

**DOĐAL KUVARSLARIN YASAK ENERJİ
ARALIĐINDA BULUNAN YEREL ENERJİ
SEVİYELERİNİN İSİSAL UYARILMAYLA İŐİMA
YÖNTEMİ KULLANILARAK ÇALIŐILMASI**

İLBİLGE ÖZSU

**MERSİN ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**FİZİK
ANA BİLİM DALI**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**MERSİN
MART-2009**

**DOĐAL KUVARSLARIN YASAK ENERJİ ARALIĐINDA
BULUNAN YEREL ENERJİ SEVİYELEİNİN İSİSAL
UYARILMAYLA İŐİMA YÖNTEMİ KULLANILARAK
ÇALIŐILMASI**

İLBİLGE ÖZSU

**Mersin Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü**

**Fizik
Ana Bilim Dalı**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

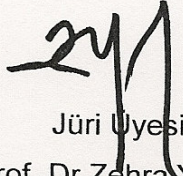
**Tez Danışmanı
Doç. Dr. Kasım KURT**

**MERSİN
MART-2009**

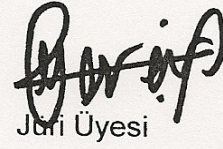
Bu tezin gerek bilimsel içerik, gerekse elde edilen sonuçlar açısından tüm gerekleri sağladığı kanaatine ulaşan ve aşağıda imzaları bulunan biz jüri üyeleri, sunulan tezi oy birliği ile Yüksek Lisans Tezi olarak kabul ediyoruz.



Doç. Dr. Kasım KURT



Prof. Dr. Zehra YEĞİNGİL



Yard. Doç. Dr. Zeki YARAR

Bu tezin Fen Bilimleri Enstitüsü yazım kurallarına uygun olarak yazıldığı Enstitü Yönetim Kurulu' nun/...../..... tarih ve/..... sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Prof. Dr. Mahir Turhan

Enstitü Müdürü

Not: Bu tezde kullanılan özgün bilgiler, şekil, çizelge ve fotoğraflardan kaynak göstermeden alıntı yapmak 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunu Hükümlerine tabidir.

ÖZ

Bu çalışmanın amacı; doğal kuvars kumunun tuzak parametrelerini termolüminesans (TL) yöntemi kullanarak belirlemektir. Doğal kuvars kumunun termolüminesans parametreleri olan E aktivasyon enerjisi, s frekans faktörü ve b kinetik mertebeye niceliklerini elde etmek için Çeşitli Isıtma Hızlarına Dayalı Olan Analiz Metodu (VHR) ve Pik Şekli Metodu kullanılmıştır. Bu metodlar T_M - T_{STOP} ve ışıldama eğrisi ayrıştırma(GCD) yöntemleri ile desteklenmiştir. Aynı zamanda, değişen doz miktarı, tavlama işlemi ve farklı ısıtma hızlarının ışıldama eğrisi üzerine olan etkileri de araştırılmıştır.

Deneyle sırasında elde edilen tüm ışıldama eğrileri 50°C ile 400°C arasında alınmıştır ve maddeyi uyararak için X- Işınları kullanılmıştır. T_M - T_{STOP} metoduna göre, bu çalışmada kullanılan doğal kuvars kumunun ışıldama eğrisinin 98°C , 190°C , 276°C ve 368°C ' de dört izole pikten oluştuğu anlaşılmıştır. Laboratuarda kurulmuş olan TL sistemi 350°C ' den sonra gözlemlenen pikin analizine olanak vermediğinden diğer üç pikin kinetik parametreleri incelenmiştir. Buna göre ilk pikin E aktivasyon enerji değeri $0,89$ eV olup diğer piklerin enerji değerleri sırasıyla $1,91$ eV ve $1,39$ eV olarak hesaplanmıştır.

Bunların dışında doğal kuvars kumunun dalgaboyu spektrumu hakkında bilgi edinmek için Optiksel Soğurma deneyleri yapılmıştır. Elde edilen soğurma eğrisi doğal kuvars mineralinin 550 nm dalga boyunda kararlı olduğunu göstermektedir.

Anahtar kelimeler: Termolüminesans, Kuvars, Optiksel Soğurma, tuzak parametresi.

ABSTRACT

The aim of this study is determining trap parameters of natural quartz sand mineral using thermoluminescence method. Various Heating Rates (VHR) and Peak Shape Methods have been used to obtain E activation energy, s frequency factor and b kinetic order which are thermoluminescent parameters of quantity of natural quartz mineral. These methods have been supported by T_M - T_{STOP} and Glow Curve Deconvolution (GCD) methods. Furthermore, the amount of changing dose, annealing treatment and the effects of various heating rates on glow curve have been investigated.

During the experiments, the whole of glow curves have been obtained between 50°C- 400°C and X- Rays used to stimulate material. According to T_M - T_{STOP} method, glow curve of natural quartz mineral used in this study has been understood to have formed of four isolated peaks at 98°C, 190°C, 276°C and 368°C. Because the thermoluminescence system set on laboratory doesn't permit to make analysis of observed peaks which exceeds over 350°C thus kinetic parameters of other three peaks have been investigated. So, E activation energy value of the first peak is 0,89 eV and energy values of the other peaks are 1,91 eV and 1,39 eV respectively.

Furthermore, to obtain information about wavelength spectrum of natural quartz mineral Optical Absorption experiments have been done. Obtained absorption curve has pointed out that natural quartz mineral determined at 550 nm.

Key words: Thermoluminescence, Quartz, Optical Absorption, trap parameter.

TEŞEKKÜR

Bu çalışmada deneyimlerimden yararlandığım danışmanım Doç. Dr. Kasım KURT' a ve çalışmamın her aşamasında varlığını yanımda hissettiğim, yardımlarını ve desteğini benden asla eksik etmeyen ikinci danışmanım Celal Bayar Üniversitesi öğretim üyesi Prof. Dr. Nurdoğan CAN' a can- ı gönülden teşekkür ederim. Ayrıca değerli bilgilerinden faydalandığım, güler yüzü ile sevgisini benden hiç esirgemeyen çok değerli hocam Mersin Üniversitesi Kimya Bölümü öğretim üyesi sayın Prof. Dr. Nevzat KÜLCÜ' ye teşekkürlerimi sunarım. Bu çalışma sayesinde tanışmaktan sevinç duyduğum, sorularıma yılmadan cevap veren Celal Bayar Üniversitesi Öğretim üyesi Yard. Doç. Dr. Rana Kibar ile mesai arkadaşı Yard. Doç. Dr. Ahmet Çetin' e ve bana bir öğretmenden ziyade bir abla gibi yaklaşan ve sıcak ilgisini her zaman kalbimde hissettiğim Arş. Gör. Arzu Türkler EGE' ye teşekkürü bir borç bilmekteyim. Çalışmam sırasında verdiği fikirler ve desteği ile bana yön veren Ege Üniversitesi Nükleer Bilimler Enstitüsü' nde görev yapmakta olan değerli arkadaşım Arş. Gör. Elçin Ekdal ve saygıdeğer hocam Doç. Dr. Turgay KARALI' ya çok çok teşekkür ederim. Benim için her şeyden önemli ve değerli canım ailemin desteği tüm tez süreci boyunca daima bana güç verdi. Bu nedenle derin bilimsel tecrübeleri ve sonsuz sevgilerini her zaman yanımda hissettiğim canım babacığım Ege Üniversitesi öğretim üyesi Yard.Doç.Dr. M. Soner ÖZSU ve canım anneciğim Öğr.Gör. Nuriye ÖZSU ile biricik kardeşim Özge ÖZSU' ya minnettarım.

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZ	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iii
İÇİNDEKİLER	iv
ŞEKİLLER DİZİNİ	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ	x
SİMGE VE KISALTMALAR DİZİNİ	xi
1. GİRİŞ	1
2. KAYNAK ARAŞTIRMASI	3
2.1. TERMOLÜMİNESANS KONUSUNDA YAPILAN İLK ÇALIŞMALAR	3
2.2. KUVARSA İLE İLGİLİ YAPILAN LÜMİNESANS ÇALIŞMALARI	4
3. MATERYAL ve METOT	17
3.1. ÖLÇÜM YÖNTEMLERİ	17
3.1.1. Termoluminesans Sistemi	17
3.1.2. Optiksel Soğurma Sistemi	19
3.1.3. X- Işını Ünitesi	21

3.1.4. Fırın	22
3. 2. DOĞAL KUVARS KRİSTALİ	23
3.2.1. Doğal Kuvars Mineralinin Genel Özellikleri	24
3.2.2. Kuvars Mineralinin Toplanması	26
3. 3. ÖRNEKLERİN HAZIRLANMASI	28
3. 4. LÜMİNESANS	29
3. 5. TERMOLÜMİNESANS	34
3. 6. KULLANILAN YÖNTEMLER	35
3.6.1. Basit Termolüminesans Yöntem	35
3.6.2. Birinci, İkinci ve Genel Mertebe TL Kinetikleri için Bağıntılar	36
3.6.3. Termolüminesans Analiz Metotları	39
3.6.3.1. Başlangıç Yükselme Metodu	39
3.6.3.2. Çeşitli Isıtma Hızlarına Dayalı Olan Analiz Metodu	45
3.6.3.3. Işıldama Eğrisinin Şekline Bağlı Olan Metot	47
3.6.3.4. Bilgisayarla Işıldama Eğrisi Ayrıştırma	51
4. BULGULAR ve TARTIŞMA	52
4.1. Termolüminesans Ölçümleri	53
4.1.1. Değişen Doz Miktarının Işıldama Eğrisi Üzerine Etkisi	54
4.1.2. Tavlama İşleminin Işıldama Eğrisi Üzerine Etkisi	55

4.1.3. Farklı Isıtma Hızlarının İşıldama Eğrisi Üzerine Etkisi	56
4.1.4. T_M - T_{STOP} Metodu	59
4.1.5. Pik Şekli Metodu	60
4.2. Optiksel Soğurma Ölçümleri	63
5. SONUÇLAR ve ÖNERİLER	65
KAYNAKLAR	67
ÖZGEÇMİŞ	74

ŞEKİLLER DİZİNİ

ŞEKİL		SAYFA
Şekil 3.1.	Celal Bayar Üniversitesi Lüminesans Araştırma Laboratuvarında bulunan bilgisayar sistemine bağlı Laboratory Reader-Analyser RA' 94 Termolüminesans Ölçüm Cihazı	18
Şekil 3.2.	Celal Bayar Üniversitesi Lüminesans Araştırma Laboratuvarında bulunan spektrofotometre	20
Şekil 3.3.	İki farklı örnek odasını da içeren Lambda 950 Spektrofotometresi	21
Şekil 3.4.	Işınlama için kullanılan X-Işını Tüpü	22
Şekil 3.5.	Celal Bayar Üniversitesi Lüminesans Araştırma Laboratuvarında bulunan X-Işını Tüpü kontrol ünitesi	22
Şekil 3.6.	Celal Bayar Üniversitesi Lüminesans Araştırma Laboratuvarında bulunan tavlama işlemi için kullanılan Protern marka boru tipi fırın	23
Şekil 3.7.	Doğal kuvars minerali	24
Şekil 3.8.	Doğada sık rastlanan kuvars çeşitlerinden ametist ve pembe kuvars	25
Şekil 3.9.	(a) Yüksek(α) kuvars, (b) Düşük(β) kuvars	25
Şekil 3.10.	Kuvarsın belli sıcaklıklardaki polimorfları	26
Şekil 3.11.	Kuvars örneklerin toplandığı sahanın genel görünümü verilmiştir	27
Şekil 3.12.	Kuvars yataklarının bulunduğu bölgenin yakından görünümü verilmiştir	27
Şekil 3.13.	Mersin iline ait harita. Numunenin toplandığı bölge haritanın ortasından geçen deltanın alt kısmında kalmaktadır	28
Şekil 3.14.	Numunenin toplandığı bölgenin harita üzerinde daha yakından gösterimi	28
Şekil 3.15.	Fosforesans ve floresans mekanizması	32
Şekil 3.16.	Kristal örgüdeki elektron geçişleri gösterilmektedir	33

Şekil 3.17.	TL olayı için basit 2 seviyeli model	35
Şekil 3.18.	Bir termolüminesans ışıldama eğrisinin başlangıç yükselme bölümü	40
Şekil 3.19.	Şekil 3. 6' nın başlangıç yükselme parçasına Başlangıç Yükselme tekniğinin uygulanması	41
Şekil 3.20.	Ilich tarafından önerilen grafiksel metot	41
Şekil 3.21.	Başlangıç yükselme metodunun yetersiz olduğu üst üste binen TL ışıldama piklerine bir örnek	43
Şekil 3.22.	Tüm ışıldama piki- alan ölçüm metodunda alan $n(T)$ nin hesaplanması	44
Şekil 3.23.	Geometrik şekil değerleri τ , δ , ω	48
Şekil 3.24.	Kinetik mertebe b ile geometrik faktörler $\mu=\delta/\omega$ ve $\gamma = \delta/\tau$ arasındaki ilişki	50
Şekil 4.1.	Farklı radyasyon dozu ile uyarılan kuvars kumuna ait TL ışıldama eğrileri	55
Şekil 4.2.	Tavlama işleminin ışıldama eğrisi üzerine etkisi	56
Şekil 4.3.	Farklı ısıtma hızları kullanılarak elde edilen ışıldama eğrileri	57
Şekil 4.4.	Birinci pik için $\beta=0.5$, $\beta=1$, $\beta=2$, $\beta=5$ ve $\beta=10$ ile elde edilen $\ln(T_M^2/\beta)$ 'ye karşılık $1/kT_M$ 'ın grafiği	57
Şekil 4.5.	İkinci pik için $\beta=0.5$, $\beta=1$, $\beta=2$, $\beta=5$ ve $\beta=10$ ile elde edilen $\ln(T_M^2/\beta)$ 'ye karşılık $1/kT_M$ 'ın grafiği	58
Şekil 4.6.	Üçüncü pik için $\beta=0.5$, $\beta=1$, $\beta=2$, $\beta=5$ ve $\beta=10$ ile elde edilen $\ln(T_M^2/\beta)$ 'ye karşılık $1/kT_M$ 'ın grafiği	58
Şekil 4.7.	Kuvars Kumuna ait $5^0C/s$ ısıtma hızı ile 50^0C den 350^0C ye kadar uygulanarak elde edilen T_M-T_{STOP} grafiği	60
Şekil 4.8.	Kuvars Kum örneğinden elde edilen ışıldama eğrisi	61
Şekil 4.9.	GCD sonucu elde edilen birinci pike ait grafik	62
Şekil 4.10.	GCD sonucu elde edilen ikinci pike ait grafik	62
Şekil 4.11	GCD sonucu elde edilen üçüncü pike ait grafik	63

Şekil 4.12. Farklı radyasyon dozları verilerek elde edilen Optiksel Soğurma Spektrumu	64
--	----

ÇİZELGELER DİZİNİ

	SAYFA
Çizelge 1. Doğal Kuvars Mineralinin Elemental Analiz sonucu elde edilen % Element ve % Oksit oranları	53
Çizelge 2. Pik Şekli Metoduna göre elde edilen Termoluminesans kinetik Parametreler	63

SİMGE VE KISALTMALAR

RL:	Radyolüminesans
TL:	Termolüminesans
OSL:	Optiksel Olarak Uyarılan Lüminesans
HCl:	Hidroklorik Asit
HF:	Hidroflorik Asit
FTTL:	Foto Transfer Termolüminesans
BTL:	Mavi Termolüminesans
RTL:	Kırmızı Termolüminesans
AG:	Tavlama Sonrası
GR:	Yeşil Işık
TLCI:	Termolüminesans Renk İmgeleri
D_e :	Eşdeğer Doz
Gy:	Radyasyon dozu birimi(Gray)
k.d.:	Keyfi Değer
IRSL:	Kızılötesi Uyarımlı Lüminesans
E_t :	aktivasyon enerjisi
s :	frekans faktörü
b :	kinetik mertebe
β :	lineer ısıtma hızı
T_M :	T Maksimum
T_S :	T Stop(T Durdurma)
TAC:	Termal Aktivasyon Karakteristikleri
RTL:	Kırmızı Termolüminesans
ESR:	Elektron Spin Rezonans
XRF:	X-Işınları Flüoresans Spektroskopi
ITL:	İzotermal termolüminesans
HT-OSL:	Isısal olarak transfer edilen optiksel uyarmalı lüminesans
PM:	Fotoçoklandırıcı
TLD:	Termolüminesans Dozimetri
UV:	Mor Ötesi

VIS:	Görünür Bölge
NIR:	Yakın Kızıl Ötesi
IR:	Kızıl Ötesi
VHR:	Çeşitli Isıtma Hızlarına Dayalı Analiz Metodu
SAR:	Özgül Soğurma Oranı (Specific Absorption Rate)
LCD:	Likit Kristal Ekran
MAM:	Marmara Araştırma Merkezi
VHR:	Çeşitli Isıtma Hızlarına Dayalı Analiz Metodu (Various Heating Rate)
GCD:	Işıldama Eğrisi Dekonvülasyonu(Glow Curve Deconvulation)
[TiO ₄ /H ⁺] ⁰ :	Titanyum Tetraoksit/ Hidrojen
[TiO ₄ /Li ⁺] ⁰ :	Titanyum Tetraoksit/ Lityum
[TiO ₄ /Na ⁺] ⁰ :	Titanyum Tetraoksit/ Sodyum
Li:	Lityum
Na:	Sodyum
Na ₂ O:	Sodyum Oksit
Al:	Alüminyum
Al ₂ O ₃ :	Alüminyum Oksit
Ti:	Titanyum
TiO ₂ :	Titanyum Dioksit
Mg:	Magnezyum
Ca:	Kalsiyum
CaCO ₃ :	Kalsiyum Karbonat
Cl:	Klor
Cr:	Krom
Cr ₂ O ₃ :	Krom(III) Oksit
Fe:	Demir
Fe ₂ O ₃ :	Hematit
K:	Potasyum
K ₂ O:	Potasyum Oksit
Mg:	Magnezyum
MgO:	Magnezyum Oksit
Mn:	Manganez

MnO ₂ :	Manganez Dioksit
Zn:	Çinko
ZnO:	Çinko Oksit
Ni:	Nikel
NiO:	Nikel Oksit
P:	Fosfor
P ₂ O ₅ :	Fosfor Pentaoksit
S:	Kükürt
SO ₃ :	Sülfür Trioksit
Si:	Silisyum
SiO ₂ :	Silisyum Dioksit
Sr:	Stronsiyum
Zr:	Zirkonyum
ZrO ₂ :	Zirkonyum Oksit
Rb:	Rubidyum

1. GİRİŞ

Bilim denetimli gözlem ve gözlem sonuçlarına dayalı, mantıksal düşünme yolundan giderek, olguları açıklama gücü taşıyan hipotezler (açıklayıcı genellemeler) bulma ve bunları doğrulama metodudur [1]. Pek çok şey gibi bilim de başlangıçta yavaş adımlarla ilerlemiş, 17. yüzyıla gelinceye kadar, hızlı bir gelişme temposuna girmemiştir. Şimdi çağımızın en belirgin özelliğini bilimin oluşturduğu kesinlikle söylenebilir. Yaşadığımız dönemi iyi ya da kötü yönden hem antik dünyadan hem de ortaçağ yüzyıllarından ayıran özelliği yalnız bilimde bulmaktayız.

Evrenin ne olduğu, başlangıcı ve gelişimi gibi sorular, her zaman insanların ilgisini çekmiştir. Düşünmeye başlar başlamaz çocuk, büyüklerine bunları sorar, mitolojiler geniş ölçüde bu konuyu işlerler, büyük dinlerde insanların bu merakını gidermek amacını güden birçok şeyler anlatılır.

MÖ 4. yüzyılda yaşamış olan filozoflar arasındaki en büyük tartışmalar, evrenin nereden geldiği, nereye gittiği sorusu üzerine olmuştur. Bu soru hala günümüzde esrarını korumakta ve bilim insanlarının ilgisini çekmektedir. Yalnız ne var ki, özellikle son zamanlarda bilgilerin büyük bir hızla artması sonucu, bir tek insanın bütün bilgileri kendinde toplaması olanak dışı görünmektedir. Her şeyi bilen, geniş sistemler kuran filozof artık tarihe karışmıştır. Şimdi bu konular doğa bilimleri araştırmacılarının çalışma alanına girmektedir.

Temel amacı, doğayı incelemek ve doğal olayları anlamak olan fizik bilimi, şüphesiz en eski ve en ilginç bilim dalıdır. Eski Yunancada “doğa” sözcüğüne karşılık gelir ve bu nedenle karşımıza doğa bilimlerini inceleyen “Doğa Felsefesi” olarak da çıkmaktadır. Fizik bilimi belki de tüm bilim dalları içinde uygulama alanı en geniş olan daldır. Yalnızca bilimsel değil sağlık, sosyal, teknolojik ve pratik problemleri de çözmeye çalışır.

Fizik biliminin alfabesi sayılardır ve bu nedenle de fizik bilimi matematik bilimi ile bir bütündür. Bilim insanlarının ileri sürdüğü hipotezler, büyük özveri

isteyen ve kimi zaman yıllarca süren gözlem ve deneyler sonucu elde edilen verilerle uygun şekilde formüle edilerek spesifik denklemlere dönüşür. Böylece temel fizik teorileri oluşturulur. Geliştirilen tüm teorilerin amacı maddenin doğası hakkındaki bilgilere bir adım daha yaklaşmayı amaçlamaktadır. Araştırmacılar her ne kadar birbirinden farklı konu ve alanlarda çalışmalarını sürdürseler de fizikçilerin en büyük amaçlarından biri maddenin iç etkileşimi ve çevre ile etkileşiminin nasıl olduğu sorusuna cevap bulmaktır.

İdeal olarak düşünülen katı materyallerin içyapısı ve dinamiği pek çok fizikçinin ilgisini çeken önemli konulardan biri olup bilim tarihi bu konuyu ele alan sayısız çalışma ile doludur. Katı kristal yapı aslında kendi içinde kusurlar barındırması ile fizikçilere pek çok araştırma konusu kazandırmıştır. Bu çalışma konularından biri lüminesanstır; buna göre, madde dışarıdan aldığı enerjiyi soğurarak bir süre içinde tutar ve daha sonra tekrar ortama verir. Lüminesans olarak bilinen bu süreç maddeyi uyarma türüne göre değişmektedir. Bu çalışmada lüminesansın çokça çalışılan türlerinden biri olan termolüminesans türü ele alınmış olup, doğal kuvars kumunun termolüminesans özellikleri araştırılmıştır. Doğada sıkça bulunan kuvars minerali arkeolojik, kimyasal, sanayi, elektronik gibi pek çok alanda kullanıldığı gibi radyasyon doz ölçümünde ve tarihlendirme uygulamalarında da karşımıza çıkmaktadır.

Günümüzde Kuvarsın Lüminesans özellikleri üzerine çok sayıda çalışma yapılmaktadır. Ancak literatürden görüleceği üzere Kuvarsın özellikleri incelenirken içerisinde bulunan safsızlıklardan dolayı elde edilen ışıltama eğrilerinde ve dalga boyu şiddet arasında çizilen grafiklerde elde edilen spektrumlarda bazı farklılıklar görünmektedir. Bu nedenle her bölgeden elde edilen kuvars minerallerin farklı özelliklere sahip olduklarını söyleyebiliriz. Bu anlamda Mersin'in Yeşilovacık Bölgesinden alınan kuvars örnekleri ile Lüminesans çalışmasının Türkiye'de ilk kez yapıldığını ve bu çalışmada elde edilen ilk sonuçların bundan sonra yapılacak daha detaylı çalışmalarda araştırmacılara ışık tutacağını düşünüyoruz.

2. KAYNAK ARAŞTIRMASI

Bu bölümde termolüminesans konusunda yapılan ilk çalışmalara yer verilmekte olup, bölümün devamında literatürdeki kuvars ile yapılan çalışmalar sunulmuştur.

2. 1. TERMOLÜMINESANS KONUSUNDA YAPILAN İLK ÇALIŞMALAR

Lüminesans konusu pek çok yüzyıldan beri bilim adamlarının ilgisini çekmektedir. Sadece fizik alanında değil diğer doğa bilimleri ile ilgilenen araştırmacılar tarafından da pek çok çalışmada kullanılmıştır.

