

**T.C.
NEVŞEHİR ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**GADOLİNYUM KATKILANMIŞ ZnO
NANOKRİSTALLERİN TERMOLÜMİNESANS
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

**Tezi Hazırlayan
Melek GÜNER**

**Tezi Yöneten
Doç. Dr. Tacettin YILDIRIM**

**Fizik Anabilim Dalı
Yüksek Lisans Tezi**

**Ocak 2013
NEVŞEHİR**

**T.C.
NEVŞEHİR ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**GADOLİNYUM KATKILANMIŞ ZnO
NANOKRİSTALLERİN TERMOLÜMİNESANS
ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ**

**Tezi Hazırlayan
Melek GÜNER**

**Tezi Yöneten
Doç. Dr. Tacettin YILDIRIM**

**Fizik Anabilim Dalı
Yüksek Lisans Tezi**

Bu çalışma TÜBİTAK tarafından 110T345 no'lu proje ile desteklenmiştir

**Ocak 2013
NEVŞEHİR**

Doç. Dr. Tacettin YILDIRIM danışmanlığında **Melek GÜNER** tarafından hazırlanan “**Gadolinium Katkılanmış ZnO Nanokristallerin Termoluminesans Özelliklerinin İncelenmesi**” adlı bu çalışma, jürimiz tarafından Nevşehir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalında **Yüksek Lisans** tezi olarak kabul edilmiştir.

29/01/2013

JÜRİ

Başkan : Doç. Dr. Tacettin YILDIRIM

Üye : Doç. Dr. Bülent KURT

Üye : Yrd. Doç. Dr. Cemal ÇARBOĞA

ONAY:

Bu tezin kabulü Enstitü Yönetim Kurulunun 08.02.2013...tarih ve 2013-04/05 sayılı kararı ile onaylanmıştır.

08/02/2013

Doç. Dr. Şahlan ÖZTÜRK

Enstitü Müdürü



TEŞEKKÜR

Çalışmalarım süresince, yardım ve katkılarıyla beni yönlendiren, her türlü desteğini esirgemeyen kıymetli hocam Sayın Doç. Dr. Tacettin YILDIRIM' a teşekkürlerimi sunarım.

Ankara Üniversitesi Nükleer Bilimler Enstitüsünden, Sayın Prof. Dr. H. Yeter GÖKSU ve Uzman Şule KAYA KELEŞ' e,

Orta Doğu Teknik Üniversitesi Fizik Bölümü öğretim üyesi Sayın Prof. Dr. Nizami GASANLY' a,

Uludağ Üniversitesi Fizik Bölümü öğretim üyelerinden Sayın Doç. Dr. İlker KÜÇÜK ve Yrd. Doç. Dr. Nil KÜÇÜK' e,

Nevşehir Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümünün tüm öğretim elemanlarına teşekkür ederim.

Ayrıca bu çalışma TÜBİTAK tarafından desteklenen TÜBİTAK 110T345 No'lu proje kapsamında gerçekleştirilmiştir. Projedeki desteklerinden dolayı TÜBİTAK'a çok teşekkür ederim.

Başta dostluğunu ve yardımlarını esirgemeyen Araş. Gör. Hilal İNCEBAY olmak üzere, her zaman büyük özveriyle yanımda olan arkadaşlarıma ve hayatım boyunca maddi ve manevi desteklerini her zaman yanımda hissettiğim annem Bedia GÜNER, babam Ömer GÜNER ve abim A. Vahap GÜNER başta olmak üzere tüm kardeşlerime çok teşekkür ederim.

GADOLİNYUM KATKILANMIŞ ZnO NANOKRİSTALLERİN TERMOLÜMINESANS ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Melek GÜNER

Nevşehir Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü

Yüksek Lisans Tezi, Ocak 2013

Tez Danışmanı: Doç. Dr. Tacettin YILDIRIM

ÖZET

Bu çalışmada, sol-jel yöntemi kullanılarak ZnO nanokristalleri büyütüldü. Büyütme işleminin gerçekleşip gerçekleşmediğini anlamak için ZnO nanokristallerin XRD ve SEM analizi yapıldı. ZnO nanokristallerin ⁹⁰Sr β-ışını kaynağı ile ışılandıktan sonra termolüminesans (TL) ışımaya eğrisi verdiği ve ışımaya eğrilerinin şiddetinin radyasyon dozuna bağlı değiştiği gözlemlendi.

