-128 ve izleyen bozunum yasaları 25 dakikadan az olan yarı ömürle I-128'i önlisans öğrencileri için ideal hale getirmektedir. İleri analitik teknikler ise 3. yılda öğretilir. Daha da ayrıntılı program ise 4. yılda uygulanır. Bu derslerde öğrencilere çok elementli bir materyal verilerek X-ray floresans ve NAA kullanarak analiz etmeleri istenir. Sonuç olarak öğrenciler dedekte ettikleri elementleri, duyarlılıkları ve doğruluk derecelerine göre sınıflandırır.

A.4.4. Eğitim Aracı Olarak Illinois Üniversitesi'nde NAA [23]

Kimyasal elementlerin iz miktarlarının, mühendislikte ve mimarlıkta oldukça geniş ve önemli bir yeri vardır. Son yıllardaki önlisans mühendislik öğreniminde geleneksel olanın dışında yeni eğitim alanları ortaya çıkmıştır. Ama yine de nükleer mühendislikte fisyon ve füzyon konularını takiben, sağlık fiziği dersleri, tıbbi fizik, biyomühendislik ve radyoaktif atıkların idaresi dersleri vardır.

Diğer bölümlerin öğrencileri de nükleer teknolojiyi öğrenmek için nükleer mühendisliğe giriş derslerine katılabilmektedir.

Önlisans öğreniminde; sağlık fiziği derslerinde ikinci sınıf öğrencilerine sağlık fiziği ve ayrı laboratuvar dersi uygulanıyor. NAA laboratuvarında ise radyasyonu zırlama, radyasyonu dedekte etme ve spektrometrisi, aktivasyon analizi ile iki deney öngörülüyor.

Kimyaya yeni başlayanlar için nükleer kimyanın temelleri ile ilgili dersler ve konferanslar veriliyor. Radyasyon Ölçme ve Dedeksiyon Laboratuvarı'nda ise çok ayrıntılı nükleer teçhizat, dedeksiyon ve sayma istatistiği, yarı ilekten spektrometrisi,

zırhlama ve nötron tesir kesitleri ele alınıyor. Nükleer analitik metodlarda ise teorik ve pratik uygulamalar için geliştirilen son metodlar ve metodlar hakkında bilgi edindirmenin yanısıra, X ışını floresan tekniği ve yüklü parçacıkların öğretilmesi amaçlanmıştır. Bu kurs nükleer mühendisler içindir ve diğer bölümlerden öğrenciler de katılabilmektedir. Illinois Üniversitesi'nin diğer bölümler için sunduğu laboratuvar imkanlarından sivil mühendislik, tıbbi veterinerlik, hatta dışarıdan Principia Koleji'nden ve Doğu Illinois Üniversitesi'nin kimya bölümlerinden öğrenciler yararlanabiliyorlar. Ayrıca öğrencilerin doktora sonrası çalışmalarına yönelik çok yaygın bir servis ağı vardır. Bu servis Western Ontario'nun jeolojisi, Illinois Üniversitesinin Cihacago'daki Halk Sağlığı Okulu, Rutgers Üniversitesinin kimya mühendisliği, New Jersey Üniversitesinin tıp ve dişçilik bölümü ile Clarkson Üniversitesinin kimya bölümüne yönelik hizmetleri doktora sonrası için de sunmaktadır. Uluslararası işbirliği için son yıllarda Uluslararası Atom Enerjisi Ajansı ile Argonne Laboratuvarı birlikte nükleer analitik tekniklerde, hava kirliliği ile ilgili uygulamaları amaçlayan 5 haftalık bir çalışma planlamışlardır. Gelişmekte olan ülkelere de X-ışını floresans, proton teşvikli X-ışını emisyonu yöntemi ile ilgili, teorik ve pratik görüşler aktarılmaktadır. Sonuç olarak; gerek üniversitelerin kendi bünyelerindeki önlisans ve lisans öğrencilerine, gerekse gelişmekte olan ülkelere araştırmacılara olanaklar ve eğitim sunulmaktadır. Gelecek yıllarda da NAA çok önemli bir eğitim aracı olarak önemini koruyacaktır

A.4.5. UCI (University of California at Irvine) Analitik Kimya'da NAA Öğretimi [24]