Bu çalışmada kuvars kristalinin lüminesansı çalışılmıştır. Ancak Lüminesans konusunda yapılan çalışmalar sadece katılar ile sınırlı değildir. Lüminesans olayı deniz canlılarında, hayvanlarda, böceklerde ve daha pek çok organik maddelerde gözlenmesinin yanı sıra ağaç, taş ve bazı mineraller ile yapılan çalışmalarda da fark edilmiştir. Lüminesans konusunun en çok çalışılan dallarından biri olan Termolüminesans bilimsel literatüre göre ilk kez 1663' te Robert Boyle tarafından kayıtlı olarak gözlenmiştir. Boyle bir elmas parçasını vücuduna sürmesi ile ısıtarak karanlıkta ışıldadığını fark etmiştir [2]. Du Fay 1738' de doğal kuvars kristali ile yaptığı deneyler sırasında ışığa tutulan materyalin tekrar ısıtıldığında lüminesans yayımladığını fark etmiştir [3]. Bu deney ısının, yayınının nedeni olmayıp yalnızca uyarıcı olduğunu göstermektedir. Daha sonra Brewster 1823' te bitkiler üzerinde yaptığı çalışmalar sonucunda CaCO_3 ' ın ısıtıldığında ışık saçtığını gözlemiştir [4]. Pelletier' in bildirdiğine göre 1821' de Fransız kimyacı Callaud sülfatı ısıttığında yoğun mavi bir ışığa elde ettiğini rapor etmiştir [5]. Bir diğer araştırmacı James Napier 'ın 1851' de bildirdiğine göre, tebeşir ve pek çok kalkerli materyalin ısıtıldığında ışık yayımladığı gözlenmiştir [6]. On dokuzuncu yüzyıl araştırmacılarından olan Edmond Becquerel termolüminesans konusunda kendi yaptığı deneylerin sonuçlarını bir kitapta yayınlamıştır. Daha sonra Becquerel, ısıtılan fluorsparın ışıdığı rapor etmiştir [7]. Katot ışınları, X- Işınları ve Radyum ışınları ve bu ışınların çeşitli materyaller üzerine etkisi keşfedildikten sonra, bu

radyasyonlarla materyaller bombardıman edildiğinde yapılan çalışmalarda materyallerin çok yüksek Termolüminesans özellik gösterdikleri anlaşılmıştır. Lüminesans alanındaki bu gelişme sonucunda araştırmacılar kullandıkları materyalleri laboratuvar ortamında uyarıya başlamışlardır. Wiedeman ve Schmidt'in 1895' deki lüminesans çalışmaları sırasında kullandıkları materyali katot ışınları ile uyarılmışlardır ve radyasyona tutulduktan sonra alkali kristalin renk değişiminin materyalin maruz kaldığı radyasyondan kaynaklandığını rapor etmişlerdir [8]. Bu nedenle materyal; laboratuvar ortamında verilen radyasyondan sonra ısı yoluyla uyarılıyorsa gerçekleşen ışımaya yapay; çevresel radyasyon yani materyalin doğal ortamdan aldığı radyasyondan sonra ısı yoluyla uyarılıyorsa gerçekleşen ışımaya doğal olarak adlandırılır. Doğal örneklerle laboratuvar ortamında oluşturulan termolüminesans ilk kez 1898' de Trowbridge ve Burbank tarafından yayınlanmıştır ve bu araştırmacılar ise materyali uyarı için X- Işını kullanmışlardır [9].

Termolüminesans konusundaki ilk gerçek adımlar tuzak derinliği ile ilgili olarak İngiliz araştırmacılar Randall ve Wilkins tarafından yapılmıştır. Elektronun tuzaktan ayrılma mekanizmasının birinci dereceden olduğunu düşünerek Termolüminesans Teorisi için ilk adımları atmışlardır ve ardından Garlick ve Gibson ikinci derece ile devam etmişlerdir [10- 11].

Günümüzde, lüminesans konusundaki çalışmalar dünyanın dört bir yanındaki bilim adamları tarafından incelenmeye devam etmektedir.

2.2. KUVARS İLE İLGİLİ YAPILAN LÜMİNESANS ÇALIŞMALARI

Literatürde doğal ve sentetik kuvars kristalinin ışıltama eğrisini ve kuvarsta oluşan lüminesans mekanizmasını inceleyen pek çok çalışma vardır. Bu bölümde kuvars kristali ile yapılan çalışmalara yer verilmiştir.

N. Kristialpoller tarafından yapılan çalışmada vakum morötesi radyasyonu sebebi ile oluşan lüminesans ve termolüminesansın maksimum 127nm' de olduğu

anlaşmıştır. 355, 380 ve 440nm' deki fotoluminesans yayılım bantlarının farklı uyarma sıcaklığına bağlılığı ve farklı işlemlerden kaynaklandığı gösterilmiştir. Aynı bantların beta ve X- ışınları ile uyarılmış lüminesans ve termoluminesansta da gözlemlendiği belirtilmiştir [12].

Özel bir Avustralya kuvarşının termoluminesans ve termoluminesans ile ilgili özellikleri, hem orijinal deneylerle hem de literatürden elde edilen verilerle karşılaştırılarak çalışılmıştır. Işıldama eğrisindeki 305°C civarındaki çabuk ağarma piki ve bu kuvarstaki tüm yayılımın 430nm' nin altında olduğu 220, 180 ve 100°C' deki pikleri araştırılmıştır [13].

Dizayn edilen yeni bir tarama monokromatörü ile dalgaboyu-çözümlü lüminesans uyarımı ile kuvars ve felspar örneklerinin yayılım karakteristikleri incelenmiştir. Sonuçlar feldsparda 400–1000 nm dalgaboyu aralığı üstündeki lüminesans uyarımı için gerekli ısısal aktivasyon enerjisinin detaylı ölçümleriyle beraber sunulmuştur. Tarihlendirme için seçilen örneklerin optiksel karakteristiklerinin düzenli olarak ölçülebildiği veya fiziksel sürecin daha detaylı yapılabildiği gösterilmiştir [14].

Isıl işlemlerin bir değişiminin sonucu olarak kuvarstaki termoluminesansın sebep olduğu spektral değişimler verilmiştir. Sentetik, hidrotermal ve volkanik kuvars örneklerinden elde edilen yayılım spektrumları karşılaştırılmıştır. 1000°C ye kadar yapılan ısısal işlemlerin termoluminesans sinyalini artırdığı gözlemlenmiştir. Soğuma hızı tüm numunelerde yayılım bantlarının bileşeninin bağıl şiddetini değiştirmiştir. Volkanik kuvars materyalinde, kırmızının maviye oranının soğuma hızına duyarlı olduğu belirtilmiş ve Polikromatik termoluminesans verilerindeki spektral özelliklerin etkisi tartışılmıştır [15].

Optiksel Olarak Uyarılan Lüminesansı (OSL) yüksek tavlama sıcaklığının etkisi ve tortul ve sentetik kuvarstan çıkan Foto Transfer Termoluminesans (FTTL) sinyalleri çalışılmıştır. Özellikle 500-800°C sıcaklık aralığında hem OSL hem de FTTL' de belirgin bir artış gözlemlenmiştir. Olası etkilerin bilgisayar simülasyonları ile

deneysel bulgularla uyumlu olan veri üretimi gösterilmiştir. Artan OSL hassasiyetinin bir ön-doza etkisinden kaynaklanmadığı bir tavlama sıcaklık fonksiyonu ile gösterilmiştir [16].

Kuars numunesini tavlama işleminin termolüminesans ışıldama eğrisi üzerine olan etkileri incelenmiştir. Madagaskar kristal kayalarından alınan parça örnekler için ışıldama eğrisinin yüksek sıcaklık bölgesindeki Mavi Termolüminesans (BTL) hassasiyeti 700°C nin altındaki tavlama sıcaklığı ile düzgün olarak artarken, aynı zamanda Kırmızı Termolüminesans (RTL) yeniden başlamıştır ve 800°C nin altında adım adım artmıştır. BTL ve RTL ışıldama eğrilerindeki her iki pikin, tavlama sıcaklığıyla yüksek sıcaklıklara doğru kaydığı anlaşılmıştır. Sonuçların 870°C deki β kuvars/tridimit faz dönüşüm sıcaklığı ile uyum içinde olduğu belirtilmiştir. Z kesitli kuvars, termolüminesansın iki boyutlu lüminesans imgelerine ayrılmış ve ışıldama sonrası 1000°C deki ısı tavlama işlemlerine eşlik eden lüminesans değişimleriyle ilgili bir renk görünüm çözümleyicisi kullanılarak, yarı-nicel olarak incelenmiştir. Tavlama işlemleri sonrası en baştaki BTL daha şiddetli BTL' ye kayarken, kuvars dilimlerinde tavlama sonrası (AG), BTL' i içine alan başlangıçta zayıf olan BTL 'de beklenmedik bir şekilde dikkati çeken renk değişimi meydana geldiği anlaşılmış olup, Termolüminesans Renk İmgelerindeki (TLCI) bu değişimler alüminyum konsantrasyonlarıyla da ilişkilendirilmiştir. Bu sonuçlar, tavlama yapılmış dilimdeki hem TLCI hem de TSCI' nin kristal büyüme yönü boyunca alüminyum konsantrasyonu ile pozitif ilişkisi gösterilirken, orijinal dilimdeki BTL alüminyum ve sodyum içeriğiyle ters orantılı olduğu kanıtlanmıştır [17].

110°C ve 160°C deki piklerin optik bozunma ömür süreleri tespit edilmiş olup, 110°C için yaklaşık olarak 130 s olarak bulunmuştur. Bu sonucun elektronların tekrar birleşme merkezindeki kaybından daha çok optik uyarımından kaynaklandığı ileri sürülmüştür [18].

Isıtılmış sentetik kuvarsın 350-550 K sıcaklık aralığındaki termolüminesansı araştırılmıştır. Işıldama eğrisinin bu bölgesi içerisindeki termolüminesans piklerinin

sayısı için tuzak parametreleri, ışıltama tekniği kullanılarak tespit edilmiştir. Isısal tuzak derinliğinin deneysel olarak elde edilen değerleri ısısal söndürme etkisi için düzeltilmiştir. Ayrıca Radyolüminesans ölçümleri de numune sıcaklığı ile lüminesanstaki değişimini değerlendirmek amacıyla yapılmıştır [19].

10 saniyeden 22 saate kadar artan zaman için 160°C den 280°C ye kadar olan sıcaklıklara tutulan kuvarsın sebep olduğu hassasiyet değişimini izlemek için, test dozuna lüminesans cevabının kullanıldığı 30,000 yıllık tortul kuvars üzerine yapılan deneyler hakkında bilgi verilmiştir. Normal veya laboratuarda uyarılmış örnekler için sadece 110°C piki çalışılmıştır ve hassasiyet artışı gözlenmiştir. Kullanılan kuvars örneğindeki lüminesans merkezlerinin, kuvarsın 30 ka civarında gömülürken önemli bir şekilde hassaslaştığı tartışılmıştır. Bu işlem tarihlendirme için uygun bir ön ısı işlemi seçerken dikkate alınabilir [20].

Genel olarak kullanılan deneysel metotların geçerliliğini belirlemek için farklı bölgelerden çıkarılan kuvars mineralinin Optiksel Olarak Uyarılan Lüminesans spektrumundaki ve termolüminesans yayılım spektrumundaki değişkenliği ve kompleks büyüme eğrisinin doğası ile spektral özellikleri arasındaki olası ilişkiler incelenmiştir. Sonuçlar, toplam kuvars yayılımının sadece küçük bir bileşenini tarihlendirme için yaygın olarak kullanılan mor ötesi (UV) yayılımının oluşturduğunu ve bunun mavi/mavi-yeşil yayılım pikinden UV keşfine kadar bir doz-bağımlılık katkısına benzer olduğunu göstermiştir. OSL uyarım spektrumu, 500-520 nm arasında uyarımın açık değişimini gösterir, böylece büyük tanecikli örneklerde bir ek saçılım kaynağı olarak katkıda bulabileceği vurgulanmıştır [21].

Lüminesans tekniklerine dayalı doz değerlendirme süreçleri, Chernobyl NPP' nin rüzgar yönünde Rusya ve Ukrayna' daki yerleşim alanlarına belli bir yere yerleştirilen veya kısmen belli bir yere yerleştirilenlerden elde edilen tuğlalardan çıkarılan 50 kuvars örneğine uygulanmıştır. 30- 300 mGy aralığında artan doz kararlılığı TL (210°C TL ve ön-doz) ve OSL (tek ve çoklu alikatlara) prosedürleri kullanılarak elde edilmiştir. Tüm veriler, doz-değerlendirme uyumu incelenen örnekler için $\sim \pm 10$ mGy' in (1σ) uyumsuzluğu ile elde edilmiştir [22].

Kuvarsta lüminesans ölçüm süreci sırasında hassasiyet değişimi meydana geldiği bilinmektedir. Eğer uygulanan deneysel süreç hiçbir hassasiyet değişimine sebep olmazsa tekli- alikat eşdeğer doz (D_e) değerlendirmesi tam olarak yapılabilir. Murray and Wintle tarafından geliştirilen kuvars tekli- alikat yeniden oluşum- doz süreci hassasiyet düzeltme prosedürünü kapsar. Bu prosedür Avustralya' dan çıkarılan tekli bir numune üzerinde yapılan ölçümler kullanılarak geliştirilmiştir. Daha sonra, S.J. Armitage ve arkadaşları tarafından yapılan deneyler sonucu elde edilen verilerin iki güney Afrika sedimentinden çıkarılan kuvarsa uygulanan yöntemin uygulanabilirlik testi yapılmıştır. Sonuçlar, doğru hata düzeltmesinin bu işlemin hassasiyet değişiminin yönü ve büyüklüğü göz önünde bulundurulmaksızın yapıldığını göstermiştir. Eşdeğer doz değerlendirmesi tartışılmıştır [23].

Çeşitli ısıtma hızları kullanılarak kuvars örneklerinin E tuzak derinliği ve s frekans faktörü hesaplanmıştır. Bu yöntem, numunenin ölçüldüğü ısıtma hızını değiştirerek elde edilen en belirgin maksimum pikin, sıcaklık değişiminden elde edilen termoluminesans konumlarına dayandırılmaktadır. Bu çalışmada, toz halindeki kuvars örnekler ışınlamadan önce farklı sıcaklıklarda tavlannmıştır. Farklı dozlarda ışınlanan örnekler farklı ısıtma hızları ile ölçülmüş ve ışıldama eğrileri kaydedilmiştir. Tuzak parametreleri hesabı her bir sıcaklık için yapılmıştır. Çeşitli yöntemlerle elde edilen tuzak parametrelerine sıcaklığın etkisi değerlendirilmiştir [24].

5°C/s ısıtma hızı ile 210°C de gözlenen kuvarsın TL tepesinin ömür süresi ve bunun yansıra 210°C deki TL piki için elde edilen soğurma dozu, 310°C için elde edilen soğurma dozu ile karşılaştırılmıştır. Toplanan numunelerin 210°C deki ömür sürelerinin 8000–10000 yılları arasında olduğu tespit edilmiştir. Sonuçlar 210°C deki pikin 1000 yıldan daha genç örneklerin tarihlemesinde kullanılabileceğini göstermiştir [25].

Bir Brezilya kristalin doğal kuvars örneğinin yayılım spektrumu ve ışıldama eğrisindeki farklı ısı işlemlerin etkisi incelenmiştir. Tüm ısı işlemler bir saat boyunca $200\text{-}900^{\circ}\text{C}$ de ve ardından hızlı ya da yavaş olarak oda sıcaklığına inerek

yapılmıştır. Sensitizasyonun ön-doza olmaksızın yapılabileceği ve asıl etkinin ısı ile ilgili olduğu gösterilmiştir. 200°C den daha yüksek sıcaklıklarda ısıtılan ve aynı doza ile uyarılan örnekler 110°C pikinin kalitesinin artmasını sağlayan 370 nm de merkezlenen yeni bir yayılım bandı olduğunu göstermiştir. Ayrıca $[H_3O_4]^0$ boşluk merkezinin oynadığı rol ile soğuma oranının etkisi ve bu etkinin TL tuzaklarının konsantrasyonuna olan etkisi de tartışılmıştır [26].

Yapı materyallerine lüminesans metotları uygulanarak geçmişe dönük dozimetre uygulaması çalışmaları, seramik veya tuğla gibi ısıtılan maddeler kullanılarak yapılmıştır. Harç ve beton gibi yanmamış materyaller endüstriyel çevrede daha yaygındır ama maalesef yapım aşamasında ihmal edilebilir bir doza içerdiği varsayılmaz. Biri uyarılmamış, diğeri ^{137}Cs Gamma fotonları kullanılarak uyarılmış, endüstriyel olarak üretilen iki beton bloktan çıkarılan küçük tanecikli kuvarsın OSL ölçümlerinden üretilen dağılım dozu analiz edilmiştir. Uyarılmış blok için OSL doz-derinlik profili, bloğun ortasından alınan dilimden çıkarılan ve bilinen Monte Carlo hesaplamaları kullanılarak karşılaştırılan kuvarsın doz dağılımı, ölçülerek açıklanmıştır. 140 Gy' e kadar uyarılmayan betondan çıkarılan parçacıklarda ölçülen doza karşın bloğun yüzeyinden çıkan parçacıklardan 50 mGy civarında ve kalıp betondan çıkarılan taneciklerden 100 mGy' e kadar biriken dozun belirlenmesinin mümkün olacağı gösterilmiştir [27].

Kuvarstaki 110°C ve 210°C pikinin hassaslaştırılmasında E'_1 -merkezinin rolü araştırılmıştır. Bunun için Mor Ötesi (UV) (253,7 nm) ağartma etkisi ve sonrasında 400- 500°C aralığındaki ısısal tavlama işlemi çalışılmıştır. Tavlanan örneklerdeki E'_1 -merkezinin bozunumu ve kuvars örneklerindeki termolüminesansın desentizasyonuna eşlik eden UV ağartmadan sonra E'_1 -merkezlerinin incelenmesinin, hassaslaştırma sürecindeki E'_1 -merkezlerinin ve katkıda bulunan tuzakların rolünü ortaya koyduğu sonucuna varılmıştır [28].

Tuzaklanan yüklerin boşaltılması ve tavlama ile ilgili lüminesans yaşam ömürlerinin bazı özellikleri açıklanmıştır. Zaman- çözümü lüminesans spektrumu, 600-1000°C arasındaki sıcaklıklarda tavllanmış tanecikli kuvars, gün ışığı ile

ağartılmış kuvars ve yüksek saflıktaki sentetik kuvars için kaydedilmiştir. Yaşam ömrü değişimlerine sebep olan sıcaklık ölçümleri ya hızlı bileşen bölgesinde çok çabuk doz verildikten ve ön ısıtmadan sonra ya da ölçüm öncesi optiksel ağartmadan sonra yapılmıştır. 600°C, 800°C ve 900°C de tavlanan kuvarstaki her hızlı, orta ve yavaş bileşen bölgesindeki lüminesans yaşam ömürleri benzer olmasına karşın, 1000°C de tavlanan kuvarstaki hızlı bileşenle birleşen yaşam ömürlerinin daha büyük olduğu belirtilmiş ve 20°C de ölçülen yaşam ömrünün başlangıç değerinin kısmen tavlama sıcaklığına bağlı olduğu sonucuna varılmıştır. Isısal ağartma için aktivasyon enerjisi ΔE ' nin değerlerinde sistematik farklılıklar olmadığı ifade edilmiş ve bu bilgi ya tavlama sıcaklığı, kısmi ağartma ya da tüm ölçümlerin 0.60 ± 0.20 eV olduğu hızlı, orta ve yavaş bileşen bölgesindeki simülasyonun dalga boyu ile ilişkilendirilmiştir [29].

İyi bilinen Zimmerman öndoş modeli, tavllanmış sentetik kuvarsın süperlineerliğindeki son deneysel sonuçlar ve ayrıca oda sıcaklığındaki öndoş örneklerinin süperlineerliğindeki sonuçlar ile açıklanmaya çalışılmıştır. Tavllanmış örnekler için bilgisayar destekli simülasyon kullanılmıştır. Kullanılan simülasyon, yeniden birleşme merkezindeki başlangıç konsantrasyonunun farklı değerleri için kinetik denklemleri çözmektedir. Simülasyonun sonuçları, iki ayrı süperlinerlik bölgesinin her birindeki süperlinerlik katsayısı k nın ayrıntılı davranışı kadar, farklı tavlama sıcaklıklarındaki doz eğrilerine karşılık TL davranışını da açıklamaktadır. Simülasyon, yani TL şiddetinin geniş hassasiyet değişimleri için büyüklüğün doğru mertebesinde gösterimleri, her iki deney setinde de gözlenmiştir [30].

Kuvarstan oda sıcaklığında kızılötesi uyarımlı lüminesans (IRSL) sinyali elde edilmiştir. Sinyalin ısısal kararlılığı ve ısısal enerjisinin γ -ışını uyarımına cevabı gibi karakteristiklerinin, yeşil ışık (GL, 514 nm) ile uyarılan lüminesans sinyalinden farklı olan sinyallerden sorumlu olan tuzaklardan meydana geldiği anlaşılmıştır. IRSL sinyalinin kısa yaşam ömrünün (15°C de 18 gün) daha önceki deneylerde neden gözlenmediğinin sebebi olabileceği ifade edilmiştir. UV sinyalinin GL ile aydınlatılmasından sonra bozulduğu gözlenmiş olup UV aydınlatılmasından sonra 76°C de termolüminesansın düzelmiş olduğu belirtilmiştir [31].

Kuvars kristalinin TL davranışı üzerine yüksek gama dozunun etkileri araştırılmıştır. ^{60}Co kaynağından çıkan gama ışınları ile yüksek dozda ışınlamaya bırakılarak rengi kahverengiye dönen renksiz doğal Brezilya kuvarsının TL özellikleri karakterize edilmiştir. TL cevabı 1 den 1000 kGy' e kadar uzanan bir aralıkta yapılmıştır. Bu doz aralığında, TL davranışı ve kusurların yok edilmesi veya oluşması üzerine sadece birkaç çalışma bulunmaktadır. Laboratuarda uyarılan örneklerin TL pikleri 470 nm de merkezlenen yayınım ile yaklaşık 135, 185, 250 ve 325°C 'de gözlenmiştir. Bu pikler 1 den 20 kGy e kadar lineer davranış gösterir. Bu piklerden sadece, 30 kGy den sonra şiddeti aniden bozulan, daha sonra ışınlama dozunun miktarı 500 kGy' e geldiğinde TL şiddeti yavaşlayıp sabit hale gelen 185°C piki hariçtir. Örnekler laboratuvar ortamında ışınlamış olup, düşük dozla ışınlamayı takiben ısı işleme tabi tutulan ve 380 nm de yayınım gösteren bir 70°C piki olduğu öne sürülmüştür [32].

420-520 K sıcaklık aralığında oluşan ve ara enerji seviyelerine karşılık gelen kuvarsın ışıldama eğrisinin tuzak parametreleri(aktivasyon enerjisi E_t ve frekans faktörü s) hesaplanmıştır. Bunun için farklı ve tamamlayıcı analiz metotları: pik kaydırma, izotermal bozunma ve fraksiyonel ışıldama eğrisi kullanılmış ve E_t ve s değerleri izotermal bozunma metodu ve pik kaydırma teknikleri ile türetilmiştir [33].

Dört adet kuvars numunede 110°C deki 550 nm ışınlamaya veren yayınlamanın bazı özellikleri araştırılmış ve genellikle 360 nm de incelenmiş olan özellikler ile karşılaştırılmıştır. Özellikle 550 nm deki lüminesansın 200 Gy' e kadar belirgin bir saturasyon göstermediği bulunmuş ancak aksine 360 nm deki lüminesansın ise çok daha düşük doz değerlerinde doyuma ulaştığı tespit edilmiştir. Bunun yanı sıra her iki yayınlama bandındaki Termal Aktivasyon Karakteristikleri (TAC) tespit edilmiştir. 360 ve 550 nm için TAC' ı araştırılan örneklerin tümüyle farklı olduğu gözlenmiş ve bunun sebebinin her yayınlama bandındaki duyarlık mekanizmasının farklı olduğu ve kuvarsın farklı bölgelerinde oluştuğu önerisi getirilmiştir [34].