Gd katkılı ZnO nanokristalleri, nitrik asit yöntemiyle %1, %3 ve %5 oranında Gd₂O₃ katkılandıktan sonra 300 °C’de kalsinasyon ve 600, 800 ve 900 °C’ de sinterleme işlemi uygulanarak elde edildi. XRD ölçümlerinden bazı ZnO nanokristallerinde Gd katkılama işleminin gerçekleştiği, tek fazın oluştuğu gözlemlendi. Katkılanan örneklerin nano boyutta olması ve tek faz oluşmasına rağmen düşük doz aralığında (0.143-1.43Gy) mikrodozimetride kullanmak için doğal fon seviyesinin üzerinde TL ışımaya eğrisini vermediği bulundu. Gd katkılanmış ZnO nanokristaller ince tanecik yöntemiyle hazırlandı. Bu örnekler ⁹⁰Sr/⁹⁰Y-β radyasyon kaynağı ile farklı dozlarda ışınlanarak TL ışımaya eğrileri kaydedildi. Sıcaklığın ve katkı oranının TL pik şiddetinin değişimi üzerine etkisi incelendi. Sonuç olarak pellet yapılmamış örneklerin TL ışımaya pik şiddetinin pellet yapılan örneklere göre daha yüksek olduğu bulundu. TL ışımaya eğrilerinden tuzak merkezlerinin aktivasyon enerjisi (E) ve frekans faktörü(s) ilk artış, pik şekli ve maksimum TL şiddetindeki sıcaklığa dayanan yöntem kullanılarak hesaplandı.

Anahtar Kelimeler: ZnO nanokristaller, Termolüminesans, Nitrik asit yöntemi, Mikrodozimetri

INVESTIGATION OF THERMOLUMINESCENCE PROPERTIES OF GADOLINIUM DOPED ZnO NANOCRYSTALS

Melek GÜNER

Nevşehir University, Graduate School of Natural and Applied Sciences

M.Sc. Thesis, January 2013

Thesis Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Tacettin YILDIRIM

ABSTRACT

In this study, ZnO nanocrystals were grown by using Sol-gel method. Analysis of x-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscope (SEM) of ZnO nanocrystals were performed to understand whether ZnO nanocrystals were synthesized. We observed that ZnO nanocrystals produced thermoluminescence (TL) glow curve after irradiated with $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ - β radiation source and intensity of TL peak changed with doses of radiation.

Gd doped ZnO nanocrystals were obtained with process of calcination at temperature of 300 °C and process of sintering at temperatures of 600, 800 and 900 °C after doped with %1, %3 and %5 Gd₂O₃ using nitric acid method. We observed that ZnO nanocrystals were doped with Gd and obtained single phase in some samples from XRD measurements. Despite having a single phase and nano-sized of doped samples, TL glow curve has not been observed over the level of natural background in low dose range of 0.143-1.43Gy, which is required to be used in microdosimetric applications. Gd doped ZnO nanocrystals were prepared fine grain deposition method. After this samples were irradiated with different doses from $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ - β radiation source, TL glow curves were recorded. The effects of temperature and percentage contribution over intensity of TL glow curves were studied. As a result, We found that TL peak intensity in non pelleted samples is higher than that of in pelleted samples. In the samples whose TL glow curves obtained, activation energy, frequency factor were calculated using initial rise method, peak shape method and maximum temperature method.

Key words: ZnO nanocrystals, Thermoluminescence (TL), Nitric acid method, Microdosimetry

İÇİNDEKİLER

| | |
|---------------------------------------------|-----|
| KABUL VE ONAY..... | i |
| TEŞEKKÜR..... | ii |
| ÖZET..... | iii |
| ABSTRACT..... | iv |
| İÇİNDEKİLER..... | v |
| TABLolar LİSTESİ..... | ix |
| ŞEKİLLER LİSTESİ..... | x |
| SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ..... | xv |
| 1. BÖLÜM | |
| GİRİŞ..... | 1 |
| 2. BÖLÜM | |
| GENEL BİLGİLER..... | 6 |
| 2.1. Yarıiletkenler..... | 6 |
| 2.1.1. Katkısız Yarıiletkenler..... | 7 |
| 2.1.2. Katkılı Yarıiletkenler..... | 7 |
| 2.1.3. Kristal Kusurları..... | 8 |
| 2.1.3.1. Noktasal Kusurlar..... | 9 |
| 2.1.3.2. Çizgisel Kusurlar..... | 10 |
| 2.1.3.3. Düzlemsel (yüzeysel) Kusurlar..... | 12 |
| 2.1.3.4. Hacimsel Kusurlar..... | 13 |
| 2.2. Lüminesans..... | 13 |
| 2.2.1. Termolüminesans Olayı..... | 16 |