Analitik kimyada NAA öğretimi önlisansta okutulan kimya derslerinde verilmesinin yanısıra 1968 den beri radyokimya ve aktivasyon analizi ile ilgili deneysel çalışmalarda da verilmektedir. 1969 yılında ise normal halde 250 kW, darbeli çalışma durumunda ise 1000 MW lik TRIGA reaktörü kurulmuştur. Bu reaktör esas aktivasyon kaynağı olmuştur. Bunun yanısıra öğrenciler 14 MeV lik nötron Üreteci ve küçük (1 mCi)'lik bir Cf-252 kaynakla deneyler yapabiliyorlar. Yapılan en önemli deneylerden biri şu şekildedir. Öğrencilere genellikle bilinmeyen bir malzeme (bazen

de pahalı olmayan bir referans malzeme) verilir ve basit bir iz elementinin konsantrasyon düzeyini iki veya üç metodla belirlemeleri istenir. Bunlar INAA dan farklı olarak atomik absorpsiyon, polarografi, sepektrografi teknikleridir. Öğrencilere gerekli informasyonla birlikte bileşimi bilinmeyen örnekler verilmiş, bunun yanı sıra farklı metodlarda ölçülen dedeksiyon limitleri de verilmiştir. Öğrenciler verilen malzemeyi belirlemede bir hayli zorlanırken her üç metodu kullanmışlar fakat instumental nötron aktivasyon analizi metodunun en doğru metod olarak verilen limitler içinde kaldığı görülmüştür. Radyoizotop teknikleri dersinde aktivasyon analizi ağırlıklı olarak kullanılır. Derslerin yarısı da laboratuvarda geçer. Bu çalışmalardan bazıları şu şekildedir.

1. Karışık yarı ömürlü örneklerin beta sayımıyla belirlenmesi; Cf-252 kaynağı kullanılarak aktive edilen gümüş plakalardan Ag-108 ve Ag-108m eldesi yada standardize edilmiş beta kaynaklarından elde edilen sayım oranlarının karşılaştırılmasıyla, aktive edilmiş alaşımlardan, Al-28 ve Mg-27 kullanılarak nötron akı değerlerinin hesaplanması gibi çalışmalar mevcuttur.

2. Standart basit-element ayrışım metodu kullanarak, çay yapraklarından INAA ile Manganez oranının belirlenmesi.

3. Radyokimyasal ayrışım kullanarak, pirinçten çökeltilmiş bakırı belirleme. Pirinç, okside edilerek çözülür ve katalizör eklenir. Bakır dietilkükürt karbonat ("diethyldithiocarbonate") kompleksi olarak çökeltir. Bakır iyi bir NaI veya germanyum dedektörü kullanılarak belirlenebilir.

4. NAA kullanarak sulandırılmış izotop hazırlanır. F-18, Li-6 ve zenginleştirilmiş lityumkarbonatın, rektörde diş macunuyla karıştırılıp ısıtılmasıyla elde edilir. Aktivite Ge veya iyi bir NaI dedektörüyle ölçülür.

5. INAA kullanarak, 14 MeV enerjide $P-31(n,\alpha)Al-28$ reaksiyonuyla motor yağındaki fosforun belirlenmesi.

6. Sonuç deneyinde ise, öğrencilerden INAA kullanarak, karmaşık bir örnek malzemede bir veya iki elementi bulmaları plan ve metodlarıyla istenir.

Sonuçta deneysel çalışmalar öğrenciler tarafından büyük beğeni toplamıştır. Onlar aktivasyon analizinin aletli çalışma biçimini benimseyip, daha sonra kendilerine sunulan radyokimyasal metodlara hazır hale gelmektedirler. Eğer kısa yarı ömürlü

çekirdeklerle çalışmak amaçlanıyorsa ise laboratuvar çalışması nispeten daha kısa zaman diliminde bitirilebilir. Tehlikeli atıkların saklanması ve tehlikelerin minimize edilmesini sağlayan deneyler gerçekleştirmek de mümkündür. Ayrıca metod analitik kimya için oldukça iyi bir öğretim aracıdır. Aktivasyon analizi deneylerinde iyi planlama - ön hazırlık, dikkatli örnek hazırlama, alet kalibrasyon metodu, örneğin uygun - taşınması - kullanımı ve karşılaştırmalı ölçümleri, analizleri ve değerlendirilmesi deneyler boyunca öğretilir.

A.4.6. Pennsylvania Eyalet Üniversitesi'nde NAA [25]

1950 yılının ortalarından beri Amerika Birleşik Devletleri'nin en eski lisanslı reaktörünün bulunduğu Pennsylvania Eyalet Üniversitesi radyoizotop üretimi ve NAA konusunda üniversite personeline sayısız hizmetlerde bulunmuştur. Daha sonraları uluslararası çalışma yapılacak şekilde bazı planlar yapılmıştır. 1967 yılından beri lisans öğrencileri için genellikle NAA'nın temelleri ve radyasyon dedeksiyonu, gamma ışını spektroskopisi hakkında bilgi verilerek çalışmalar-oturumlar yapılır. Bu çalışmaları NAA tekniklerinin gösterildiği bir iki ders izler. Ayrıca öğrencilerin kendileri örnek analizi yapabilirler. Sınıflarındaki derslerde ise 10 yıldan daha fazla bir süredir radyonükleer uygulamalar hakkında bilgi veriliyor. Bu çalışmaların en önemli kısmında, öğrencilerin kullandığı örneklerde radyoaktif maddeler ve iyonlaştırıcı radyasyonu kullanarak, mesela musluk suyundan sodyum, klor ve kalsiyum bileşikleri belirlenmektedir. 1984 yılından sonra Radyasyon Dedeksiyonu ve Ölçümü , Nükleer Reaktör Fiziği dersleri konmuştur. Her iki derste de aktivasyon analizi deneyleri olmamasına rağmen, radyasyon dedeksiyonu ve ölçümü dersinin öğrencileri, (gama ışını dedeksiyonu deneylerini) NaI (TI) dedektörü, tek ve çift kanallı analizörler kullanarak yaparlar.