Chines balçığından çıkarılan kuvarsın güneş ışığıyla ağartılabileceği, laboratuvar dozunun 1500 Gy altına düştüğünde doz bağımlık hassasiyetinin değiştiği,

OSL ($\approx 90\text{Gy}$)' den daha büyük yaklaşık 550Gy deęerindeki D_0 deęerine sahip olduęu gsterilmiřtir [35].

Optiksel olarak uyarılmıř lminesans sinyalinde duyarlı olmayan bir hızlı bileřen gsteren kuvars rneęin hiębir ısıtma yapılmadan doz/aęartma dngleri tekrar edilerek duyarlařtırılabilip duyarlařtıramayacaęı arařtırılmıřtır. Tatra Daęlarından (Polonya) alınan duyarlı olmayan rneklerin lminesans zellikleri ilk kez İsv ve Rusya' dan alınan daha tipik materyallerle karřılařtırılmaktadır. Daha sonra ısıtma iřlemleri iererek ve iermeyerek tekrarlanan doz/aęartma dnglerinin hassasiyete etkileri belirtilmiřtir. Bu tip dngler hızlı bileřen duyarlı yapar ama ısıtma iřlem yapılmaksızın retilen en fazla artıř 260°C ye kadar olan n ısıtma sıcaklıklarında ısısal olarak kararsızdır. Bu, en ok artıřın ısısal olarak kararlı olduęu ısıtma iřlemleri ieren dngler tarafından retilen hassasiyet ile zıttır. Sonu olarak, bu alıřmada tartıřılan hızlı bileřenin literatrde tanımlanandan ayırt edilemez olduęu gsterilmiřtir. P. Moska ve arkadařları tarafından yapılan alıřmada tanımlanan hassasiyetteki byk deęiřiklikler, lminesant yeniden birleřmedeki deęiřikliklerin sonucu olduęu kararla varılmıřtır [36].

Tuzak parametrelerinin geniř bir aralıęı iin nmerik olarak simule edilen ıřıldama eęrileri oluřturularak TL ıřıldama eęrilerinin yapısındaki tuzaklar arasındaki etkileřimin etkisi arařtırılmıřtır. J. Marcazzo ve arkadařları tarafından yapılan alıřmada belirtilen sonular deneysel ıřıldama eęrilerinin analizine destek olan kavramların yararlı olduęunu kanıtlamaktadır. En nemli sonu, her ayrı pikin tuzaklama durumuyla alakalı olup olmadıęını nceden tahmin etmenin doęru olmadıęını gstermektedir. Yapılan alıřmada ayrıca yarıdeęe yaklařımının geerlilięi de kısaca tartıřılmıřtır [37].

Kuvarsın birka sıcaklıkta Radyolminesans (RL) ve TL zellikleri karřılařtırılmıřtır. Mavi TL sergileyen kuvars rnekler mor-RL ve mavi-RL gstermiř olduęu gzlenmiř olup, her ikisinin de X-ıřını dozuna baęlı olarak daha dřk seviyelere doęru azalmıř olduęu sonucuna varılmıřtır [38].

Kinetik parametreler; Kırmızı Termoluminesans (RTL), Elektron Spin Rezonans (ESR) merkezleri ve RTL elektron tuzakları için tavlama deneyleri ile birlikte araştırılmıştır. Kuvars için ESR; 77 K (-196°C) de ısıtılıp oda sıcaklığının üzerine çıkılarak Al-merkezleri ile Ti-merkezleri birleşimi ölçülmüştür. ESR ölçümlerinde, deneysel olarak Ti-merkezlerinin sadece üç tipi elektron-tuzak merkezi olarak gözlenmiştir. $[\text{TiO}_4/\text{H}^+]^0$, $[\text{TiO}_4/\text{Li}^+]^0$ ve $[\text{TiO}_4/\text{Na}^+]^0$ merkezleri tavlama sıcaklıklarından etkilenmiştir ve $[\text{TiO}_4/\text{H}^+]^0$ merkezleri atomik hidrojenler gibi davranmıştır. $[\text{TiO}_4/\text{Na}^+]^0$ merkezlerinin eğilimi, tavlama sıcaklığı ile birleştirilen RTL yoğunluklarının değişimine benzemiş olduğu sonucuna varılmıştır [39].

500°C ve 900°C arasındaki tavlama sıcaklıklarında kuvarstaki lüminesans yaşam ömürlerinin özellikleri incelenmiştir. Tavlama sıcaklığı 500°C den 900°C ye artırıldığında yaşam ömrünün, tavlama sıcaklığı ile 42 µs den 33µs ye kadar azaldığı ifade edilmiştir. Bununla birlikte yaşam ömürleri 800-900°C de 33 µs civarında ve tavlama sıcaklığından bağımsız olduğu belirtilmiştir. Beta dozunun artması ile 800°C de (ne 500 °C ne de 600°C de tavlanan) tavlanan örnekteki lüminesansın yaşam ömründe bir artışa sebep olduğu anlaşılmış olup, lüminesans yaşam ömürlerinin sıcaklık- çözümlü dağılımının, lüminesansın ısıl sönümü tarafından etkilendiği belirtilmiştir. Bu belirgin özellikler lüminesans yayılım sürecini kapsayan iki lüminesans merkezinden bahsedilmesiyle açıklanabilir olduğu sonucuna varılmıştır [40].

Atma tavlama tekniği OSL tuzaklarının kinetik parametreleri hakkında bilgi elde etmek için kuvarsın OSL çalışmalarında yaygın olarak kullanılmaktadır. V. Pagonis ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada, atma tavlama deneylerinin simülasyonları gerçekleştirilmiştir. Elde edilen sonuçların önceki sonuçlarla uyum içerisinde olduğu tespit edilmiştir. Ayrıca, simülasyon farklı ısıtma hızlarında da gerçekleştirilmiştir. Bu durumda, kuvarsta varlığı bilinen OSL tuzakları için uygun kinetik parametrelerin tekrar elde edilebildiği gösterilmiştir [41].

Türkiye’ deki Kubad Abad Palace’ ın seramiklerinden çıkarılan kuvarsın 500°C ve 600°C’ de 1 saat tavlandıktan sonra elde edilen ışıldaama eğrisinin doz

cevapları ve kararlılıkları araştırılmıştır. Seramiklerden çıkarılan kuvars parçalarının TL ışıltama eğrilerinin radyasyona olan duyarlılığının değışiminin 500°C ve 600°C' de 1 saat tavlandıktan sonra daha kararlı olduđu bulunmuştur. Tavlama yapılan ve yapılmayan kuvars örneklerinin TL ışıltama eğrisinin doz cevabı yaklaşık 3kGy' e kadar çalışılmıştır. Sonuç olarak uyarılmadan önceki ısıt işlemlerin, ışıltama eğrisinin doz cevabı davranışlarını etkilediđi belirtilmiştir [42].

Kuvars taneciklerinden 310°C' de yükselen izotermal termoluminesans (ITL) sinyalinin bazı karakteristikleri araştırılmıştır. Kuvarsın bu sıcaklıkta farklı periyotlarla tutulmasının TL sinyaline etkisi kaydedilmiştir. TL ve ITL verisinin birinci mertebeden olmayan kinetiklere uyan bir tuzakla açıklanamaz olduđu gösterilmiştir. TL sinyal desenin kaybolması demek; birinin yaklaşık 500s boyunca 310°C' de tutularak muhtemel iki pikin çıkarılması demektir. Örneđin 310°C' de ısıtılmasından ileri gelen ITL bozunma eğrisi, hızlı, orta ve yavaş diye isimlendirilen birinci mertebeden üç bozunma fonksiyonunun toplamı kullanılarak analiz edilmiştir. 0-5s ve 50-100s iki sinyal integralinin, hızlı ve orta ITL bileşeninin tipik örneđi olduđu göz önünde bulundurulmuştur. Bunların, optiksel ağartmanın etkileri, ısıt kararlılığı ve uyarılmasına olan cevapları ile ilgisi araştırılmıştır [43].

Lüminesans dozimetri ve tuzak parametresi çalışmaları için izotermal ısıtma yöntemi kullanılmıştır. İzotermal lüminesans sinyali değışmeyen bozunma formu yerine bir tepe şekline sahiptir. İzotermal sıcaklık ve yükselme hızının fonksiyonu olarak pik hareketindeki modellenmiş değışimlerin deneysel olarak elde edilenlerle mükemmel bir uyum içinde olduđu kanıtlanmıştır [44].

Kuvars örnekler -196°C de ve oda sıcaklığında 20 kGy lik gamma ışınlarına maruz bırakılmıştır. Yüksek sıcaklık bölgesinde yayınlama spektrumu mavi TL veya kırmızı TL bölgelerine ayrılmışlardır. Tüm kuvars örnekler aşağı yukarı düşük sıcaklık bölgesinde mavi TL veya kırmızı TL' in özelliklerini göstermişlerdir ve sonuç olarak mavi TL spektrumunun mor bölgeye doğru kaydıđı ifade edilmiştir [45].

Tavlamanın, 900°C ye kadar artan çeşitli sıcaklıklarda tavlanan tortul kuvarstaki ışınlama dozu ve ölçüm sıcaklığı ile ilgili yaşam ömürlerinin özellikleri üzerine etkisi araştırılmıştır. Lüminesans yaşam ömürleri ikincil yaşam ömrü için sadece nitel olarak azalırken, başlıca yaşam ömrü bileşeni için 0.68 ± 0.01 eV' a eşit bir ısısal sönmleme aktivasyon enerjisi ile azaldığı gözlenmiştir. Lüminesanstaki ısısal etkinin artmasından dolayı ölçülen sıcaklıkla yaşam ömürlerinin azaldığı ifade edilmiştir. Tavlama sıcaklığının etkisi göz önüne alarak 20°C de ölçülen lüminesans yaşam ömürleri 600°C ye çıkan tavlama sıcaklıkları için 33 µs civarında sabit olduğu ama 900°C ye çıkan tavlama sıcaklığında 29 µs ye düştüğü belirtilmiştir. Ayrıca, 800°C de tavlanan örneklerin yaşam ömrü bileşenlerinin 85–1340 Gy aralığındaki uyarma dozundan bağımsız olduğu anlaşılmıştır. Yaşam ömürlerinin hem tavlama sıcaklığına hem de uyarma dozunun büyüklüğüne olan bağlılığı açıklanmıştır. Ayrıca radyasyona duyarlı olan ve olmayan lüminesans merkezleri arasındaki dinamik deşik transferinin bir sonucu olarak, lüminesans yayılım sürecindeki belirli bir yeniden birleşme merkezinin artan önemi belirtilmiştir [46].

Chinese balçığından çıkarılmış kuvarsın OSL için gelişim eğrisinin şeklindeki 500°C' ye kadar ısıtmanın etkisi açıklanmış olup ayrıca OSL hassasiyetine, ısıtmanın etkisi de belirtilmiştir. Doğal kuvars parçalarının OSL' si için Özgül Soğurma Oranı (SAR) kullanılarak gelişim eğrisi elde edilmiştir. İşlemden, 400Gy' den büyük bir dozun belirlenmesini sağlayan ve 200Gy' den büyük yüksek dozda bir çizgisel gelişim olduğu gözlenmiştir. Bunun OSL için bir tuzak/yeniden birleşme merkezine katkı sağladığı anlaşılmıştır. Kuvars parçaları 360°C' den yüksek sıcaklıklarda ısıtıldığında gelişim eğrisinin şeklinin değiştiği ve gelişim eğrisindeki saturasyonun düzenli olarak azaldığı gözlenmiştir [47].

Isıtma ve yüksek gamma dozu etkisi ile doğal kuvarsın ışıldama eğrisindeki 270°C de ortaya çıkan TL pikinin duyarlılığı araştırılmıştır. Numuneler 160 ve 320°C arasında dört bölgeye ayrılmıştır. Her bölge için farklı uygulamalar yapılmıştır. Örnek 2kGy den başlayarak 25kGy e kadar bir ⁶⁰Co kaynağı ile bombardıman edilmiş olup ışıldama eğrisinin değişimi gözlenmiştir. Bir diğer teknik olarak da 500°C, 800°C ve 1000°C' ye çıkan sıcaklıklara kadar örnekler ısıtılmış ve

daha sonra numune 25 kGy e kadar artan bir doza maruz bırakılmıştır. Isıtılmaya uğramış numuneler 270°C de herhangi bir güçlü pik göstermez iken gama ışınlarına maruz bırakılan numunelerde bir pik gözlenmiştir. Bu pik 470 nm de ortaya çıkan optiksel soğurma bandı ile ilişkilendirilmiştir. Bu bant elektron-boşluk tekrar birleşme merkezleri olarak etki eden $[AlO_4]^\ominus$ oluşumundan kaynaklanır. 270°C deki pikin oluşumu kuvarsta bulunan alüminyum ve oksijen-boşluk ile ilişkili merkezlerle bağlantılı olarak analiz edilmiştir [48].

Farklı orijinlerden gelen kuvars örneklerinin 110°C deki karakteristiği araştırılarak N.G. Kiyak ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada doğrusal olarak modüle edilmiş TL sinyallerinin ısısal olarak aktive edilmiş karakteristikleri incelenmiştir [49].

Yeni bir tarihleme prosedürü olan, ısısal olarak transfer edilen optiksel uyarmalı lüminesans (HT-OSL) sinyali çalışılmıştır. Ölçümler; uyarılmış kuvarsın optiksel olarak ağartılıp daha sonra da ön ısıtmaya tutulduktan sonra alınmıştır. Deneysel olarak HT-OSL sinyali, hızlı ve orta OSL bileşenlerini yok etmek için 270 s boyunca 125°C de bir optiksel ağartmayı takiben 260°C de 10 saniyelik yüksek bir ön ısıtma sıcaklığından sonra ölçülmüştür. HT-OSL sinyali, kuvarsın 110°C tuzağındaki yeniden tuzaklanan elektronların etkisini engellemek için 125°C’de 90 s olarak ölçülmüştür. V. Pagonis ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada 4000 Gy e kadar artan OSL, HT-OSL ve temel HT-OSL sinyallerinin deneysel doz-cevap grafiklerini elde etmek için ayrıntılı bir modelin değiştirilmiş yeni bir versiyonu kullanılmıştır. Kuvarstaki HT-OSL sinyallerinin üretilmesi için iki olası mekanizma tartışılmıştır. Bu nedenle, etkiyi iyileştirmek için çift transfer mekanizması önerilmiştir ve HT-OSL sinyalindeki tek bir transfer mekanizmasının, bir “kaynak tuzak” tan hızlı OSL tuzağına ısısal yük transferi ile olduğu sonucuna varılmıştır. Simülasyonun sonuçları; sözü edilen mekanizmanın, Chinese balçığından çıkarılan çok ince kuvars parçacığındaki gözlemlenen HT-OSL doz büyümesinden sorumlu olduğunu göstermiştir [50].

3. MATERYAL ve METOT

Bu bölüm; deneyler sırasında kullanılan ölçüm aletleri hakkında bilgi veren Ölçüm Yöntemleri, doğal kuvars kristalinin genel özellikleri ve nereden alındığı ile deneyler öncesi hazırlık için uygulanan adımları içeren Doğal Kuvars Kristali, Lüminesans teriminin tanımının ve mekanizmasının anlatıldığı Lüminesans, Termolüminesans olayının ifade edildiği Termolüminesans ve Kullanılan Yöntemler olmak üzere altı ana başlıktan oluşmaktadır.

3.1. ÖLÇÜM YÖNTEMLERİ

3.1.1. Termolüminesans Sistemi

Doğal kuvars kumu örneklerinin termolüminesans ölçümleri Laboratory Reader-Analyser RA' 94 ile gerçekleştirilmiştir. Söz konusu sistem Celal Bayar Üniversitesi Lüminesans Araştırma Laboratuvarında kurulmuş, fotoğrafı Şekil 3.1.'de gösterilmektedir.

Bu çalışmada kullanılan termolüminesans ölçüm cihazı; radyasyon dozunun ölçümü ve farklı materyallerdeki termolüminesans olaylarını incelemek için tasarlanmıştır. Söz konusu sistem toz halinde ve küçük disk biçimindeki bilinen tüm termolüminesans materyallerinin kullanımına olanak vermektedir. Ölçümler sırasında kullanılan sistem Reader ve Reader- Analyser olmak üzere iki ayrı modda çalışır. Bu nedenle sistem, manuel olarak kontrol edilen Reader olarak veya bir bilgisayar ile birlikte geniş programlı kontrol parametreleri aracılığıyla Reader-Analyser olarak kullanılabilir. Kullanıcı tarafından deneylerin yürütüleceği bir mod seçilir, daha sonra ısıtılan TL materyalinden gelen ışık sinyali uygun olarak seçilen fotoçoklandırıcı (PM) ile ölçülür. Fotoçoklandırıcının çıkış akımı, akım-atma dönüştürücüsünde standartlaştırılan atmalara dönüştürülür.

Sistemin Reader modu seçildiğinde; TL materyalleri için özel bir ısıtma süreci uygulanır, buna göre ısıtma sıcaklığı, adımların sabit bir periyotla birbirini takip ettiği üç ayrı adımda artar.



Şekil 3.1. Celal Bayar Üniversitesi Lüminesans Araştırma Laboratuvarında bulunan bilgisayar sistemine bağlı Laboratory Reader-Analyser RA' 94 Termoluminesans Ölçüm Cihazı.

Bu sistemin amacı, sadece belirli bir sıcaklıkta çıkan TL sinyalini okumak ve TL materyalini bir başka kullanımı için önceden hazırlamaktır. Bu adımlar herhangi diğer fosforların kullanımına uygun olarak programlanabilir. Okunan TL sinyali (atmaların sayısı) ve sıcaklık, ön paneldeki LCD(Likit Kristal Ekran) de gösterilir ve paralel CENTRONICS çıkışı ile doğrudan bir yazıcıya veya RS232 eşzamanlı olmayan ara yüzü ile bir bilgisayara gönderilebilir.

Sistemde bulunan bir diğer mod olan Analyser modunda ise; numunenin konulduğu yuvayı ısıtma sıcaklığı, programlanan veya kullanıcı tarafından ayarlanan bir hızla lineer olarak artar ve elde edilen ışıldama eğrisi bilgisayar tarafından kaydedilir. Atmaların toplam sayısı ve sıcaklık da yine LCD ekranda gösterilir.

Deneyler sırasında kullanılan sistemin daha pek çok özellikleri vardır. Cihazda bir termoelektrik soğutucu ve soygaz dolaşım devresi bulunmakta olup ayrıca, karanlık akımı küçültme, karanlık akımı indirme ve TL materyallerinin gerçek olmayan lüminesans sinyallerini azaltmak için otomatik olarak kontrol edilen fotoçoklandırıcının karanlık akım yönünden duyarlılığını ayarlama ve onu durağan

hale getirme özelliklerini taşır. Cihazın içindeki numunenin konulduğu yuva özel bir Platinyum alaşımdan yapılmış olduğundan çıkılan yüksek sıcaklıklarda oluşabilecek hasarlara karşı oldukça dayanıklıdır. Ayrıca, cihazın ön yüzünde bulunan basınç göstergesi, kullanıcıya sistem içinde dolaşan soygazın basıncını ayarlamasına ve kontrol etmesine olanak vermektedir.

RA' 94 TLD Reader-Analyser' in eşsiz özelliği, sık sık ölçülen TL ışığının şiddetine uygun olarak değişken sıklığın akustik sinyalini üretmektir. Bu, elde edilen en iyi sinyal - gürültü oranı ve anında durdurulabilen integrasyon sayesinde özel uygulamalar için önemli bir yardımcı olduğunu gösterir.

RA' 94 TLD Reader-Analyser' in hassasiyeti referans ışık kaynağı ile programlanabilir olup kararlılığı sekiz saatlik kullanım sırasında $\pm 2\%$ den daha iyi kalitededir. Doğruluğu, küçük bir diskin çoklu okumalarında standart sapması $\pm 2\%$ dir. Cihazın maksimum ısıtma sıcaklığı 400°C olup lineer ısıtma hızı bir saniyede $0,5^{\circ}\text{C}$ ile 20°C arasında ayarlanabilir özelliktedir. Yüksek voltaj sağlayıcının otomatik olarak ayarlı olduğu cihazda bulunan küçük ısıtma levhaları yüksek dayanıklılık ve sağlamlığa sahip Platinyum alaşım yapıdadır. Okuma süresi Reader modunda 3-180 s; standart 22 s. , Analyser modunda 25- 4000 s. , Xreader modunda maksimum 45 s. dir. Veri çıkışı LCD ekrana, paralel CENTRONICS çıkıştan (yazıcıya) ve RS232 çıkışından da bilgisayara aktarılır. Üç adımda ısıtma özelliğine sahip olan cihazda her tur zamanı 1-60 s. arasında olup $20-400^{\circ}\text{C}$ arasında ayarlanabilir. Ayrıca, cihaz içinde bulunan bir kalibrasyon ışık kaynağı, cihazın hassasiyetinin kolayca ayarlanmasını ve sabit bir seviyede otomatik olarak sürdürülmesini sağlar.

3.1.2. Optiksel Soğurma Sistemi

Doğal kuvars kumu örneklerinin soğurma ve geçirgenlik ölçümleri Perkin Elmer marka Lambda 950 UV-VIS-NIR spektrofotometresi ile gerçekleştirilmiştir. Celal Bayar Üniversitesi Lüminesans Araştırma Laboratuvarı' nda kurulmuş olan söz konusu sistemin fotoğrafı Şekil 3.2.' de gösterilmektedir.



Şekil 3.2. Celal Bayar Üniversitesi Lüminesans Araştırma Laboratuvarında bulunan spektrofotometre.

Bu sistem, istenilen numunenin 175 nm den 3300 nm ye kadar mor ötesi (UV)-görünür ışık bölgesi (VIS)- yakın kızıl ötesi (NIR) dalgaboyu aralığında ölçümünün yapılmasına olanak sağlar. Sistem içinde pek çok yansıtıcı bulunmaktadır. Ölçüm aralığındaki her dalgaboyu için, yansıtıcılardan yansıyan ışık demeti referans ve örnek odalarından geçerek detektöre ulaşır. Sistemde detektör olarak UV-VIS aralığı için R6872 fotoçoğaltıcı tüp ve NIR için Peltier soğutuculu PbS detektörü bulunmaktadır Detektörde her dalgaboyu için referans ve örnek odalarından geçen ışığın karşılaştırılmalı ölçümü elde edilir. Sistem aynı anda iki örnek için ölçüm almaya olanak sağlamaktadır. Bunun için ikinci örnek haznesi de vardır. Sistemin ikinci örnek haznesini de gösteren daha yakından çekilmiş bir fotoğrafı Şekil 3.3.' te gösterilmektedir.

Tüm ölçümler boyunca ışık örnek tutucu üzerine dik bir şekilde düşürülmektedir. Ölçüm yapılacak dalgaboyu aralığı, sistemin çözünürlüğü ve hangi tür ölçüm yapılacağı (soğurma, yansıma ve geçirgenlik) “Perkin Elmer UV Winlab” bilgisayar programı ile belirlenir. Elde edilen veriler AXUM programı ile grafik haline getirilir.



Şekil 3.3. İki farklı örnek odasını da içeren Lambda 950 Spektrofotometresi.

3.1.3. X- Işını Ünitesi

Sistemde kullanılan X-Işını tüpü Şekil 3.4. su soğutmalı tek fazlı Machlett OEG-50A lik bir tüptür. Tungsten hedefe sahip, 0,1 mm alüminyum filtreli, 1 mm Berilyum penceresi olan bir sistemdir. Şekil 3.5.' te gösterilen kontrol ünitesi ile maksimum 50 kV luk gerilim ve 20 mA lik akım değerlerinde çalışmasına olanak sağlar. Bu çalışmada deney sırasında sisteme uygulanan voltaj 30 kV ve akım ise 15 mA dir. Sussex üniversitesinde yapılan incelemelere göre, sistemden bu değerler ile ölçümler alındığında doz hızı (10 cm uzakta) yaklaşık 30 Gy/dak. dır. Bu değerlerin belirlenmesinde, güvenli doz seviyesinin aşılması dikkate alınmıştır. X-Işını Ünitesi su soğutmalı bir sistemdir ve bu nedenle sistemde sürekli bir su akışı vardır. Şayet su kesilir ise veya su akış hızı 4 litre/ dakika' nın altına düşerse sistem kendini otomatik olarak kapatmaktadır. Su akışının kontrolü, sistem içinde bulunan bir debi ölçer ile takip edilmektedir. Bunun yanı sıra, güvenlik amacıyla numuneyi istenmeyen ışımadan korumak için, X-ışını tüpünün önüne elle kumanda edilen ve örnek tutucuda sabitlenen bir kurşun kapak yerleştirilmiştir. Böylece, çalışanların kaza ile X-ışını tüpü açıkken odacığı açıp numune değiştirmeleri engellenmiştir.



Şekil 3.4. Işınlama için kullanılan X-Işını Tüpü.



Şekil 3.5 Celal Bayar Üniversitesi Lüminesans Araştırma Laboratuvarında bulunan X-Işını Tüpü kontrol ünitesi.

3.1.4. Fırın

Doğal kuvars mineralinin ışıltama eğrisi üzerindeki yüksek sıcaklık etkisini belirlemek amacıyla 500°C-800°C aralığında 1 saat boyunca tavlama işlemleri uygulanmıştır. Tavlama işlemi için Protorn marka boru tipi bir fırın kullanılmıştır (Şekil 3.6).



Şekil 3.6. Celal Bayar Üniversitesi Lüminesans Araştırma Laboratuvarında bulunan tavlama işlemi için kullanılan Protern marka boru tipi fırın.

3.2. DOĞAL KUVARS KRİSTALİ

Doğal kuvars minerali doğada en sık rastlanan mineraller arasında olup çeşitli özelliklere sahip olması nedeni ile pek çok alanda kullanılmaktadır. Pierre ve Jacques Curie kardeşler 1880'de Fransa'da kristalleri çeşitli yönlerden sıkıştırarak voltaj ürettiklerini keşfettiler ve buna piezoelektrik etki adını verdiler [51]. Buna göre, piezoelektrik özellik taşıyan bir katı üzerine mekaniksel bir kuvvet uygulanarak yüzey yükleri oluşturulabilir. Böylece kristalin karşılıklı yüzeyleri arasında sabit frekans değerine karşılık gelen ölçülebilir bir potansiyel fark meydana gelir. Kuvars kristali bu özelliği ile saatlerde kullanılır.

Cam sanayinde kristal eşya ve züccaciye imalatında; Seramik Sanayinde ise sır ve frit yapımında, yer ve duvar karosunda izolator, elektro-porselen, glazür, sofrası ile vitrifiye seramik yapımında kullanılmaktadır. Düzgün ve temiz olan kuvars kristalleri optik ve elektronik sanayinde kullanılmasının yanı sıra aynı zamanda süs taşı olarak da kullanılmaktadır. Kuvars kristalleri elektronik sanayinde frekans kontrol osilatörlerinde ve frekans filtrelerinde kullanılmaktadır. Süt kuvars ve camsı kuvars ise öğütülerek ve hazırlama işlemlerinden geçirilerek cam, deterjan, boya, seramik, zımpara, dolgu ve metalürji sanayilerinde kullanılmaktadır.

Kuvars kristali arkeolojik malzemelerin yapısında da sıkça bulunmaktadır. Bu nedenle de bir diğer kullanım alanı arkeolojik malzemelerin tarihlendirilmesidir.

Toprakların bileşiminde önemli miktarda bulunur. Özellikle kumlu toprakların büyük kısmı kuvars taneleri içerir. Bitki beslenmesinde rolü vardır. Toprakların yapısını oluşturur ve ağır killi toprakların içeriğine katılmasıyla toprağı hafifletir ve bu özelliğı ile tarımda kullanılır. Kuvars kumları, kireç ile karıştırılarak harç yapımında, çimento ile karıştırılarak ince ve kalın sıvalarda kullanılır.

3.2.1 Doğal Kuvars Mineralinin Genel Özellikleri

Kimyasal formülü SiO_2 olan kuvarsın özgül ağırlığı $2,6 \text{ g/cm}^3$ ve Mohs skalasına göre sertlik derecesi 7' dir [52]. Şekil 3.7.' de gösterilen doğal kuvars mineralinin rengi beyazdır. Heksagonal sistemin trigonal sınıfında kristalleşir. Saf halde %46,5 Si ve %53,3 O içerir [53].

Doğal kuvars içinde kusur merkezlerini oluşturan ve mineral içinde katı halinde bulunan bazı elementler vardır. Kuvars içinde gözlenen bu elementlerin başında Li, Na, Al, Ti, Mg, (OH) gelmektedir. Kuvarsın doğada gözlenen rengi, içerdiği safsızlıklara göre değişir böylece pembe kuvars, ametist, dumanlı kuvars gibi değişik isimler alır (Şekil 3.8.).



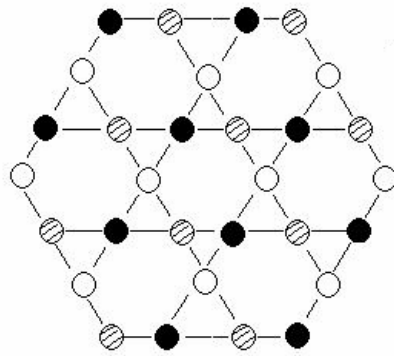
Şekil 3.7. Doğal kuvars minerali.



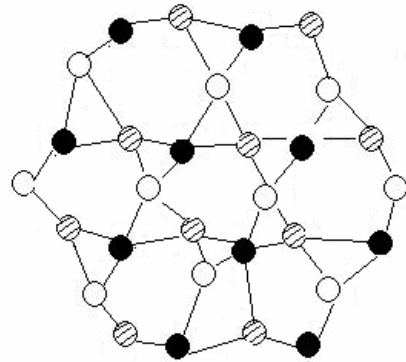
Şekil 3.8. Doğada sık rastlanan kuvars çeşitlerinden ametist ve pembe kuvars.

Kuvars polimorf bir mineraldir. Bu nedenle kimyasal formülü değişmemesine rağmen bazı sıcaklıklarda kristal yapısı değişim göstermektedir. Polimorfların birbirlerine dönüşmeleri yapının tamamen bozulup tekrar düzenlenmesi ile olur. Bunlar tridimit, kristobalit, koesit ve stishovittir.

Normal koşullardaki basınç ve sıcaklık altında kararlı olan SiO_2 polimorfu olan kuvars α -kuvars' dır. 573°C ' de β -kuvars' a dönüşür. Şekil 3.9.' da a ile α -kuvars, b ile ise β -kuvars gösterilmiştir. Bu dönüşüm tersinirdir. α -kuvars düşük kuvars olarak, β -kuvars ise yüksek kuvars olarak da ifade edilebilir. β -kuvars bir atmosfer basınç altında $573-870^\circ\text{C}$ arasında kararlıdır. Kristal içindeki elektriksel yükün dengelenmesi için yapıdaki boşluklara alkaliler gelebilir.



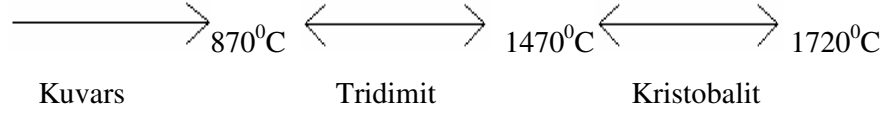
(a)



(b)

Şekil 3.9.(a) Yüksek (α) kuvars, (b) Düşük (β) kuvars.

β -kuvarsın yapısı daha açıktır, α -kuvarsa göre daha fazla yabancı atom içerir. Atmosferik basınç altında SiO_2 Şekil 3.10.' da gösterilen sıcaklık değerlerinde kararlı olan üç kristalin formda bulunur.



Şekil 3.10. Kuvarsın belli sıcaklıklardaki polimorfları.

Kristobalit bir atmosfer basınç altında 1470°C - 1723°C sıcaklıklarda kararlıdır. Yüksek tridimit ile kristobalit arasındaki dönüşüm yapının tamamen değişmesini gerektirir. Tridimit 1470°C ' nin üzerinde ısıtıldığı zaman kararlı olarak dayanabilir. Erime noktası 1670°C ' dir. Bu sıvı 1723°C ' nin altında kristobalite dönüşür. Kristobalitin tridimite dönüşüm noktası olan 1470°C altında kararlı bulunabilir [53].

SiO_2 sıvısı 1720°C ' nin altında soğutulduğu zaman büyük bir zorlukla kararlılaşır, büyük bir hızla soğuyarak cama dönüşür. Bu cama kuvars camı, silis veya löşatöliyerit denir.

3.2.2. Kuvars Mineralinin Toplanması

Çalışmamızda kullanılan kuvars örneklerinin alındığı Mersin Yeşilovacık bölgesi Şekil 3.13' de görülmektedir. Aynı zamanda bu bölgeden kuvars örnekler Şişecam tarafında da fabrikalarında kullanılmak üzere toplanılmaktadır. Örneklerin alındığı sahanın fotoğrafları Şekil 3.11.' de, bu yatakların daha yakından görüntüsü ise Şekil 3.12.' de verilmiştir.

Mersin ili haritasında numunenin toplandığı yer Şekil 3.13.' de görülmekte olup, bölgenin daha yakın görüntüsü Şekil 3.14.' de verilmektedir [54].

Toplanan kuvars örneklerinin yüksek lisans tezimizde kullanılabilir hale gelmesi için bazı kimyasal aşamalardan geçirilmiş ve saf kuvars örnekler elde

edilmesi planlanmıřtır. Daha sonra bu örnekler Marmara Arařtırma Merkezi (MAM) da X-Iřınları Flüoresans Spektroskopisi (XRF) analizi yapılarak saflığı kontrol edilmiřtir.



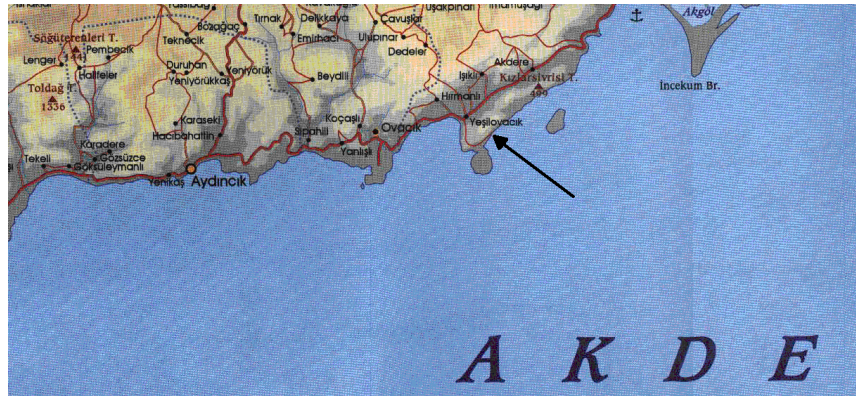
řekil 3.11. Kuvars örneklerin toplandıđı sahanın genel görünümü.



řekil 3.12. Kuvars yataklarının bulunduđu bölgenin yakından görünümü.



Şekil 3.13. Mersin iline ait harita numunenin toplandığı bölge haritanın ortasından geçen deltanın alt kısmında kalmaktadır.



Şekil 3.14. Numunenin toplandığı bölgenin harita üzerinde daha yakından gösterimi.

3.3. ÖRNEKLERİN HAZIRLANMASI

Bu çalışmada kullanılan kuvars örneklerin doğal olarak içinde kirliliklerin olacağı düşünüldüğünden elde edilen kuvars kumuna bir dizi fiziksel ve kimyasal ayrıştırma işlemi uygulanmıştır. Bu işlemler Mersin Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü Laboratuvarında yapılmıştır.

Bölgeden alınan kum şeklindeki kuvars örneklerin büyük tanecikli yapıya sahip olduğundan kuvars numune, kaba tanecik kuvars hazırlama yöntemine göre saflaştırma işleminden geçirilmiştir. Bu yöntemine göre kuvars numune öncelikle havanda yavaş hareketlerle dövülerek Retsch Analysensieb marka 140–250 µm lik eleklerden geçirilmiştir. Kuvars kumu içinden metal ve karbonat bileşiklerini uzaklaştırmak için elenen kaba tanecikler %10 luk HCl çözeltisi içinde bir gece bekletilmiştir ve ardından numuneyi nötr hale getirmek için numune birkaç defa su ile yıkanarak kurumayı için Elektro-Mag M420B marka 80°C lik etüvde bir saat bekletilmiştir. Daha sonra kum içinden organik maddeleri uzaklaştırmak için %38 lik H₂O₂ içinde reaksiyon bitinceye kadar yarım saat bekletildikten sonra numunenin nötr hale gelmesi için birkaç kez su ile yıkanmıştır ve ardından 80°C lik etüvde kurumaya bırakılmıştır. Son olarak kuvars kum içinden florit bileşikleri uzaklaştırmak için %40 lık HF çözelti içinde 40 dakika bekletilmiştir. Bu süre sonunda numune su ile iyice yıkanıp 5 dakika daha HF uygulamasından geçirilmiştir ve bu işlem sonucunda saf su ile defalarca yıkanıp nötr hale gelmesi sağlandıktan sonra 140 µm luk elekten ıslak eleme yolu ile geçirilmiştir. Eleme sonucunda eleğin üstünde kalan numune kaba tanecik boyutundaki kuvars mineralidir. Numune kurumayı için 80°C lik etüvde bekletilip, son olarak ayrıştırma işlemi uygulanan örneğin içinde ağır metal iyonlarının bulunması ihtimaline karşın Sodyumpolitikungsten çözeltisi içinde bir saat bekletilerek ağır metal parçalarının çökmesi sağlanmıştır ve Kuvars Kum örneği bu çözeltiden alınarak kurumayı için 80°C lik etüvde bir saat bekletilmiştir.

3.4. LÜMİNESANS

Latince “zayıf ışıldama” anlamına gelen Lüminesans eskiden beridir, çürüyen ağaç, bazı böcekler, mantarlar, balıklar, mikroorganizmalar, deniz algleri, mineraller ve polar ışıklardan çıkan bir zayıf ışıldama olarak bilinir. Bu ilginç ve başlangıçta gizemli olay son dört yüzyıl boyunca pek çok bilim adamının ilgisini çekmiştir. Buna rağmen, on dokuzuncu yüzyılın ortalarında Stokes (1852) bu konuda ilk yasayı formüle edinceye dek herhangi bir sistematik çalışma altına alınmamıştır.

Lüminesans tarihinde Stokes yasası olarak bilinen bu ilk yasa lüminesans dalga boyunun, uyarma radyasyonunun dalga boyundan daha büyük olduğunu ifade eder [55].

Bir maddeye enerji verildiğinde madde bu enerjinin bir kısmını soğurur, bir kısmını ise ışına yaparak ortama yayar. Bu ışınım lüminesans denir. Bu ışına görünür ışık bölgesinde veya morötesi ya da kızılötesi bölgede olabilir. Lüminesansın literatürdeki yeri oldukça geniştir. Lüminesans tarihinde ilk kez Wiedemann (1888) lüminesansı maddenin uyarılma türüne göre sınıflandırmıştır [56]. Bu sınıflandırma fotolüminesans, termolüminesans, elektrolüminesans, kristallüminesans, tribolüminesans ve kemilüminesans olmak üzere altı başlık altında yapılmıştır. Fakat bu alanda yapılan çalışmalar arttıkça lüminesansın daha başka sınıflara da ayrılması gerektiği görülmüştür.

Termolüminesans: Bir yarı iletken veya yalıtkan ısıtıldığında, ışınlama enerjisinin emilimine bağlı olarak bir ışık yayımlar. Bu yayımlanan ışık Termolüminesans olarak adlandırılır.

Kristallüminesans: Tribolüminesansın bir çeşidi olan, özgün kristallerin oluşumu sırasındaki yarılmadan kaynaklandığı düşünülen, çözeltilerin kristallenmesi sırasında yayımlanan ışıktır.

Kemilüminesans: Malzemenin kimyasal reaksiyonlarla uyarılması sonucu elde edilen ışına şeklidir.

Elektrolüminesans: Malzemenin bir elektrik alanına veya elektrik akımına maruz bırakılması sonucu oluşur. Yarı iletken malzeme güçlü elektrik alanda hızlandırılmış yüksek enerjili elektronlarla uyarılabilir.

Katodolüminesans: Bir yarı iletkenin katot ışın tüpü veya elektron tabancası kullanılarak elektron demeti ile bombardımana tutulduğunda meydana gelir.

Televizyon ekranlarındaki ve bilgisayar monitörlerindeki görüntü oluşumu bu fiziksel olay ile açıklanabilir.

Radyolüminesans: Malzemenin X- Işını, gama, katot veya anot ışınları ile uyarılması sonucu meydana gelir. Bu ışınların madde içinde aldığı yol çok daha fazla olduğundan katodolüminesanstan oldukça farklıdır.

Biyolüminesans: Kemilüminesansın bir değişik biçimidir. Canlı organizmalar, bitkiler, inorganik maddeler tarafından yaydığı ışımıdır.

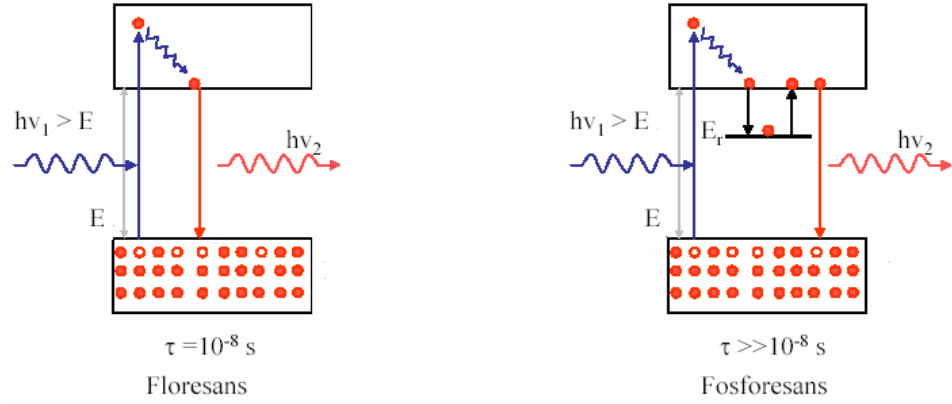
Optiksel Olarak Uyarılmış Lüminesans (OSL): Radyasyona maruz kalmış olan malzemenin mavi, yeşil, morötesi (UV) veya kızılötesi (IR) ışınlar ile uyarılması sonucu ışık yayımlamasıdır.

Tribolüminesans: Organik veya inorganik kristallerin ovalanması veya ezilmesi ile açığa çıkan ışımadır.

Fotolüminesans: Malzemenin kısa dalga boylu ışıklarla (morötesi) uyarılması ile oluşur.

İyonolüminesans: Malzemenin belli enerjiye sahip iyon demeti ile bombardıman edilmesi ile oluşur.

Maddeler belli bir zamanda lüminesans yayımlarlar. Bu nedenle lüminesans konusu sadece maddeyi uyarma türüne göre değil aynı zamanda lüminesans yayımlama zamanına göre de sınıflandırılır. Madde uyarıldıktan bir τ_c zaman sonra lüminesans yayımlar. Bu τ_c zamanı karakteristik zaman denen yayımlanma ömrüdür. Eğer $\tau_c > 10^{-8}$ s ise fosforesans, $\tau_c < 10^{-8}$ s ise floresans olur. Floresansta maddedeki yer değiştiren elektronlar asıl enerji seviyesine 10^{-8} veya 10^{-9} saniyede gelirler. Eğer bu zaman içinde yerlerine geri dönmeyi başaramazlarsa bir saniyeden birkaç saate kadar bu dönüşlerini erteleyeceklerdir. Bu şekilde oluşan yayınım fosforesans olacaktır. Fosforesans ve floresans mekanizması Şekil 3.15.' te gösterilmiştir.

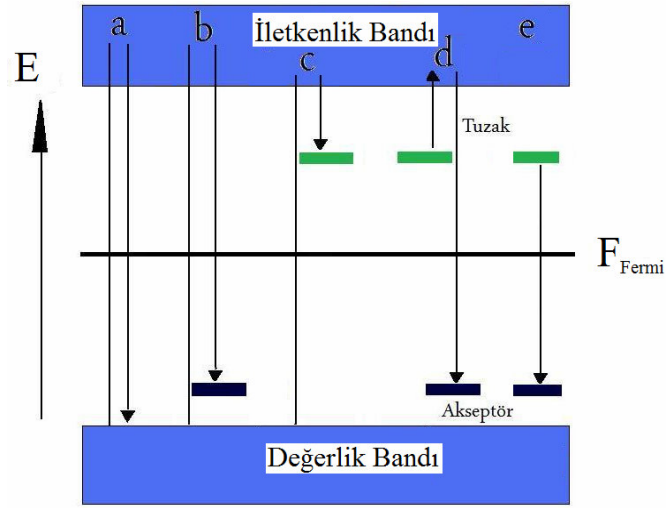


Şekil 3.15. Fosforesans ve floresans mekanizması.

Bir katıdaki lüminesans olaylarını incelemek için o materyaldeki bantlar arası elektron geçişleri hakkında bilgi edinilmesi gerekmektedir. Eğer bantlar arası mesafe çok yakın ise elektronlar çok çabuk serbest hale geçer ve lüminesans olayı gözlenmez. Bu nedenle lüminesans olayı; yasak enerji bant aralığının birbirine çok yakın olduğu iletkenlerde değil, bantların birbirinden uzak olduğu yalıtkan veya yarı iletkenlerde gerçekleşir.

Yalıtkan veya yarı iletkenlerdeki elektron geçişleri elektronlarca dolu değerlik bandı ile elektronların kararsız halde bulunduğu iletkenlik bandı arasında gerçekleşir. Bu iki bant arasında bazı kusurların neden olduğu yerel enerji seviyeleri vardır. Bu kusurların oluşumu farklı şekillerde gerçekleşebilir. Örgü içindeki kristal atomlarına yüksek hızlı elektron, nötron veya protonun çarpması ile örgü içindeki buldukları noktalardan koparak bu noktalarda bir kusur oluşturabilirler.

İletkenlik bandına yakın enerji seviyeleri tuzak, değerlik bandına yakın olan enerji seviyeleri ise yeniden birleşme merkezi (akseptör) olarak adlandırılır. Kristal uyarıldığında serbest hale geçen elektronlar bu enerji seviyelerini kullanarak veya doğrudan bantlar arası geçişlerde bulunurlar. Bu geçişler Şekil 3.16.' da gösterilmektedir.



Şekil 3.16. Kristal örgüdeki elektron geçişleri gösterilmektedir.

- Madde uyarıldığında, değerlik bandındaki elektron serbest hale geçerek iletkenlik bandına gelir.
- Madde uyarıldığında, değerlik bandından serbest hale geçen elektron iletkenlik bandına gelir ve değerlik bandına geri dönerken bir akseptör yani yeniden birleşme merkezine geçerek bir ışımaya yapabilir.
- Madde uyarıldığında, değerlik bandından serbest hale geçen elektron iletkenlik bandına gelir ve iletkenlik bandına yakın bir tuzak tarafından yakalanır. Böylece elektron tuzaklanmış olur. Bu geçiş sırasında madde ışımaya yapar.
- Tuzaklanmış elektron uyarılarak iletkenlik bandına geçer ve oradan kararlı hale geçmek için değerlik bandına dönerken bir yeniden birleşme merkezine geçebilir. Yine bu geçiş sırasında bir ışımaya gerçekleşir.
- Tuzaklanmış elektron uyarılarak doğrudan değerlik bandına geçebilir. Bu geçişte de bir ışımaya olayı gözlemlenir.

3.5. TERMOLÜMİNESANS

Bir yarı iletken veya yalıtkan ısıtıldığında, ışınlama enerjisinin emilimine bağlı olarak bir ışık yayımlar. Bu yayımlanan ışık Termolüminesans (TL) olarak adlandırılır. TL de ışımayı oluşturan temel sebep ısıtma sanılmasına karşın, ışımayı oluşturan kaynak maddenin dışarıdan aldığı radyasyondur. Isıtma sadece kristal yapıda biriken enerjinin yayınım sürecinin oluşması için tetikleyici görevi görür. Yalıtkan veya yarı iletken malzemeler dış ortamdan her an radyasyon almaktadır. Bu radyasyon malzemenin çevreden aldığı X, Gamma, IR veya UV ışınlar ile olabilir.