Öğrenciler ayrıca, yüzey bariyer dedektörü kullanarak yüklü parçacık spektrum analizi yapabiliyorlar. Nükleer reaktör fiziği dersinde ise indyium plakaları reaktörün üç farklı alt kiritik durumunda aktive edilir. Sonra da çok çeşitli pozisyonlarda gaz akımlı orantılı sayaç kullanarak nötron akı düzeyleri (reaktör içinde) belirleniyor. Lise öğretmenlerine yönelik 4 haftalık eğitim programları

1970'den başlayarak Nükleer Kavramlar Enstitüsü'nde uygulanmaktadır. Bu daha sonra gelenekselleştirilerek her yaz uygulanmaktadır. İlk iki gün öğretmenlere radyasyon uygulamaları ve radyoaktif malzemeler hakkında bilgi veriliyor. En önemli konulardan biri de aktivasyon analizidir. Öğretmenler gümüşün NAA analizini kullanarak deneyler yapabilmektedirler. Bu deneyde öğretmenler bir nötron kaynağı kullanarak plakaları aktive ederler. NaI (TI) dedektörü kullanarak gümüşün farklı izotoplarını dedekte ederler.

Gelecek ile ilgili planların başında önlisans çalışmalarının yapılması için çok yüksek ayırmalı germanyum dedektörlerinin satın alınması ve kurulmasıdır. Enerji Bakanlığı'nın Radyasyon Bilimleri ve Mühendislik Merkezi, Pennsylvania Üniversitesi'ne çok kanallı analizörler ve germanyum dedektörleri alınmasına izin vermiştir. Bu donanım, öğrencilerin az sayıda olmaları nedeniyle, gerek nükleer reaktör fiziği gerekse radyasyon dedeksiyonu ve ölçme dersleri için, yeterince uygulama yapılabilmesini mümkün kılmaktadır.

T E Ş E K K Ü R

Bana bu çalışmayı yaptıran, her türlü sorunla ilgilenip, cömertçe yardımlarını esirgemeyen, tezin hazırlanmasında engin sabır ve hoşgörülerine mazhar olduğum Sayın Hocam Doç. Dr. Erdinç EDGÜ Bey'e;

Örneklerin sayımında ve laboratuvar donanımının uygun hale getirilmesinde çok fazla zamanını ve büyük emeklerini esirgemeyen Sayın Hocam Prof. Dr. Melih GEÇKİNLİ Bey'e;

Yine çalışmamızın deneysel bölümünde desteklerini esirgemeyen Sayın Hocam Prof. Dr. Şarman GENÇAY Bey'e;

Örnek ve standartların hazırlanmasında ve analizinde yardımcı olmanın ötesinde, umutsuzluğa kapıldığım anlarda bile çözüm bulmak, yardımcı olmak için çırpınıp, ısrarla destek veren Sayın Dr. Sevilay HACİYAKUPOĞLU Hanımefendi'ye;

Örnek ve standartların ısınlaması ve sonrasında radyasyon güvenliğini sağlayan, bununla da yetinmeyip, radyoaktif maddelerin taşınması ve sayıma hazır bir duruma getirilmesi işiyle bizzat ilgilenen Sağlık Fiziği Uzmanımız Sayın Şecaattin YENER Bey'e;

Reaktörün çalıştırılması, örnek ve standartların ısınlamasında emeği geçen Fizikçi Operatör Sayın Mehmet GENCELİ Bey'e bütün içtenliğimle teşekkür ederim.

Ö Z G E Ç M İ Ş

1969 yılında Tunceli’de doğmuştur.

1987 yılında İstanbul Davutpaşa Lisesi’ni bitirmiştir.

1991 yılında İstanbul Üniversitesi Fen Fakültesi Astronomi Bölümü’nü bitirmiştir.

1993 yılında İstanbul Teknik Üniversitesi Nükleer Enerji Enstitüsü’nde yüksek lisans eğitimine başlamıştır.

T.C. YATIRIM MENKUL DEĞERLER A.Ş. KURULU