Bu radyasyon malzemeyi uyarır. Radyasyon ile uyarma kendini, kristal örgüdeki değerlik bandında bulunan elektronların kararlı ara enerji seviyelerine geçmesi ile gösterir. Kararlı ara enerji seviyelerine geçen elektronlar burada tuzaklanarak milyonlarca yıl kalabilir. Böylece malzeme bugüne kadar almış olduğu radyasyonu kaydetme özelliği kazanır. Bu da o malzemenin radyasyona ne kadar duyarlı olduğunu gösterir.

Elektronların tuzaklardan kurtulmaları için enerjiye ihtiyaçları vardır. Bu nedenle, malzeme lineer olarak ısıtılarak, tuzaklara yakalanmış elektronların tuzaklardan kurtulması sağlanır. Tuzaklardan kurtulan elektronlar iletkenlik bandına geçerler. İletkenlik bandına geçen elektronların bu enerji düzeyinde bulunma olasılıkları yalıtkanlar ve yarı iletkenler için çok düşük olduğundan, iletme katkıda bulunmadan optik seçim kurallarına ve enerji seviyeleri arasındaki geçiş olasılığına uygun olarak değerlik bandına yakın bir birleşme merkezine geçerler. Fazla enerjisini $h\nu$ enerjili fotonlar salarak verirler. Yayılan bu fotonlar sıcaklığın bir fonksiyonu olarak algılanıp, kaydedilir. Yayımlanan ışığın şiddetinin sıcaklığın bir fonksiyonu olarak çizilmesiyle elde edilen eğri "*Işıldama Eğrisi*" olarak bilinir. Işıldama eğrisinde gözlenen tepe sayısı, tepelerin biçimleri, maddeye verilen veya maddenin doğal ortamdan aldığı radyasyonun doğasına göre değişir. Aynı radyasyon kaynağı kullanılsa bile farklı dozdaki radyasyon değerleri için de bu tepeler değişim gösterebilir. Bu nedenle bir TL deneyi sırasında, farklı koşullar altında çeşitli ışıldama eğrileri elde edilebilir.

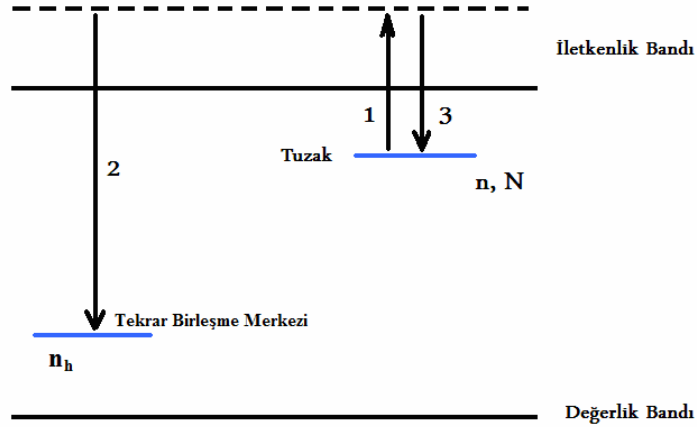
TL ışıldama eğrileri, geliştirilen bazı teknikler ile analiz edilebilmektedir. TL ışıldama eğrilerinin ölçülmesinin ve analizinin temel amacı malzemedeki TL sürecini tanımlamakta kullanılan bazı parametreleri tespit etmektir. Bu parametreler; TL tuzakları için aktivasyon enerjisi E (aynı zamanda tuzak derinliği olarak da bilinir), frekans faktörü s , TL sürecinin kinetik mertebesi b , tuzaklara ve yeniden birleşme merkezlerine yakalanma tesir kesitleri ve bu tuzak ve yeniden birleşme merkezlerinin konsantrasyonlarıdır.

3.6. KULLANILAN YÖNTEMLER

Bu bölümde anlatılan TL analiz yöntemleri için Pagonis V. ve arkadaşları tarafından yazılan “Numerical and Practical Exercises in Thermoluminescence” adlı kitaptan yararlanılmıştır [57].

3.6.1. Basit Termoluminesans Yöntem

Materyal ısıtıldığında yayımlanan ışık süreci Basit Termoluminesans Model ile anlatılabilir. Bu modele göre örneğin sıcaklığı artarken, tuzaklanan elektronlar Şekil 3.17.’deki okla gösterilen 1 geçişinde olduğu gibi iletkenlik bandına geçeceklerdir. Bu iletkenlik bandındaki elektronlar ya tekrar birleşme merkezindeki boşluklar ile birleşecekler (geçiş 2) ya da T elektron tuzagında yeniden tuzaklanacaklardır.



Şekil 3.17. TL olayı için basit 2 seviyeli model.

Kristal içindeki tuzakların toplam konsantrasyonu N (m^{-3}), kristalde t zamanında dolan tuzakların konsantrasyonları $n(t)$ (m^{-3}), tekrar birleşme merkezinde dolan tuzakların konsantrasyonları $n_h(t)$ (m^{-3}) olsun. $t=0$ anındaki dolu olan tuzakların başlangıç konsantrasyonu n_0 olarak gösterilsin. Buna göre yayımlanan ışığın şiddeti

$$I(t) = -\frac{dn_h}{dt} \quad (6.1.)$$

ile verilir.

3.6.2. Birinci, İkinci ve Genel Mertebe TL Kinetikleri için Bağlıntılar

Termolüminesans sürecini ifade eden denklemler birinci, ikinci ve genel mertebeden olmak üzere üçe ayrılır. E ; aktivasyon enerjisi veya tuzak derinliği, s ; frekans faktörü (s^{-1}), k ; Boltzman sabiti (eVK^{-1}), t ; zaman (s), T ; mutlak sıcaklık (K) ve n ; tuzaklanmış elektron sayısı olmak üzere;

Birinci mertebeden TL denklemi[10]

$$I(t) = -\frac{dn}{dt} = nse^{-E/kT} \quad (6.2.)$$

İkinci mertebeden TL denklemi[11]

$$I(t) = -\frac{dn}{dt} = \frac{n^2}{N} se^{-E/kT} \quad (6.3.)$$

Genel mertebeden TL denklemi[58]

$$I(t) = -\frac{dn}{dt} = n^b s^l e^{-E/kT} \quad (6.4.)$$

Tipik bir TL deneyi sırasında, materyalin ısıtılması için dT/dt olarak ifade edilen β doğrusal ısıtma hızı kullanılır ve buna göre materyalin sıcaklığı $T=T_0+\beta t$ olarak değişir. β lineer ısıtma hızını kabul ederek Denklem 6.2.- Denklem 6.4. integralleri alındığında aşağıdaki denklemler elde edilir;

$$I(t) = n_0 s \exp\left(-\frac{E}{kT}\right) \exp\left[-\frac{s}{\beta} \int_{T_0}^T \exp\left(-\frac{E}{kT'}\right) dT'\right] \quad (6.5.)$$

$$I(t) = n_0^2 \frac{s}{N} \exp\left(-\frac{E}{kT}\right) \exp\left[1 + \frac{n_0 s}{\beta N} \int_{T_0}^T \exp\left(-\frac{E}{kT'}\right) dT'\right]^{-2} \quad (6.6.)$$

$$I(t) = s^n n_0 \exp\left(-\frac{E}{kT}\right) \exp\left[1 + \frac{s^n (b-1)}{\beta} \int_{T_0}^T \exp\left(-\frac{E}{kT'}\right) dT'\right]^{\frac{b}{b-1}} \quad (6.7.)$$

$T_0 = t=0$ zamanında sıcaklık (K).

$s =$ “önüstel frekans faktörü” olarak tanımlanan bir elektron tuzağının sabit karakteristiği (s^{-1})’ dir. Tipik olarak, s ’ nin maksimum değeri örgü titreşim frekansının değerlerine karşılık gelir. Alacağı değer 10^{12} - 10^{14} s^{-1} mertebesindedir.

$N =$ toplam tuzak konsantrasyonu (m^{-3}).

$n = t$ zamanında tuzaklanan elektronların konsantrasyonu (m^{-3}).

$b =$ kinetik merteye olarak adlandırılan, 1 ile 2 arasında değişen değerler alan bir parametre.

$s' =$ genel mertebeden kinetik için adlandırılan “etkin üstel faktör” ($m^{3(b-1)} s^{-1}$).

$n_0 = (t=0)$ anında tuzaklanan elektron sayısı (m^{-3}).

$s'' = s' n_0^{(b-1)}$ = genel mertebeden kinetikler için “etkin frekans faktörü” olarak adlandırılan deneysel bir parametre (s^{-1}).

Denklem 6.2. ve Denklem 6.3. olarak gösterilen birinci ve ikinci mertebeden TL denklemleri türetilmesine rağmen Denklem 6.4. olarak ifade edilen genel mertebeden TL denklemi ise basit kabullenmeler kullanılarak türetilemez. Bu nedenle genel mertebeden TL denklemi tümüyle deneyseldir ve genel olarak gerçek fiziksel modellerle ilgisi yoktur.

Denklem 6.5. ve Denklem 6.7. denklemlerinin türevleri sıfıra eşitlenerek ışıltama pikinin maksimum değerini veren denklem hesaplanır. Buna göre;

$$\frac{\beta E}{kT_M^2} = s \exp\left(-\frac{E}{kT_M}\right) \quad \text{birinci mertebe} \quad (6.8.)$$

$$\frac{\beta E}{kT_M^2} = s \exp\left(-\frac{E}{kT_M}\right) \left[1 + \left(\frac{2kT_M}{E}\right)\right] \quad \text{ikinci mertebe} \quad (6.9.)$$

$$\frac{\beta E}{kT_M^2} = s \exp\left(-\frac{E}{kT_M}\right) \left[1 + (b-1) \left(\frac{2kT_M}{E}\right)\right] \quad \text{genel mertebe} \quad (6.10.)$$

denklemleri elde edilir. Denklemlerde geçen T_M terimi maksimum TL şiddetine karşılık gelen sıcaklığı ifade etmektedir.

Dikkat edilmelidir ki Denklem 6.5.-Denklem 6.7.’ de ortaya çıkan integraller basit fonksiyonlara göre hesaplanamaz, bu nedenle bu denklemler sayısal integrasyon metotları kullanılarak hesaplanmalıdır.

TL piklerinin analizi en çok üç parametrede sonuç verir. Bireysel TL pikleri, aktivasyon enerjisi E , frekans faktörü s ve kinetik mertebe b gibi kinetik TL parametrelerini açıklamak için bazı teknikler kullanılarak analiz edilebilir. Bu teknikler Termolüminesans Analiz Metotları başlığı altında anlatılmaktadır.

3.6.3. Termoluminesans Analiz Metotları

Bu bölüm Termoluminesans analiz yöntemleri içinde en sık kullanılan yöntemler olan Başlangıç Yükselme, Çeşitli Isıtma Hızlarına Dayalı Olan Analiz Metotları, Işıldama Eğrisinin Şekline Bağlı Olan Metot ve Işıldama Eğrisini Ayrıştırma olmak üzere dört başlık altında ele alınmıştır.

3.6.3.1. Başlangıç Yükselme Metodu

İlk olarak Garlick ve Gibson tarafından önerilen Başlangıç Yükselme Metodu her dereceden kinetiğe uygulanır ve bir pikin düşük sıcaklık aralığının analizine dayanır.

TL ışıldama eğrisinin düşük sıcaklık kuyruğundaki tuzaklanan elektronların miktarı yaklaşık olarak sabit kabul edilebilir. Çünkü $n(T)$ ' nin T sıcaklığına olan bağılılığı o sıcaklık bölgesinde ihmal edilebilirdir. Aslında, sıcaklık artarken Denklem 6.5.' teki ilk üstel ifade artar, buna karşın ikinci terimin değeri değişmeyip, bire eşit kalır. Bu, T_C kesme sıcaklığına kadar geçerlidir. T_C kesme sıcaklığı ise maksimum TL şiddeti I_M ' nin yaklaşık olarak %15' inden daha küçük olan TL şiddeti I_C ' ye uygun olarak seçilir. Sıcaklık arttığında ($T > T_C$), Denklem 6.5.' teki ikinci terimin değeri artar; Denklem 6.5.' teki iki terim arasındaki fark TL ışıldama eğrisinin tepe noktasında sonlanır.

$n(T)$ sabitinin bu kabulünü kullanarak termoluminesans yayını:

$$I(T) \propto \exp\left(-\frac{E}{kT}\right) \quad (6.11.)$$

şeklinde yazılabilir. Şekil 3.18. basit bir TL ışıldama eğrisinin başlangıç yükselme parçasını gösterir. Başlangıç yükselme metodunu kullanırken, $1/kT$ ye karşı $\ln(I)$ ' nin bir grafiği çizilir ve düz bir doğru elde edilir. s frekans faktörü hakkında herhangi bir değerlendirme yapmadan, doğrunun eğiminden E aktivasyon enerjisi elde edilir. Bir başlangıç yükselme çizim örneği Şekil 3.19.' da verilmektedir.

Başlangıç yükselme metodu için, Şekil 3.20.' de gösterildiği gibi grafiksel metot geliştirilmiştir. İzole edilmiş TL ışıldama eğrisinde bir I_C noktası belirlenip $N=(T_C/I_C)$ noktasında tanjant çizilir ve eğim hesaplanır, elde edilen I_T

$$I(T) = c \exp\left(-\frac{E}{kT}\right) \quad (6.12.)$$

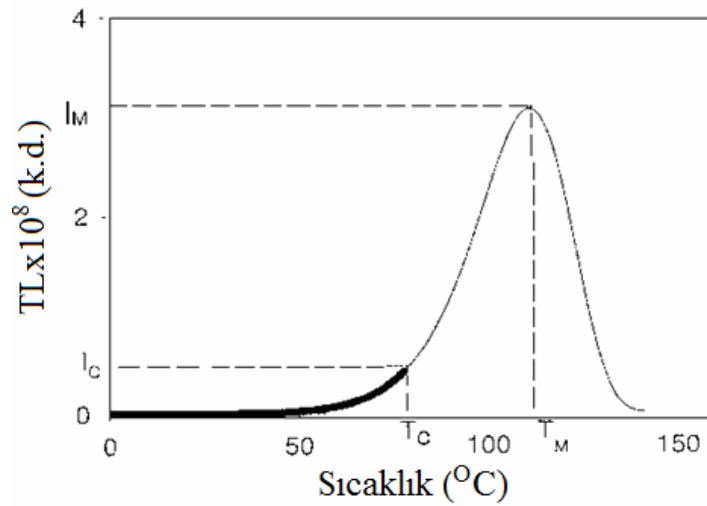
şeklinde yazılabilir. Bu ifadenin türevi şuna eşittir:

$$\frac{dI}{dT} = c \frac{E}{kT^2} \exp\left(-\frac{E}{kT}\right) = I \frac{E}{kT^2} \quad (6.13.)$$

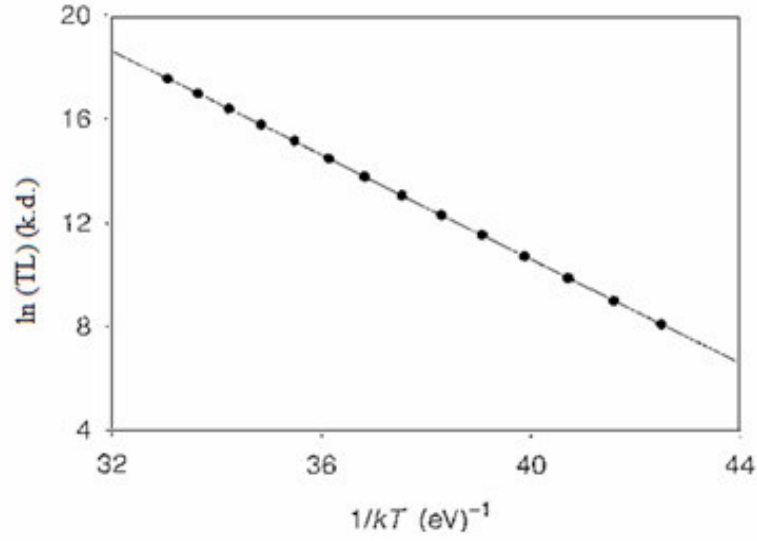
Şekil 3.20.'deki N noktasındaki teğetin eğimi Denklem 6.13.' de $T=T_C$ yerine konarak bulunur. Buna göre

$$\left. \frac{dI}{dT} \right|_{T=T_C} = I_C \frac{E}{kT_C^2} \quad (6.14.)$$

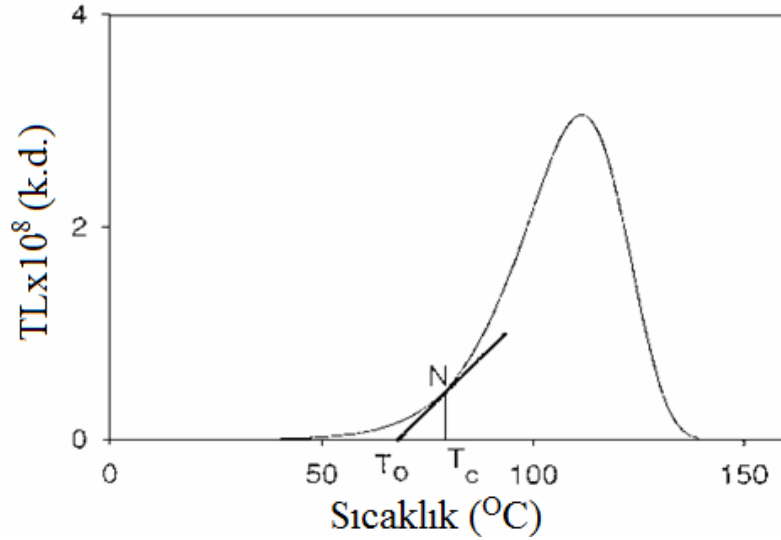
elde edilir.



Şekil 3.18. Bir termoluminesans ışıldama eğrisinin başlangıç yükselme bölümü.



Şekil 3.19. Şekil 3.18.' in başlangıç yükselme parçasına, Başlangıç Yükselme tekniğinin uygulanması.



Şekil 3.20. Başlangıç yükselme metodu için geliştirilen grafiksel metod.

Grafiğin X-eksenini kestiği nokta olan $M \equiv (T_0, 0)$ ' ı bulmak için teğet doğrusunun denklemi kullanılır. Buna göre

$$I - I_c = \frac{I_c E}{kT_c^2} (T - T_c) \quad , \quad I = 0 \quad (6.15.)$$

elde edilir.

Bu denklem sisteminin çözümü E değerini verir:

$$E = k \frac{T_c^2}{T_c - T_0} \quad (6.16.)$$

Aramu ve arkadaşları frekans faktörü s' nin T sıcaklığına bağlı olduğu durumda Başlangıç Yükselme Metodunu uyguladı [59]. Bu durumda TL şiddeti I

$$I \propto T^\alpha \exp\left(-\frac{E}{kT}\right) \quad (6.17.)$$

olarak yazılır. Burada α bir sabittir. Bu denklemden

$$\frac{d \ln(I)}{dT} = \frac{\alpha}{T} + \frac{E}{kT^2} \quad (6.18.)$$

elde edilir. Frekans faktörü s' nin T sıcaklığına bağlı olduğu genel durumda elde edilen denklemle karşılaştırılabilir:

$$\frac{d \ln(I)}{dT} = \frac{E_{IR}}{kT^2} \quad (6.19.)$$

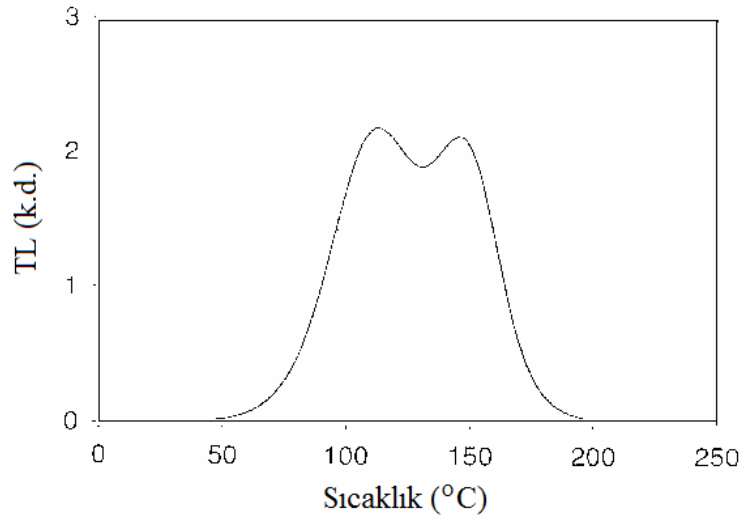
burada E_{IR} başlangıç yükselme metodu kullanılarak elde edilen aktivasyon enerjisidir.

Denklem 6.18. ve Denklem 6.19. karşılaştırıldığında gerçek aktivasyon enerjisi E elde edilir:

$$E = E_{IR} - \alpha kT \quad (6.20.)$$

Denklem 6.20., frekans faktörü s' nin T sıcaklığına bağlı olduğu genel durum için çok büyük bir yaklaşıklıkla E değerinin doğruluğunu kanıtlar.

Buradan anlaşılmaktadır ki, TL ışıldama eğrisinin tekrar çözümü üst üste binen piklerin varlığından dolayı doğru sonuç vermemektedir. Bu nedenle üst üste binen, izole olmayan TL pikleri için Başlangıç Yükselme Metodu uygun bir metod değildir. Böyle bir durum, yükselen parçasında bir omuz içerdiği iki farklı ışıldama eğrisi gösteren Şekil 3.21.' de betimlenmiştir. Şekil 3.21.' de gösterilen durumda, başlangıç yükselme metodu uygulanmadan önce, birçok parçadan oluşan TL ışıldama eğrisi kendini oluşturan bileşenlerine ayrıştırılmalıdır.

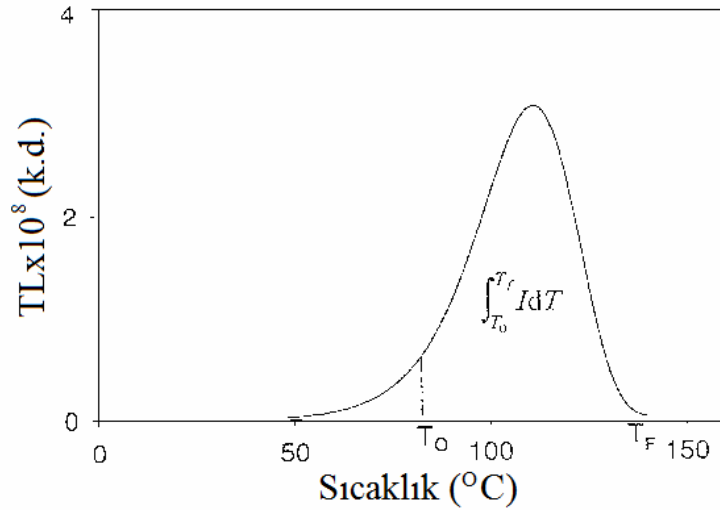


Şekil 3.21. Başlangıç yükselme metodunun yetersiz olduğu üst üste binen TL ışıldama piklerine bir örnek.

Karmaşık TL ışıldama eğrilerine başlangıç yükselme metodunu uygulamak için literatürde bazı metotlar önerilmiştir, ilk metot T_M-T_{STOP} olarak bilinen bir ısı yok etme tekniğini içerir [60]. Örnek, ışıldama eğrisinde gözlenen ilk tepenin maksimum sıcaklığının üstünde ısıtılır sonra, lüminesansın ihmal edilebilir olduğu sıcaklık değerine soğutulur ve sonra tekrar yeni tepenin maksimum sıcaklığının üstünde ısıtılır ve tekrar soğutulur. Bu işlem tüm tepeler için tekrarlanır. Bu metot her tepe için başlangıç yükselme eğrilerini temizlemeyi sağlar, pratikte TL tepelerinin tam bir ısı temizlenmesi garanti edilmez ve E değerleri çok kesin olmayabilir.

Başlangıç Yükselme Metodu kullanılarak analiz edilecek $I(T)$ serisini elde etmek için yavaş yavaş her seferinde daha yüksek T_{STOP} sıcaklığına gidilir. Bu yöntemle, grafik çizilerek E aktivasyon enerjisi T_{STOP} sıcaklığının bir fonksiyonu olarak elde edilir. Genellikle bir merdiven grafiği şeklinde elde edilir ve “ $E- T_{STOP}$ ” grafiği olarak isimlendirilir. Yöntem, TL tepeleri sıcaklığa uygun olarak bölündüğünde en iyi sonucu verir.

Bir başka metot McKeever tarafından geliştirilmiştir [61]. Bu metoda göre uyarılmış bir örnek ilk pikin düşük sıcaklık kuyruğundaki bir noktaya uygun olarak bir T_{STOP} sıcaklığına kadar lineer olarak ısıtılır. Örnek, tüm ışıldama eğrilerini elde etmek için soğutulur ve tekrar ısıtılır ve maksimum TL şiddetinin (T_M) sıcaklığı kaydedilir. İşlem birkaç defa tekrar uyarılan aynı örneklerle veya uyarılmış farklı bir örneklerle her defasında T_{STOP} ' in biraz daha yüksek değerini (T_{STOP} her seferinde 2°C ila 5°C ' ye kadar artırılır) kullanarak tekrarlanır. Daha sonra bir T_M ' e karşılık T_{STOP} grafiği çizilir. Elde edilen grafik, farklı aktivasyon enerjisi E ' ye karşılık gelen her düz alanla bir basamak eğrisi gösterir. Bu metot karmaşık bir ışıldama eğrisindeki piklerin durumu ve sayısı hakkında bilgi verir.



Şekil 3.22. Tüm ışıldama piki- alan ölçüm metodunda alan $n(T)$ ' nin hesaplanması.

3.6.3.2. Çeşitli Isıtma Hızlarına Dayalı Olan Analiz Metotları

TL çalışmalarında tuzak parametrelerini bulmak için kullanılan bir diğer analiz metodu ise literatürde VHR olarak geçen Çeşitli Isıtma Hızlarına Dayalı Analiz Metodu' dur. Bu metoda göre; aynı örnek için birkaç farklı lineer ısıtma hızında TL ışıltama eğrileri elde edilir. Bu metot uygulandığında elde edilen TL ışıltama eğrilerinde, β lineer ısıtma hızı değiştiğinde, pikin maksimum TL şiddetinin T_M sıcaklığı da değiştiği ve daha büyük ısıtma hızlarında T_M ' nin daha yüksek değerlerine doğru bir kayma oluşturduğu gözlemlenir.

Bohum birinci mertebeden bir kinetik piki için iki farklı ısıtma hızına dayanan bir E hesaplama metodu önerdi [62]. Maksimum koşul Denklemler 6.8. göz önünde bulundurularak ve iki farklı ısıtma hızı kullanılarak,

$$E = k \frac{T_{M1} T_{M2}}{T_{M1} - T_{M2}} \ln \left[\frac{\beta_1 \left(\frac{T_{M2}}{T_{M1}} \right)^2}{\beta_2} \right] \quad (6.21.)$$

elde edilir. T_M 1⁰C doğrulukla ölçülebilir, bu metot E ' yi %5 doğrulukla verir.

Biraz farklı bir metotta Hoogenstraaten, birinci mertebe denklemden başlayarak aşağıdaki doğrusal denklemi elde etmek için belirli ısıtma hızlarının kullanılmasını önerdi [63]:

$$\ln \left(\frac{T_M^2}{\beta} \right) = \frac{E}{kT_M} + \ln \left(\frac{E}{sk} \right) \quad (6.22.)$$

Sonuçta oluşan $\ln(T_M^2 / \beta)$ ' e karşılık $1/kT_M$ ' in çizimi E eğimli bir doğruyu verir ve bu eğim de $\ln(E/sk)$ ile düz bir doğru verir.

Chen ve Winer $I(T)$ ' nin genel mertebe ifadesinde ortaya çıkan integral için yaklaşım kullanan bir metot ileri sürmüştür, elde edilen ifade;

$$\ln \left[I_M^{b-1} \left(\frac{T_M^2}{\beta} \right)^b \right] = \frac{E}{kT_M} + c \quad (6.23.)$$

ile verilir. Burada c bir sabittir [64].

Bu denklem ile sol kısımdaki farklı b değerleri için değer hesaplayarak I/kT_M ' in bir fonksiyonu olan bir grafik serisi elde etmek mümkündür. Doğrusallığa en iyi yaklaşan grafik için b değeri bulunur ve grafikler, eğimi E olan düz bir doğruya fit edilir.

İkinci mertebe kinetik durumu için denklem şöyle olur:

$$\ln \left[I_M \left(\frac{T_M^2}{\beta} \right)^2 \right] = \frac{E}{kT_M} + c \quad (6.24.)$$

Bu metot, sadece b değerinin belirgin şekilde birden farklı olduğu durumlarda kullanışlıdır. Çünkü $b=1$ için maksimum TL şiddetinin T_M sıcaklığı, tuzaklanan elektronların n_0 başlangıç konsantrasyonundan bağımsızdır.

Chen ve Winer maksimum yayılım durumunu ve integral yaklaşımını kullanmıştır ve

$$\left(\frac{\beta}{T_M^2} \right) \cong \exp \left(-\frac{E}{kT_M} \right) \left(\frac{ks}{E} \right) [1 + (b-1)\Delta_M] \quad (6.25.)$$

elde etmişlerdir, burada $\Delta_M = 2kT_M / E$ ' dir[64]. $[1 + (b-1)\Delta_M]$ değeri bire yakındır ve bir sabit olarak düşünülebilir bu nedenle $1/kT_M$ ' e karşılık $\ln(\beta/T_M^2)$ çizimi, eğimi $-E$ olan düz bir doğru verir.

R. K. Gartia ve arkadaşları tarafından iki farklı ısıtma hızının kullanıldığı bir metot önerilmiştir [65]. Bu, bir birinci mertebeden pik için tam olarak geçerli olan Booth metoduna benzerdir ama bu durumda birinci mertebeden olmayan TL pikine uygulanabilir ve I_M değerinin β ile değişimi, T_M ' nin β ile değişiminden çok daha hızlı değişim gösterir. Genel mertebeden ifade kullanılarak

$$E = \frac{kT_{m1}T_{m2}}{T_{m1} - T_{m2}} \ln \frac{I_{m1}}{I_{m2}} \quad (6.26.)$$

elde edilir. Denklem 6.26. kullanıldığında E aktivasyon enerjisinde maksimum sistematik hata, kinetiklerin her mertebesi $1,1 \leq b \leq 2,5$ için %1' den daha küçüktür.

Chen ve Winer sıcaklığın s üstel faktörüne (s, T^α ile orantılı) bağlı olduğu bir durumda $1/kT_M$ ' e karşılık $\ln(T_M^2 / \beta)$ grafiğinin gerçek aktivasyon enerjisi E ' nin yerine $E + \alpha kT_M$ eğimli düz bir doğru verdiğini gösterdiler [64].

Dikkat edilmelidir ki Çeşitli Isıtma Hızlarına Dayalı Analiz Metodunun uygulanması sırasında örnek ve TL cihazındaki ısıtma levhası arasında iyi bir ısı temas sağlanması şarttır.

3.6.3.3. Işıldama Eğrisinin Şekline Bağlı Olan Metot

E, s ve b kinetik parametrelerini elde etmek için bir başka TL ısıldama eğrisi analiz metodu pikin geometrik özellikleri veya şekline bağlı olan Işıldama Eğrisinin Şekline Bağlı Olan Metot' dur.

İkinci mertebe kinetiğe uyan TL ısıldama pikleri hemen hemen simetrik bir şekil ile karakterize edilebilir buna karşın, birinci mertebe pikler asimetriktir. Elde edilen tipik bir TL ısıldama eğrisinde Işıldama Eğrisinin Şekline Bağlı Olan Metot' un uygulanması için aşağıda tanımlanan parametreler Şekil 3.23.' de gösterilmektedir.

T_M maksimumdaki pik sıcaklığıdır.

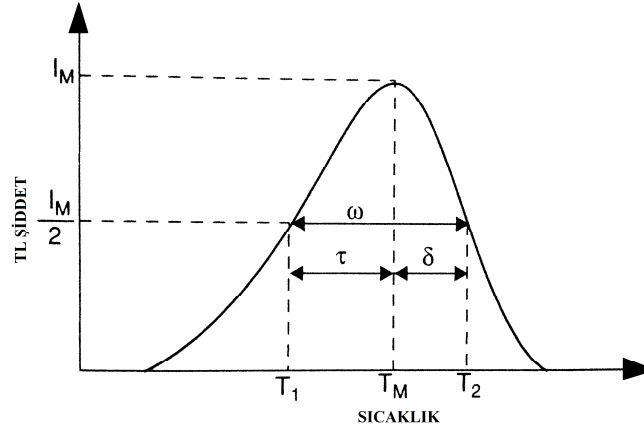
T_1 ve T_2 sırasıyla, şiddetin ortasına karşılık gelen T_M ' in her iki tarafındaki sıcaklıklardır.

$\tau = T_M - T_1$ pikin düşük sıcaklık tarafındaki yarı genişliğidir.

$\delta = T_2 - T_M$ ısıldama pikinin yarı yüksekliğine karşılık gelir.

$\omega = T_2 - T_1$ toplam yarı genişliktir.

$\mu = \delta/\omega$ simetri faktörüdür veya geometrik şekil olarak da isimlendirilir.



Şekil 3.23. Geometrik şekil değerleri τ , δ , ω .

Grossweiner E tuzak derinliğini hesaplamak için ısıldama eğrisinin şeklini kullanan ilk kişidir [66]. Geliştirdiği metot T_M maksimum şiddet sıcaklığına ve T_1 yarı şiddetteki düşük sıcaklığa dayanır ve aktivasyon enerjisi E ' yi birinci mertebe kinetiği ele alarak

$$E = 1.51k \frac{T_M T_1}{T_M - T_1} \quad (6.27.)$$

şeklinde elde etmiştir. Bu ifade, E' yi hesaplamada daha iyi bir kesinlik elde etmek için 1,51 Grossweiner faktörü yerine 1,41 konulmasıyla Chen tarafından deneysel olarak değiştirilmiştir [67]. Bu nedenle Işıldama Eğrisinin Şekline Bağlı Olan Metot literatürde Chen Metodu olarak da geçmektedir. Daha sonra hem birinci hem de ikinci mertebe kinetik için TL ışıldama eğrisinin şekline dayanan bazı yaklaşımlar yapılmıştır. Birinci mertebe kinetik için :

$$E = \frac{kT_M^2}{\delta} \quad (6.28.)$$

şeklinde, ikinci mertebe kinetik için Lushchik formülü [68].

$$E = \frac{2kT_M^2}{\delta} \quad (6.29.)$$

Chen Denklem 6.28.' i 0, 978 ile ve Denklem 6.29.' ü 0,853 ile çarparak E değerini daha iyi bir doğrulukla elde etmek için Denklem 6.27' i değiştirdi [67].

Halperin ve Braner ışıldama eğrisinde hem T_1 hem de T_2' yi kullanarak farklı bir yaklaşımda bulundu [69]:

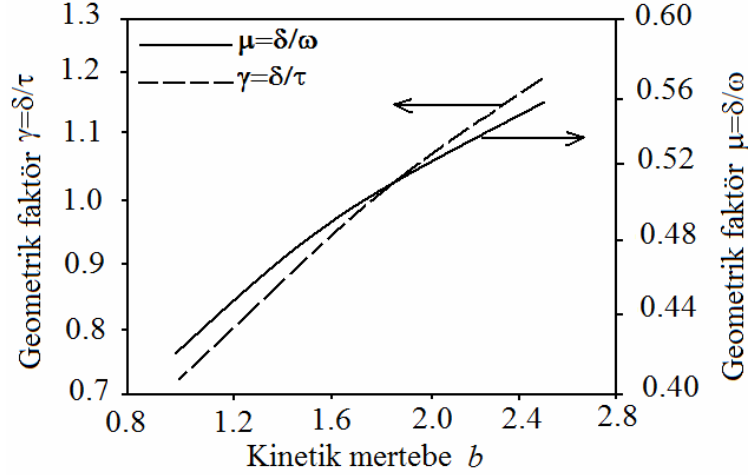
$$E = \frac{1.72}{\tau} kT_M^2 (1 - 2.58) \quad \text{birinci mertebe için} \quad (6.30.)$$

$$E = \frac{2}{\tau} kT_M^2 (1 - 3\Delta_M) \quad \text{ikinci mertebe için} \quad (6.31.)$$

Halperin ve Braner' in denklemleri, E' ye bağlı Δ_M 'nin varlığından dolayı aktivasyon enerjisi E' yi bulmak için iteratif bir yöntem gerektirir. Bu zorluğun üstesinden gelmek için, yeni bir yaklaşım metodu aşağıdaki ifadeleri elde eden Chen tarafından önerilmiştir [67]:

$$E = 2kT_M \left(1.25 \frac{T_M}{\omega} - 1 \right) \quad \text{birinci merteye için} \quad (6.32.)$$

$$E = 2kT_M \left(1.25 \frac{T_M}{\omega} - 1 \right) \quad \text{ikinci merteye için} \quad (6.33.)$$



Şekil 3.24. Kinetik merteye b ile geometrik faktörler $\mu=\delta/\omega$ ve $\gamma=\delta/\tau$ arasındaki ilişki.

Chen E' yi hesaplamak için genel ifadeler de türetti [70]. Chen' in geliştirdiği Metot 0, 1 eV ile 2, 0 eV arasında geniş bir enerji aralığı ve 10^5 s^{-1} ile 10^{23} s^{-1} arasındaki üstel ifadelerin değerleri için kullanışlıdır. Ayrıca, Chen' in metodu pik şekliinden μ simetri faktörünü kullanarak bulunan kinetik mertebenin bilinmesini gerektirmez. Denklemler şu hale toplanabilir;

$$E_\alpha = c_\alpha \left(\frac{kT_M^2}{\alpha} \right) - b_\alpha (2kT_M) \quad (6.34.)$$

burada α ; τ , δ veya ω ' dır. Birinci mertebeden TL ışıltama pikleri için $\mu=0,42$ ve ikinci mertebeden TL ışıltama pikleri için $\mu = 0,52$ için c_α ve b_α ' nın değerleri aşağıdaki gibi özetlenebilir:

$$c_\tau = 1.510 + 3.0(\mu - 0.42) \quad b_\tau = 1.58 + 4.2(\mu - 0.42) \quad (6.35.a.)$$

$$c_{\delta} = 0.976 + 7.3(\mu - 0.42) \quad b_{\delta} = 0 \quad (6.35.b.)$$

$$c_{\omega} = 2.52 + 10.2(\mu - 0.42) \quad b_{\omega} = 1 \quad (6.35.c.)$$

Chen, Şekil 3.24.' de gösterildiği gibi ölçülen bir μ değerinden b' nin değerini bulmak için kullanılabilen 0,7 ile 2,5 arasında değişen b değerleri için 0,36' dan 0,55' e kadar değişen μ' nün grafiğini hesapladı [70]. Bir diğer grafik, Şekil 3.24.' de de gösterilen ve $\gamma = \delta/\tau$ parametresinin bir fonksiyonu olarak kinetik mertebeleri veren Balarin tarafından önerilmektedir [71].

3.6.3.4. Işıldama Eğrisini Ayırıştırma

Bilgisayarla ışıldama eğrisi ayırıştırma analizleri konusu, gelişmiş ışıldama eğrisi dekonvülyasyon tekniklerinin (GCD) geliştirilmesiyle son on yıl boyunca çok popüler olmaya başlamıştır.

Chen ve McKeever pek çok pike sahip TL ışıldama eğrilerinin analizinde, “curve fitting” işlemlerinin yaygın olarak kullanıldığını rapor etmişlerdir[72]. Başlıca önemin, dikkatli bir şekilde ölçülen TL ışıldama eğrisinin kullanımı olduğuna vurgu yaparlar çünkü ışıldama eğrisinin ölçümündeki herhangi bir hata ayırıştırma işleminde hatalı sonuçlara sebep olabilir. Böyle işlemler daha çok birinci mertebeden olan Randall-Wilkins tipi matematiksel ifadelerin lineer üst üste gelme durumunda doğru sonuçlar verir.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

Bu bölümde, Bölüm 3.3.' te anlatıldığı gibi saflaştırma işlemi uygulanan 140-250 µm büyüklüğündeki taneciklere sahip Doğal Kuvars Kumu ile yapılan deneysel çalışmalara ve sonuçlara yer verilmektedir. Mersin' in Yeşilovacık bölgesinden temin edilen kuvars örneklerin saflığını kontrol etmek amacıyla öncelikle TÜBİTAK bünyesindeki Marmara Araştırma Merkezi(MAM)' ne gönderilmiş ve orada XRF (X- Işınları Floresans) analizleri yapılmıştır. Aşağıdaki tabloda ayrıştırılmadan önce ve ayrıştırılmadan sonraki kuvars örneklerin analiz sonuçları verilmiştir. Yapılan inceleme sonuçları incelendiğinde de kimyasal ayrıştırma işleminden sonra örneklerimizin oldukça saf olduğu söylenebilir. Element analizi sonucunda örneğimizden elde edilen sonuçlar Çizelge 1.' de verilmektedir.

Örneklerimizin saf olduğunu XRF tekniği ile öğrendikten sonra numunelerimizin TL analizlerine geçilmiş ve ayrıca optiksel soğurma deneyleri yapılmıştır. Bu nedenle deneysel sonuçları Termoluminesans ve Optiksel Soğurma Ölçümleri adı altında iki basamakta vermek uygun olacaktır.

Çizelge 1. Doğal Kuvars Mineralinin Elemental Analiz sonucunda elde edilen % Element ve Oksit oranları.

Elemental Analiz Öncesi		Elemental Analiz Sonrası	
% ELEMENT	% OKSİT	% ELEMENT	% OKSİT
Al= 3,71	Al ₂ O ₃ = 5,802	Al= 0,080	Al ₂ O ₃ = 0,151
Ca= 1,468	CaO= 2,054	Ca= 0,320	CaO= 0,447
Cl= 0,092	Cl= 0,092	Cl= 0,050	Cl= 0,050
Cr= 0,006	Cr ₂ O ₃ = 0,009	Cr= 0,006	Cr ₂ O ₃ = 0,008
Fe= 0,150	Fe ₂ O ₃ = 0,214	Fe= 0,043	Fe ₂ O ₃ = 0,062
K= 1,162	K ₂ O= 1,400	K= 0,025	K ₂ O= 0,030
Mg= 0,935	MgO= 1,550	Mg= 0,225	MgO= 0,373
Mn= 0,005	MnO ₂ = 0,008	Na= 0,026	Na ₂ O= 0,035
Zn= 0,003	ZnO= 0,003	Ni= 0,001	NiO= 0, 002
O= 51,548		O= 53,025	
P= 0,141	P ₂ O ₅ = 0,323	P= 0,166	P ₂ O ₅ = 0,379
S= 0,030	SO ₃ =0,075	S= 0,022	SO ₃ =0,055
Si= 41,240	SiO ₂ = 88,227	Si= 45,965	SiO ₂ = 98,385
Sr= 0,002	SrO= 0,002	Sr= 0,001	SrO= 0,001
Ti= 0,131	TiO ₂ = 0,218	Ti= 0,030	TiO ₂ = 0,050
Zr= 0,014	ZrO ₂ = 0,020	Zr= 0,016	ZrO ₂ = 0,022
Rb= 0,001	Rb= 0,001		

4.1. Termoluminesans Ölçümleri

Çalışmanın ilk aşamasında detayları Bölüm 3.1.1.' de verilen TL sistemi ile ölçüme geçilmiştir. Toz halindeki kuvars örnekler ince bir alüminyum üzerine dökülmüş ve silikon sprey ile kuvars örnekler yapıştırılmıştır. Bu şekilde hazırlanan örnekler beta kaynağına yerleştirilmiştir. TL sisteminin bağlı olduğu beta kaynağının aktivitesi oldukça düşük olduğu için 10 dakika kadar ışınlamaya maruz bırakılmış ancak TL sonuçlarından istenilen verim alınamamıştır. Bu nedenle örneklerimiz bu

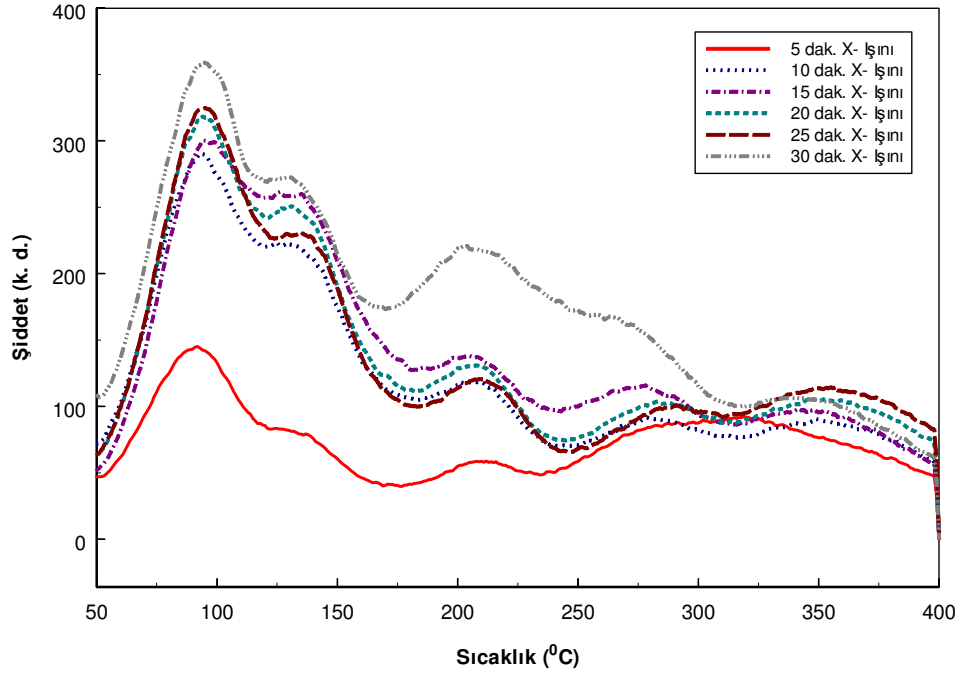
sefer yine aynı laboratuarda bulunan ve özellikleri Bölüm 3.1.3.' te verilen X- ışınına maruz bırakılmıştır.

Kuvars kumunun TL karakterizasyonu hakkında bilgi edinebilmek için değişen doz miktarının, tavlama işleminin ve çeşitli ısıtma hızlarının ışıldama eğrisi üzerine etkisini inceleyen uygulamalar ile T_M - T_{STOP} ve pik şekli metotları kullanılmıştır. Bu nedenle Termoluminesans Ölçümleri bu çalışmaları içeren beş başlık altında anlatılacaktır.

4.1.1. Değişen Doz Miktarının Işıldama Eğrisi Üzerine Etkisi

Öncelikle örneğimiz 5 dakika kadar ışınlamaya maruz bırakılmış ve hemen ardından TL sisteminde ölçüm aşamasına geçilmiştir. Farklı doz miktarları ile ışınlamaya maruz bırakılan kuvars örneğimizin TL ışıldama eğrileri elde edilmiştir. Burada ısıtma işlemi 50°C den 400°C ye kadar olup ısıtma hızı 5°C/s dir. Şekilden de açıkça anlaşılacağı üzere ışıldama eğrileri 90°C, 125°C, 210°C, 290°C ve 320°C' de piklerden oluştuğu görülmektedir. Kuvars örneğimizin ışınlamaya verdiği cevabı görebilmek için yine aynı şartlar altında örneğimiz 10, 15, 20, 25 ve 30 dakika kadar X-ışınlarına maruz bırakılmış ve her seferinde TL ışıldama eğrileri alınmıştır. Bu durum Şekil 4.1.' de verilmiştir.

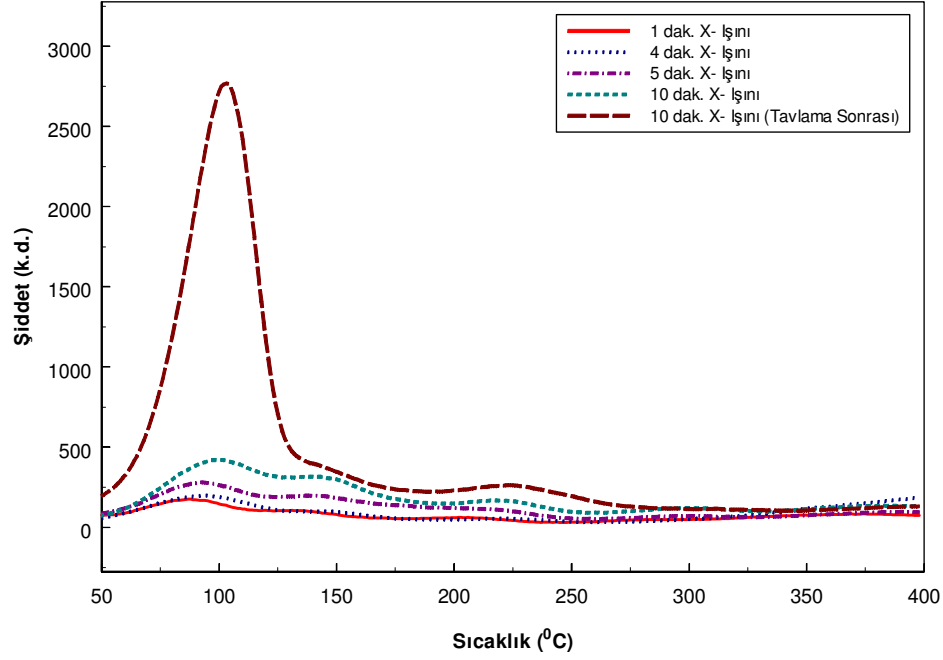
Elde edilen TL Işıldama Eğrilerinden de açıkça görüldüğü üzere X-ışınlarına maruz bırakılma süresi arttıkça ışıldama eğrilerinin şiddeti artmaktadır. Bu artmanın en şiddetli olduğu pik literatürde 110°C piki olarak geçen fakat araştırmada kullanılan kuvarsta 90°C civarında gözlenen piktir [19]. Aslında diğer sıcaklık derecelerinde görülen piklerde de artış görülmektedir ancak bu sıcaklık 90°C de gözlenen pikteki kadar şiddetli olmadığı için bu sıcaklıktaki artış diğer pikleri bastırmıştır. Kaynak araştırmasında verildiği gibi kuvars örnekler için elde edilen sıcaklık değerleri literatür ile iyi bir uyum içerisindedir [33].



Şekil 4.1. Farklı radyasyon dozu ile uyarılan kuvars kumuna ait TL ışıldama eğrileri.

4.1.2. Tavlama İşleminin Işıldama Eğrisi Üzerine Etkisi

Tavlama işleminin ışıldama eğrisi üzerine etkisini incelemek için bir çalışma yapılmıştır. Bunun için örnekler öncelikle 1, 4, 5 ve 10 dakika X- Işınına maruz bırakılmıştır. Alınan bu ölçümlerden sonra kuvars kumu örneği 500°C' de 1 saat tavlama işlemine tutulup 10 dakika X- Işını verilmiştir ve ölçümler sonucunda Şekil 4.2.' de gösterilen ışıldama eğrisi elde edilmiştir. Şekil 4.2.' den de görüldüğü üzere kuvars kumu örneklerine verilen radyasyon dozu arttıkça TL Şiddeti de artmıştır. Bunun yanı sıra tavlama yapılan örneğin şekilden görüldüğü üzere tavlama işleminden sonra ışıldama eğrisinde bir değişim gözlenmiştir. Tavlamadan sonra şiddet büyük ölçüde artmıştır. En belirgin artış 100 °C' deki tepede gözlemlenmiş ve 6 kat bir artış olmuştur. Diğer tepe değerlerinde de bir artış olmuştur ancak bu 100 °C' de olduğu kadar belirgin değildir.



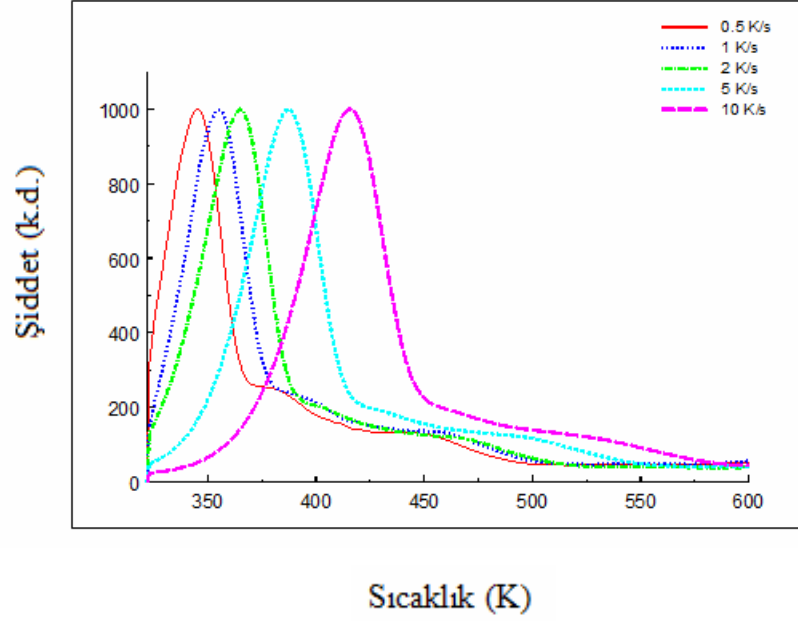
Şekil 4.2. Tavlama işleminin ışıldama eğrisi üzerine etkisi.

4.1.3. Çeşitli Isıtma Hızlarının ışıldama Eğrisi Üzerine Etkisi

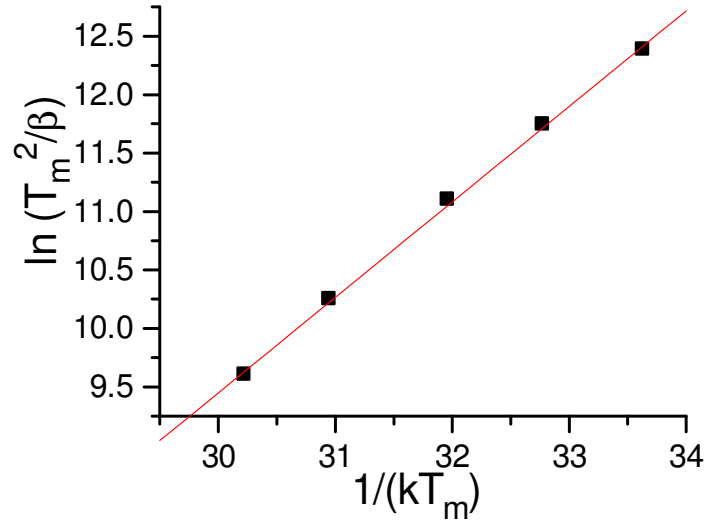
500°C' de bir saat tavlansın 10 dakika boyunca X-ışınına maruz bırakılmış doğal kuvars örneği için $\beta=0,5$, $\beta=1$, $\beta=2$, $\beta=5$ ve $\beta=10$ ısıtma hızları ile ayrı ayrı beş tane TL ışıldama eğrisi elde edilmiştir. Elde edilen TL ışıldama eğrilerinin ilk piklerinin şiddeti 1000 olacak şekilde normalize edilmiştir. Normalize edilen ışıldama eğrilerinin ısıtma hızı değişikçe meydana getirdiği ısıl kaymayı belirtmek için tüm ışıldama eğrileri Şekil 4.3.' de bir arada gösterilmiştir.

Şekil 4.3.' den de görüleceği üzere tüm ışıldama eğrileri üç pikten oluşmaktadır. Elde edilen bu beş eğri için maksimum sıcaklık değerleri kaydedilerek $\ln(T_M^2 / \beta)$ ' e karşılık $1/kT_M$ ' in grafiği çizilmiştir. Beş farklı ısıtma hızı için beş farklı konumdaki noktalar bir doğru oluşturmuş fakat bu grafikte gözlemlenen doğru daha dikkatle incelendiğinde, yüksek ısıtma hızı değerlerini ifade eden noktaların düz doğru üzerinden uzaklaşmış olduğu tespit edilmiştir. Bunun üzerine beş farklı ısıtma hızı için her gözlenen ışıldama eğrisindeki her bir pik için Kitis'in doğrulama işlemi yapılmıştır [73]. Üç pik için yapılan doğrulama işlemi

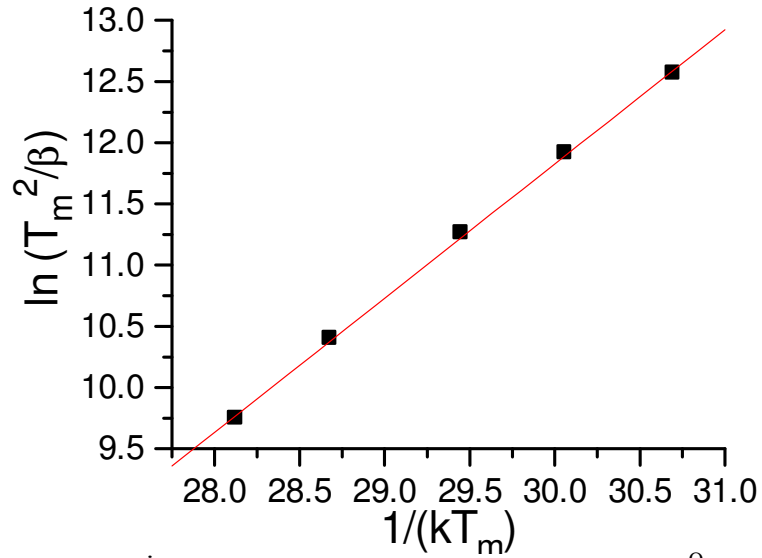
sonucunda Şekil 4.4., Şekil 4.5. ve Şekil 4.6.’ da gösterilen doğrusal grafikler elde edilmiştir. Bu işlem sonucunda her bir düz doğrunun eğimi alınarak kinetik parametreler hesaplanmıştır.



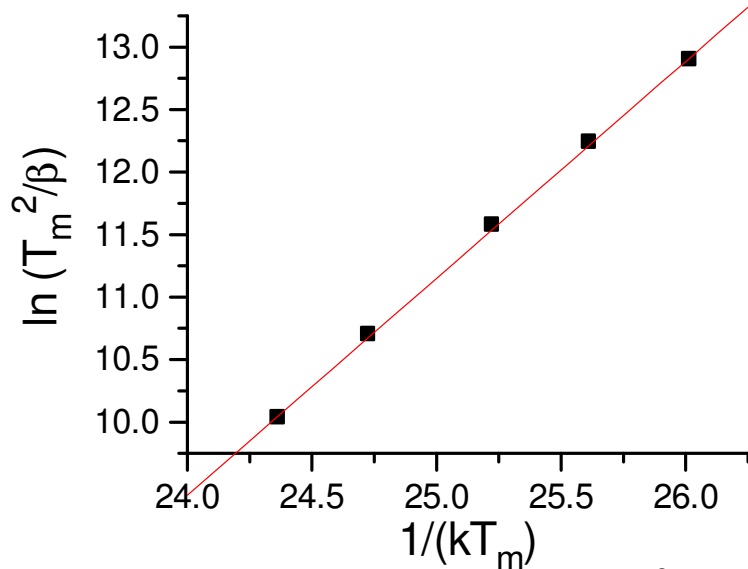
Şekil 4.3. Farklı ısıtma hızları kullanılarak elde edilen ışıltama eğrileri.



Şekil 4.4. Birinci pik için $\beta=0,5$, $\beta=1$, $\beta=2$, $\beta=5$ ve $\beta=10^{\circ}\text{C/s}$ ile elde edilen $\ln(T_M^2/\beta)$ 'ye karşılık $1/kT_M$ 'ın grafiği.



Şekil 4.5. İkinci pik için $\beta=0,5$, $\beta=1$, $\beta=2$, $\beta=5$ ve $\beta=10$ °C/s ile elde edilen $\ln(T_M^2/\beta)$ 'ye karşılık $1/kT_M$ 'ın grafiği.



Şekil 4.6. Üçüncü pik için $\beta=0,5$, $\beta=1$, $\beta=2$, $\beta=5$ ve $\beta=10$ °C/s ile elde edilen $\ln(T_M^2/\beta)$ 'ye karşılık $1/kT_M$ 'ın grafiği.

Prokic ve arkadaşlarının belirttiği Denklem 4.1.' e göre $\beta=0,5$ °C/s ve $\beta=1$ °C/s ısıtma hızları kullanılan birinci pik için T_M^j değeri 354 K ve T_M^i değeri ise 345 K olarak alınmıştır [74]. Bu değerler belirtilen denklemde yerine konmuştur ve buradan doğrulama katsayısı olarak adlandırılan c_1 değeri 12,98 olarak elde edilmiştir. Aynı işlemler ikinci ve üçüncü pikler için de uygulanmıştır.

$$T_M^j = T_M^i - c \ln \left(\frac{\beta_i}{\beta_j} \right) \quad (4.1.)$$

İkinci pik için T_M^j değeri 386 K ve T_M^i değeri ise 378 K olarak, üçüncü pik için ise T_M^j değeri 453 K ve T_M^i değeri ise 446 K olarak alınmıştır. Bu değerler Denklem 4.1.' de yerine konmuştur ve sırasıyla $c_2=11,54$ ve $c_3=10,09$ değerleri bulunmuştur.

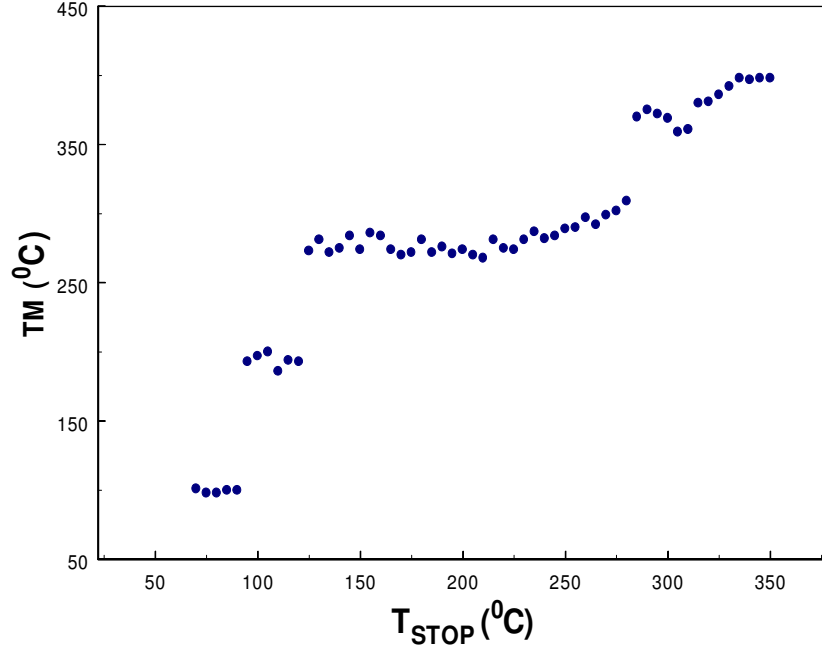
Yukarıdaki şekillerde gösterilen doğruların eğimi E enerji değerlerini, bu doğrudaki noktaların $1/kT_M'$ i kestiği nokta ise $\ln(E/ks)$ değerlerini vermektedir.

Birinci pik için elde edilen doğrunun eğiminden % 4 hata hesabı ve 0,999 uyum değeri ile $E=0,81684eV$ olduğu bulunmuştur. Bu değer $\ln(E/ks)$ eşitliğinde yerine konduğunda ise frekans faktörü $s=3,28 \times 10^{10} s^{-1}$ elde edilmiştir. Aynı işlemler ikinci ve üçüncü pik değerleri için de uygulanmış olup ikinci pik için % 0,03 hata hesabı ve 0,999 uyum değeri ile $E=1,09689 eV$, $s=1,82 \times 10^{13} s^{-1}$ ve üçüncü pik için ise % 0,025 hata hesabı ve 0,999 uyum değeri ile $E=1,73512eV$ ve $s=1,99 \times 10^{18} s^{-1}$ olarak bulunmuştur.

4.1.4. T_M - T_{STOP} Metodu

İç içe geçmiş TL ışıldama eğrilerinin yaklaşık olarak kaç pikten oluştuğunu belirlemek için T_M - T_{STOP} metodu kullanılır. Materyal ve Metot' ta da anlatıldığı gibi McKeever tarafından geliştirilen T_M - T_{STOP} metoduna göre; uyarılmış bir örnek ilk pikin düşük sıcaklık kuyruğundaki bir noktaya uygun olarak bir T_{STOP} durdurma sıcaklığına kadar lineer olarak ısıtılır. Örnek, tüm ışıldama eğrilerini elde etmek için soğutulur ve tekrar ısıtılır ve maksimum TL şiddetinin T_M sıcaklığı kaydedilir. Böylece T_M değerlerine karşılık T_{STOP} değerlerinden oluşan merdiven şeklinde bir grafik elde edilir. T_M' e karşılık T_{STOP} grafiği farklı aktivasyon enerjilerine karşılık gelen platolardan oluşur.

Kuvars Kum örnekleri ilk olarak 500°C de 1 saat tavlama işlemine tutulmuştur ve ardından X-Işınına maruz bırakılarak 300 Gy radyasyon dozu alması sağlamıştır. Ardından 5°C' lik adımlarla 70°C den 350°C ye kadar değişen T_{STOP} değerleri ile ısıl temizleme işlemi uygulanmıştır. 5°C/s lik lineer ısıtma hızı ile her temizleme sürecinin ardından elde edilen ışıldama eğrilerinin T_M sıcaklığının T_{STOP} sıcaklığına karşı grafiği Şekil 4.7.' de gösterilmiştir.



Şekil 4.7. Kuvars Kumuna ait 5°C/s ısıtma hızı ile 50°C den 350°C' ye kadar uygulanarak elde edilen T_M - T_{STOP} grafiği.

Şekil 4.7.' de gösterilen T_M - T_{STOP} grafiğine göre Kuvars Kum örneğine ait TL Işıldama Eğrisi dört pikten oluşmaktadır. Bu pik değerleri yaklaşık olarak 98°C, 190°C, 276°C ve 368°C dir.

4.1.5. Pik Şekli Metodu

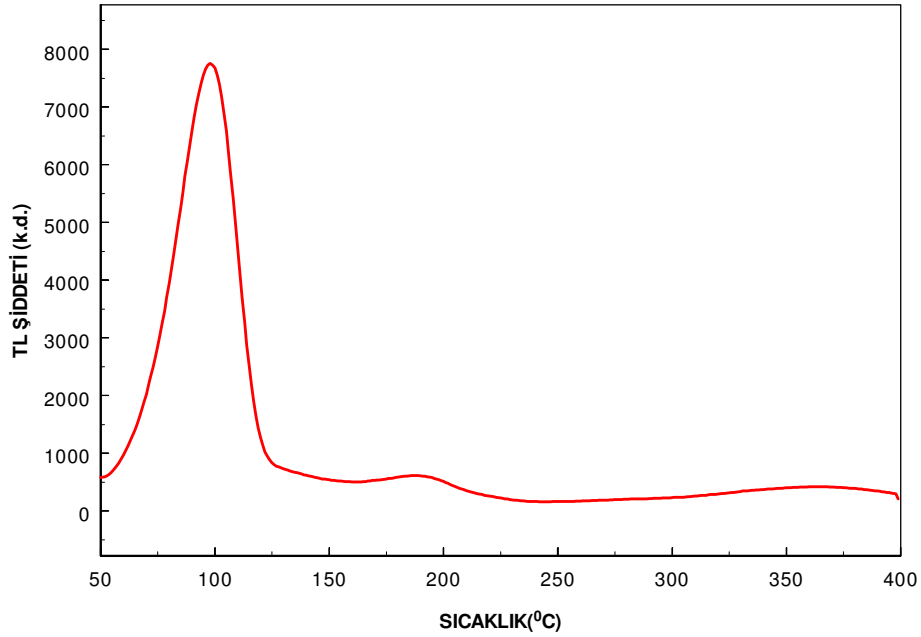
Literatürde Chen Metodu olarak da geçen bu metotta, kinetik parametreler E , s ve b yi belirlemek için ışıldama eğrisinin şekli kullanılır. Chen kinetik parametreleri hesaplamak için genel ifadeler de türetti: $\omega=T_2-T_1$, $\delta=T_2-T_M$, $\tau=T_M-T_1$ burada maksimum sıcaklık T_M , yarı yüksekliğin genişliği ise T_1 ve T_2 dir. Elde

edilen ω , δ , τ deęerleri kullanılarak simetri faktörü μ_p hesaplanarak kinetik merteye b hesaplanabilir. E ve s parametreleri ařağıdaki baęıntılara göre hesaplanmıřtır;

$$E = \frac{c_\gamma k T_M^2}{\gamma} - b_\gamma 2k T_M \quad (4.2.)$$

$$\frac{\beta E}{k T_M} = s \left[1 + (b-1) \frac{2k T_M}{E} \right] \exp\left(-\frac{E}{k T_M}\right) \quad (4.3.)$$

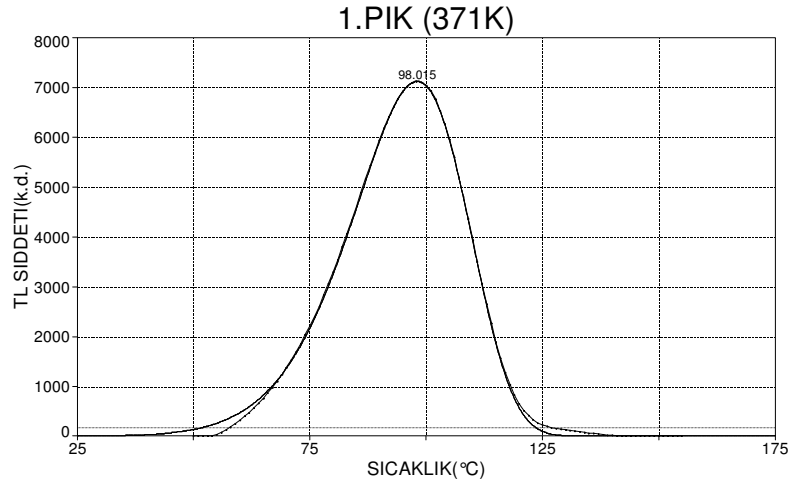
burada β ısıtma hızı olup, γ ise ω , δ , τ dur. $T_M - T_{STOP}$ uygulanan, Őekil 4.8.'deki Kuvars Kum örneęinden elde edilen ıřıldama eęrisine, bilgisayar destekli program aracılıęı ile GCD (Glow Curve Deconvulation) metodu uygulanarak malzemenin ıřıma pikinin analizi yapılmıřtır.



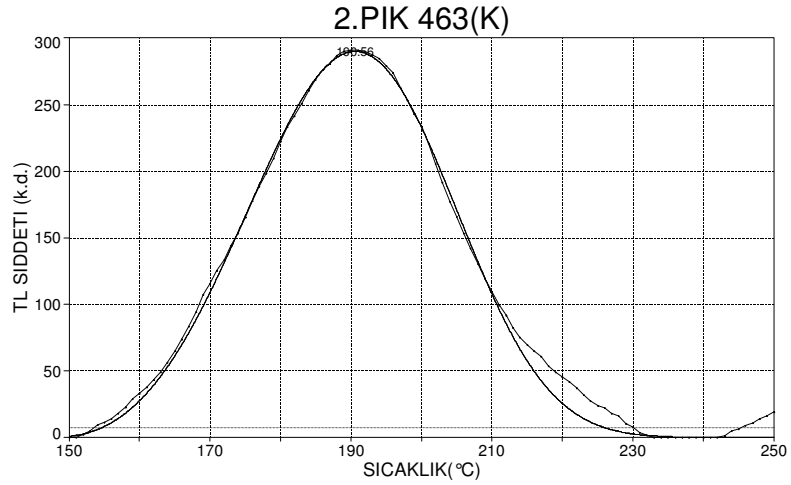
Őekil 4.8. Kuvars Kum örneęinden elde edilen ıřıldama eęrisi.

Dekonvülyasyon iřlemi Peakfit Programında Weibull fonksiyonu kullanılarak yapılmıřtır ve buna göre ıřıldama eęrisinin 98°C , 190°C , 276°C ve 368°C olmak üzere dört pikten oluřtuęu gözlenmiřtir.

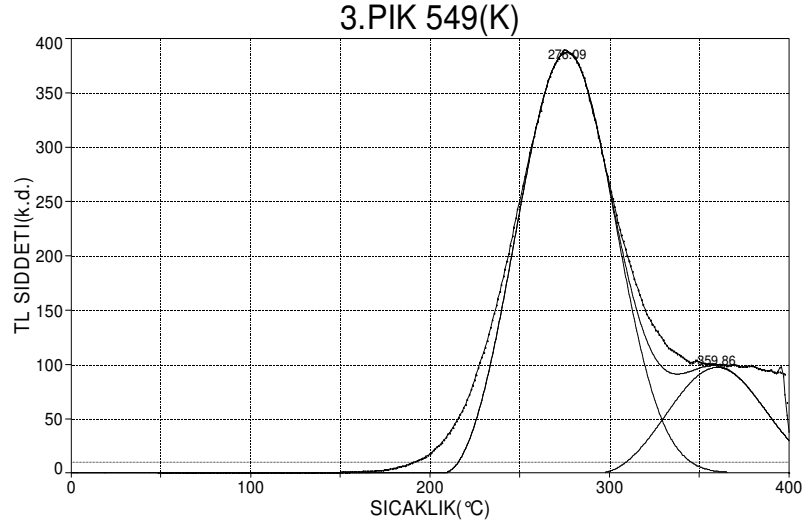
Dekonvülyasyon işlemine göre 98°C, 190°C ve 276°C piklerinin analizi sırasıyla Şekil 4.9., Şekil 4.10., ve Şekil 4.11.' de verilmiştir. Deneyler sırasında kullanılan TL cihazı ölçümlerin maksimum 400°C ye kadar alınmasına olanak sağladığı için T_M-T_{STOP} grafiğinde gözlenen 368°C piki ışıldama eğrisi içinde görülememiştir ve bu nedenle kinetik parametreleri belirlenememiştir. Denklem 4.2. ve Denklem 4.3. kullanılarak elde edilen kinetik parametreler Çizelge 2.'de verilmiştir.



Şekil 4.9. GCD sonucu elde edilen birinci pike ait grafik.



Şekil 4.10. GCD sonucu elde edilen ikinci pike ait grafik.



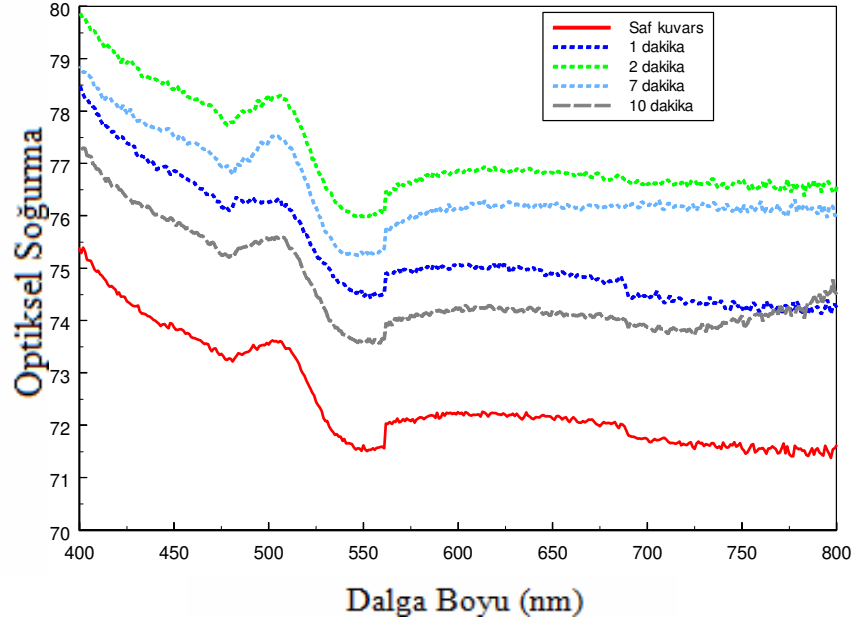
Şekil 4.11. GCD sonucu elde edilen üçüncü pike ait grafik.

Çizelge 1. Pik Şekli Metoduna göre elde edilen Termoluminesans kinetik parametreler.

		1.PIK	2.PIK	3.PIK
PİK ŞEKLİ	E_{δ}	0,82 eV	1,80 eV	1,30 eV
	E_{τ}	0,95 eV	2,02 eV	1,47 eV
	E_{ω}	0,92 eV	1,92 eV	1,40 eV
METODU	s_{δ}	$5,23 \times 10^{10} \text{ s}^{-1}$	$2,05 \times 10^{19} \text{ s}^{-1}$	$2,70 \times 10^{11} \text{ s}^{-1}$
	s_{τ}	$3,71 \times 10^{12} \text{ s}^{-1}$	$5,20 \times 10^{19} \text{ s}^{-1}$	$7,68 \times 10^{12} \text{ s}^{-1}$
	s_{ω}	$1,06 \times 10^{12} \text{ s}^{-1}$	$4,78 \times 10^{20} \text{ s}^{-1}$	$1,81 \times 10^{12} \text{ s}^{-1}$
	b	1	2	2

4.2. Optiksel Soğurma Ölçümleri

Lambda 950 spektrofotometresi UV (165–380 nm), VIS (380–780 nm), NIR (780–3300 nm) dalgaboyu aralığında ölçüm yapmayı sağlayan bir sistemdir. Bu özelliği sayesinde, kullanılan örneğin 175 nm ile 3300 nm arasındaki dalgaboyu değişimini gözlemlemeye olanak verir. Ölçüm yapılacak dalga boyu aralığı, sistemin çözünürlüğü ve hangi tür ölçüm yapılacağı (soğurma, yansıma veya geçirgenlik) “Perkin Elmer UV WinLab” bilgisayar programı sayesinde belirlenir. Elde edilen veriler AXUM programı ile grafik haline getirilir.



Şekil 4.12. Farklı sürelerde X- Işınına maruz bırakılan doğal kuvarsın Soğurma Spektrumunun hiç radyasyon almamış olan doğal kuvars ile karşılaştırılması.

Şekil 4.12.' den görüldüğü üzere net bir şekilde yaklaşık 500 nm dalga boyunda gözlemlenen soğurma piki, doğal kuvars örneğinden gelmektedir. Bu değer literatür ile de uyum içersindedir [75].

Kuvars örneğinin X ışınına maruz bırakılma süresi arttıkça açık bir şekilde soğurma şiddeti de artmakta olduğu gözlenmiş ancak spektrumun yerinde herhangi bir kayma gözlenmemiştir. Elde edilen soğurma spektrum grafiğinde gözlenen bu kayma o sıcaklıktaki pikin kararlı ve kuvars için karakteristik olduğunun bir göstergesidir.

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Bu çalışmada kullanılan doğal kuvars kumundan elde edilen termolüminesans ışıldama eğrilerinin, farklı metotlar kullanılarak analizi yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar, kuvars ile yapılan daha önceki çalışmalar ile karşılaştırılmıştır.

Doğal kuvars kumu ile yapılan kinetik parametre analizine geçmeden önce uygulanan bazı faktörlerin ışıldama eğrisine olan etkileri araştırılmıştır. Bunun için öncelikle değişen doz miktarının TL ışıldama eğrisi üzerine etkisini ortaya koyacak bir çalışma yapılmış olup ardından farklı dozlar verilerek elde edilen ışıldama eğrileri üzerine tavlama işleminin etkisi incelenmiştir. Değişen doz ve tavlama işleminin etkilerini araştırmak için yapılan termolüminesans deneylerinde ölçümler ısıtma hızı $\beta=5^{\circ}\text{C/s}$ olacak şekilde alınmıştır.

Doğal kuvars kumundan elde edilen TL ışıldama eğrilerine çeşitli ısıtma hızının etikleri de araştırılmıştır. Bunun için beş farklı ısıtma hızı kullanılmış olup elde edilen ışıldama eğrilerine literatürde VHR olarak geçen Çeşitli Isıtma Hızlarına Dayalı Analiz Metodu uygulanmıştır.

Yapılan ölçümler sonucunda doğal kuvars kumunun ışıldama eğrisinin üç ana pikten oluştuğu görülmüş olup eğri içinde üst üste binen piklerin var olabileceği ihtimali üzerine $T_M - T_{STOP}$ metodu uygulanmıştır.

Sonuçta üç pikten oluştuğu görülen ışıldama eğrisinin aslında dört pikten oluştuğu anlaşılmıştır. Bunun üzerine dekonvülyasyon işlemi uygulanmış olup, Pik Şekli Metodu ile TL ışıldama eğrisi analizi yapılmıştır. Analiz sonucunda E aktivasyon enerjisi, s frekans faktörü ve b kinetik merteye parametreleri elde edilmiştir.

Bu çalışmada yapılan termolüminesans ölçümleri dışında, doğal kuvars kumunun dalgaboyu hakkında bilgi edinmek için de Optiksel Soğurma deneyleri yapılmıştır. Bunun için örneğimize artan radyasyon dozu verilerek Optiksel

Soğurma Spektrumu elde edilmiştir. Elde edilen spektrum daha önce kuvars kumu ile yapılan Optiksel Soğurma çalışmaları ile karşılaştırıldığında, literatür ile uyum içinde olduğu anlaşılmıştır.

KAYNAKLAR

- [1] Yıldırım C., “Bilim Felsefesi”, Remzi Kitabevi, İstanbul, (1993).
- [2] Aitken M. J. “Thermoluminescence Dating”, Academic Press, London, (1985).
- [3] Du Fay, “The notes of the observations about Luminescence”, Hist, de l’ Acad. Roy. De Sci. Paris, 1735, Mem., 347- 372, (1738).
- [4] Brewster D. “Phosphorescence and structure of the Chara vulgaris and hispida”, Edinburgh Philos. Jour. 9: 194, (1823).
- [5] Pelletier P. J. “Sur la phosphorescence du sulphate de quinine” Jour. De Pharm. 7: 579, (1821).
- [6] Napier J. “Phosphorescence of chalk lines” Phil. Mag. (4) 1: 260- 261, 1851.
- [7] Becquerel E. “La lumiere, sa cause et ses effects” Paris Vol. 1 on Sources de lumiere, (1867).
- [8] Wiedeman, E. ve Schmidt G. C. “Uber Luminescenz ” Ann. Der Physik 54: 604- 625, (1895).
- [9] Trowbridge, J. ve Burbank J. E. “Phosphorescence produced by electrification” Amer. Jour. Sci. (4) 5: 55- 56; Phil. Mag. (5) 45: 100- 102, (1898).
- [10] Randall J. T., Wilkins M. H. F, “Phosphorescence and Electron Traps. I. The Study of Trap Distributions “ Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences, 184, No. 999 , 365- 389 (1945).
- [11] Garlick G.F.J. and Gibson A.F, “The Electron Trap Mechanism of Luminescence in Sulphide and Silicate Phosphors”, Proc. Phys. Soc. 574- 590 (1948).
- [12] Kristialpoller N. “Luminescence Centers in Quartz”, Journal of Luminescence, 31 & 32(1984) 299-301, (1984).
- [13] Franklin A. D., Prescott J. R., Scholefield R.B., “The mechanism of thermoluminescence in an Australian sedimentary quartz”, Journal of Luminescence, **63**, 317-326, (1994)

- [14] Botter- Jensen L., Duller G. A. T., ve Poolton N. R. J., “Excitation and Emission Spectrometry Of Stimulated Luminescence From Quartz and Feldspars”, *Radiation Measurements*, **23**, 613-616, (1994).
- [15] Rendell H. M. , Townsend P. D., Wood R. A. ve Luf B. J. “Thermal Treatments and Emission Spectra of TL From Quartz”, *Radiation Measurement*, **23** 441- 449,(1994).
- [16] Botter- Jensen L., Agersnap Larsen N., Mejdahl V., Poolton N. R. J., Morris M. F., Mc Keever S. W. S., “Luminescence sensitivity changes in quartz as a result of annealing”, *Radiation Measurements*, **24**, 535- 541, (1995).
- [17] Hashimoto T. , Notoya S., Arimura T. ve Konishi M. “Changes in luminescence colour images from quartz slices with thermal annealing treatments”, *Radiation Measurements*, **26**, 233-24, (1996).
- [18] Wintle A. G. ve Murray A. S. “ The reationship between quartz thermoluminescence, Photo-transferred thermoluminescence, and optically stimulated luminescence”, *Radiation Measurements*, **27**, 611-624, (1997).
- [19] Petrov S. A. ve Bailiff. K. “Determination of trap depths associated with TL peaks in synthetic Quartz (350-550K) “”, *Radiation Measurements*, **27**, 185- 191, (1997).
- [20] Wintle A.G., Murray A.S., “Luminescence sensitivity changes in quartz”, *Radiation Measurements*, **30**, 107–118, (1999).
- [21] Kuhn R., Trautmann T., Singhvi A.K. , Krbetschek M.R. , Wagner G.A. , Stolz W., “ A study of thermoluminescence emission spectra and optical stimulation spectra of quartz from different provenances”, *Radiation Measurements*, **32**, 653–657 (2000).
- [22] Baili I.K., Bøtter-Jensen L., Correcher V. , Delgado A. , Goksu H.Y. , Jungner H. ,Petrov S.A., “Absorbed dose evaluations in retrospective dosimetry: methodological developments using quartz”, *Radiation Measurements*, **32**, 609–613, (2000).
- [23] Armitage S.J., Duller G.A.T., Wintle A.G. “ Quartz from southern Africa: sensitivity changes as a result of thermal pretreatment”, *Radiaion Measurement*, **32**, 571–577, (2000).

- [24] Kiyak N.G. Buluş E., "Effect of annealing temperature on determining trap depths of quartz by various heating rates method", *Radiation Measurement*, **33**, 879–882, (2001).
- [25] Göksu H.Y., Schwenk P., Semiochkina N., "Investigation of the thermal stability of 210⁰C TL peak of quartz and dating the components of terrazzo from the monastery church of Tegernsee", *Radiation Measurements*, **33**, 785–792, (2001).
- [26] de Lima J.F., Navarro M.S., Valerio M.E.G., "Effects of thermal treatment on the TL emission of natural quartz", *Radiation Measurement*, **35**, 155–159, (2002).
- [27] Thomsen K.J. , Jain M., Botter- Jensen L. , Murray A.S. , Jungner H., "Variation with dept of dose distributions in single grains of quartz extracted from an irradiated concrete block", *Radiation Measurements*, **37**, 315–321, (2003).
- [28] Benny P.G., Gundu Rao T.K., Bhatt B.C., "The E_1' - centre and its role in TL sensitization in quartz", *Radiation Measurements*, **35**, 369–373, (2002).
- [29] Chithambo M. L., "The influence of annealing and partial bleaching on luminescence lifetimes in quartz", *Radiation Measurements*, **37**, 467–472, (2003).
- [30] Pagonis V., Kitis G. , Chen R., "Applicability of the Zimmerman predose model in the thermoluminescence of predosed and annealed synthetic quartz samples", *Radiation Measurements*, **37**, 267–274, (2003).
- [31] Inoue K., Nagatomo T. , Ikeya M., "Infrared stimulated luminescence in quartz", *Radiation Measurements*, **39**, 191–196, (2005).
- [32] Sawakuchi G.O., Okuno E., "Effects of high gamma ray doses in quartz", *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research* , **218**, 217–221,(2004).
- [33] Veronese I., Giussani A. , Göksu H.Y. , Martini M., "The trap parameters of electrons in intermediate energy levels in quartz", *Radiation Measurement*, **38**, 743–746, (2004).
- [34] Adamiec G., "Properties of the 360 and 550 nm TL emissions of the '110⁰C peak' in fired quartz", *Radiation Measurements*, **39**, 105–110, (2005).

- [35] ZhongPing Lai , Murray A., “Red TL of quartz extracted from Chinese loess: Bleachability and saturation”, *Radiation Measurements*, **41** 836–840, (2006).
- [36] Moska P., Murray A.S., “Stability of the quartz fast-component in sensitive sampels”, *Radiation Measurements*, **41**, 878–885, (2006).
- [37] Marcazzó J., Santiago M., F. Spano, Lester M., Ortega F., Molina P., Caselli E. “Effect of interaction among traps on the shape of thermoluminescence glow curves”, *Journal of Luminescence*, **126**, 245-250, (2007).
- [38] Shimizu N., Mitamura N., Takeuchi A., Hashimoto T., “Dependence of radioluminescence on TL-properties in natural quartz”, *Radiation Measurements*, **41**, 831–835, (2006).
- [39] Kiyak N.G., Buluş E., “ Effects of annealing temperatures on some radiation-induced phenomena in natural quartz”, *Radiation Measurements*, **33**, 879–882, (2001).
- [40] Chithambo M.L., “ On the corelation between anneailng and variabilities in pulsed-luminescence from quartz”, *Radiation Measurements*, **41**, 862–865, (2006).
- [41] Pagonis V., Wintle A.G., Chen R., “ Simulations of the effect of pulse annealing on optically-stimulated luminescence of quartz” *Radiation Measurements*, **42**, 1587–1599, (2007).
- [42] Toktamis H., Yazici A. N., Topaksu M., “ Investigation of the stability of the radiation sensitivity of the TL peaks of the quartz extracted from tiles”, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, **262**, 69–74, (2007).
- [43] Jain M., Duller G.A.T., Wintle A.G., “Dose response, thermal stability and optical bleaching of the 310⁰C isothermal TL signal in quartz”, *Radiation Measurements* **42**, 1285–1293, (2007).
- [44] Jain M., Bøtter-Jensen L., Murray A.S., Essery R., “ A peak sturcture in isothermal luminescence signals in Quartz: Origin and implications”, *Journal of Luminescence*, **127**, 678–688, (2007).
- [45] Hashimoto T., Yanagawa Y., Yawata T., “ Blue and red thermoluminescence of natural quartz in the temperature region from -196 to 400⁰C”, *Radiation Measurements*, **42**, 341–346, (2007).

- [46] Chithambo M.L., Ogundare F.O., Feathers J., "Principal and secondary luminescence lifetime components in annealed natural quartz", *Radiation Measurements*, **43**, 1–4, (2008).
- [47] Lai Z., Brückner H., Füllung A., Zöller L., "Effects of thermal treatment on the growth curve shape for OSL of quartz extracted from Chinese loess", *Radiation Measurements*, **43**, 763-766, (2008).
- [48] Khoury H.J., Guzzo P.L., Souza L.B.F., Farias T.M.B., Watanabe S., "TL dosimetry of natural quartz sensitized by heat treatment and high dose irradiation", *Radiation Measurements*, **43**, 487-491, (2008).
- [49] Kiyak N.G., Polymeris G.S., Kitis G., "LM-OSL thermal activation curves of quartz: Relevance to the thermal activation of the 110°C TL glow-peak", *Radiation Measurements*, **43**, 263-268, (2008).
- [50] Pagonis V., Wintle A.G., Chen R., Wang X.L., "A theoretical model for a new dating protocol for quartz based on thermally transferred OSL (TT-OSL)", *Radiation Measurements*, **43**, 704-708, (2008).
- [51] Erişim: <http://www.wikipedia.com/piezoelektrik> [10 Haziran 2008].
- [52] Erişim: <http://www.wikipedia.com/kuvars> [10 Haziran 2008].
- [53] Uz Bektaş, "Mineraller", Birsen Yayınevi, İstanbul, (1994).
- [54] Erişim: http://www.mersin.gov.tr/mersin_ili_haritasi [10 Haziran 2008].
- [55] D.R.Vij, "Luminescence of Solids", Plenum Press, London, (1998).
- [56] Wiedemann E., ve Messerschmitt J. B. "Florescence and Phosporescence. I. Abhandlung, II. Gültigkeit des Talbot' schen Gesetzes.", *Ann. Der Physik* **34**, 446- 468, 463- 469, (1888).
- [57] Pagonis V., Kitis G., Furetta C., "Numerical and Practical Exercises in Thermoluminescence", Springer, New York, (2006)
- [58] May, C. E. ve Partridge J. A., "Thermoluminescence kinetics of alpha irradiated alkali halides", *Journal of Chemistry Society*, **40**, 1401- 1409, (1964).
- [59] F. Aramu, P. Brovetto ve A. Rucci, "Activation energy in the NaCl thermoluminescence", *Physics Letters*, **23**, 308- 309, (1966).

- [60] K. H. Nicholas ve J. Woods, "The evaluation of electron trapping parameters from conductivity glow curves in cadmium sulphide", *British Journal of Applied Physics*, **15**, 783, (1964).
- [61] S. W. S. McKeever, "On the analysis of complex thermoluminescence glow curves: resolution into individual peaks", *Phys. Status Solidi A.*, **62**, 331, (1980).
- [62] A. Bohum, "Emission aus Nichtmetallischen Kristallen" *Czechoslovak Journal of Physics*, **4**, 91, (1954).
- [63] W. Hoogensraaten, "Electron traps in Zinc- Sulphide Phosphors", *Philips Research Reports*, **13**, 515- 693, (1958).
- [64] R. Chen, ve S. A. A. Winner, "Effects of Various Heating Rates on Glow Curves", *Journal of Applied Physics*, **41**, 5227, (1970).
- [65] R. K. Gartia, S. Ingotombi, T. S. G. Singh ve P. S. Mazmudar, "On the determination of the activation energy of a thermoluminescence peak by the two-heating-rates method", *Journal of Physics D: Applied Physics*, **24**, 65, (1991).
- [66] L. I. Grossweiner, " A Note on the Analysis of First-Order Glow Curves", *Journal of Applied Physics*, **24**, 1306, (1953).
- [67] R. Chen, "On the Calculation of Activation Energies and Frequency Factors from Glow Curves", *Journal of Applied Physics*, **40**, 570, (1969).
- [68] Lushchik C. B., "The investigation of trapping centers in crystals by the method of thermal bleaching", *Soviet Physics JETF*, **3**, 390-399, (1956).
- [69] A. Halpherin ve A. A. Braner, " Evaluation of thermal activation energies from glow curves", *Phys. Rev.*, **117**, 408, (1960).
- [70] R. Chen, "Glow curves with general order kinetics", *Electrochemistr of. Society* **116**, 1254, (1969).
- [71] M. Balarin, "Half-width and asymmetry of glow peaks and their consistent analytical representation", *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, **17**, 2, (1979).
- [72] Chen R., ve McKeever S. W. S., "Theory of Thermoluminescence and Related Phenomena", Singapore: World Scientific, 541, (1997).

- [73] Kitis G. ve Tuyn J. W. N., “Correction for temperature lag and thermal gradient effects arising during thermoluminescence readout”, *Radiat. Prot. Dosim.* **84** 371–4, (1999).
- [74] Prokic M., “Dosimetric characteristics of $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu, Ag, P}$ solid TL detectors”, *Radiat. Prot. Dosim.* **100**, 265, (2002).
- [75] Kibar R. , Garcia-Guinea J., Çetin A., Selvi S., Karalı T., Can N. “Luminescent, optical and color properties of natural rose quartz”, *Radiation Measurements*, **42(8)**, 1610–1617, (2007).

ÖZGEÇMİŞ

1. Adı ve Soyadı : İlbilge ÖZSU
2. Doğum Tarihi : 22. 05. 1983
3. Ünvanı : Fizikçi
4. Öğrenim Durumu : Lisans

Derece	Alan	Üniversite	Yıl
Lisans	Fizik	Mersin Üniversitesi	2006

5. YAYINLAR

5.1. Uluslararası bilimsel toplantılarda sunulan ve bildiri kitabında basılan bildiriler

1. İ. Özsu, R. Kibar, A. Çetin, A. Ege, K. Kurt, N. Can, Mersin Bölgesinden Elde Edilen Kuvars Kumuna Ait Termolüminesans Işıma Eğrisinin Kinetik Karakterizasyonu, Türk Fizik Derneği 25. Uluslararası Fizik Kongresi, 25- 29 Ağustos 2008, Bodrum, Türkiye.

5.2. Katıldığı Ulusal Toplantılar ve Sunulan Bildiriler

1. İ. Özsu, R. Kibar, A. Çetin, A. Ege, K. Kurt, N. Can, Doğal Kuvars Kristalinin Termolüminesans Özelliklerinin İncelenmesi, Lümidoz 2, 21- 23 Ağustos 2008, Manisa, Türkiye.

5.3. Katıldığı Uluslararası Kongreler

1. The 15th International Conference on Luminescence and Optical Spectroscopy of Condensed Matter (ICL'08), 7- 11 July 2008, Lyon, France.