| | | |
|-----------------|----------------------------------------------------------------------------|----|
| 2.2.2. | Termoluminesansın Temel Teorileri. | 20 |
| 2.2.2.1. | Yarı-Denge (QE) | 20 |
| 2.2.2.2. | Birinci Derece Kinetikler (yavaş yeniden tuzaklanma) | 21 |
| 2.2.2.3. | İkinci Derece Kinetik (hızlı yeniden tuzaklanma) | 23 |
| 2.2.2.4. | Genel Derece Kinetikler. | 25 |
| 2.2.3. | TL Işıma Eğrisi için Analiz Yöntemleri. | 27 |
| 2.2.3.1. | İlk Artış Yöntemi. | 27 |
| 2.2.3.2. | Işıma Eğrisinin Şekline Dayanan Analiz Yöntemi (Pik Şekli Yöntemi) .. | 29 |
| 2.2.3.3. | Maksimum TL Şiddetindeki Sıcaklığa Dayanan Yöntem. | 31 |
| 2.3. | X-Işını Kırınım Yöntemi (XRD) | 31 |
| 2.4. | Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) | 33 |
| 2.5. | Geçişli Elektron Mikroskobu (TEM) | 33 |
| 2.6. | Önceki Çalışmalar. | 34 |
| 3. BÖLÜM | | |
| YÖNTEMLER. | | |
| 3.1. | Örneklerin Hazırlanmasında Kullanılan Deneysel Teknikler ve Yöntemler. ... | 38 |
| 3.1.1. | Sol-Jel Yöntemi. | 38 |
| 3.1.2. | X-Işını Kırınımı Ölçümleri. | 39 |
| 3.1.3. | Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Ölçümü. | 39 |
| 3.1.4. | Geçişli Elektron Mikroskobu (TEM) Ölçümü. | 40 |
| 3.2. | Lüminesans Ölçüm Sistemi. | 40 |
| 3.2.1. | Işık Algılama Sistemi. | 41 |
| 3.2.2. | Termal Uyarım Sistemi. | 41 |
| 3.2.3. | Beta Kaynağı. | 41 |
| 3.3. | Örnek Hazırlama ve Deneysel Aşamalar. | 42 |

| | |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| 3.3.1. Katkısız ZnO Nanokristallerinin Sentezlenmesi. | 42 |
| 3.3.2. Gd Katkılanmış ZnO Nanokristallerin Sentezlenmesi. | 44 |
| 3.3.3. Termolüminesans (TL) Ölçümleri İçin Örneklerin İnce Tanecik Yöntemiyle Hazırlanması. | 47 |
| 3.3.4. Termolüminesans (TL) Işıma Eğrisinin Alınması. | 48 |
| 4. BÖLÜM | |
| BULGULAR. | 50 |
| 4.1. ZnO Nanokristaller İçin Elde Edilen Bulgular. | 50 |
| 4.1.1. ZnO Nanokristallerinde X-ışını Kırınımı Analizi. | 50 |
| 4.1.2. SEM Görüntüleri. | 52 |
| 4.1.3. ZnO Nanokristallerin Termolüminesans (TL) Analizi. | 54 |
| 4.2. Gd Katkılanmış ZnO Nanokristaller İçin Elde Edilen Bulgular. | 56 |
| 4.2.1. Gd Katkılanmış ZnO Nanokristallerin X-ışını Kırınımı Analizleri. | 56 |
| 4.2.2. Gd Katkılanmış ZnO Nanokristallerin TEM Analizi. | 60 |
| 4.2.3. Termolüminesans Işıma Şiddetinin Sıcaklığa ve Katkılama Oranına Bağlı Olarak İncelenmesi. | 61 |
| 4.2.3.1. Uygulanan Isıl İşlemin TL Pik Şiddetine Etkisi. | 62 |
| 4.2.3.2. ZnO Nanokristaline Farklı Oranlarda Gd Katkılanmasının TL Pik Şiddetine Etkisi. | 71 |
| 4.2.4. Sinterleme Sıcaklık ve Süreleri Arttırılarak Yeniden Hazırlanan Örneklerin Işıma Eğrilerinin İncelenmesi. | 79 |
| 4.2.5. Termolüminesans Işıma Eğrilerinin Analizi. | 85 |
| 4.2.5.1. İlk Artış Yöntemi. | 86 |
| 4.2.5.2. Işıma Eğrisinin Şekline Dayanan Yöntem (Pik Şekli Yöntemi) | 87 |
| 4.2.5.3. Maksimum TL Şiddetindeki Sıcaklığa Dayanan Yöntem. | 88 |

5. BÖLÜM

| | |
|----------------------------------|----|
| TARTIŞMA SONUÇ VE ÖNERİLER | 89 |
| KAYNAKLAR..... | 93 |
| ÖZGEÇMİŞ | 99 |

TABLOLAR LİSTESİ

| | | |
|------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Tablo 3.1. | ZnO nanokristallerinin büyütülmesinde kullanılan miktarlar. | 43 |
| Tablo 3.2. | Katkılama işleminde kullanılan bileşikler ve miktarları | 44 |
| Tablo 3.3. | Hazırlanan örneklerin kalsinasyon ve sinterleme için sıcaklık ve süreleri. | 45 |
| Tablo 4.1. | ZnO nanokristallerinin x-ışını kırınımı verileri. | 51 |
| Tablo 4.2. | A1-A15 örnek koduyla adlandırılan örneklere 50 ve 100 Gy radyasyon dozu verildikten sonra maksimum sıcaklıkları ve TL pik şiddetleri. (Örnek kodlarına ait özellikler Tablo 3.3’de verilmiştir). | 61 |
| Tablo 4.3. | B1-B5 örnek koduyla adlandırılan 30 ve 60 Gy radyasyon dozu verilen örneklere ait maksimum TL pik şiddetleri ve sıcaklıkları (Örnek kodlarına ait bilgiler Tablo 3.3’de verilmiştir). | 79 |
| Tablo 4.4. | Pellet yapılmamış $Zn_{0.97}Gd_{0.03}O$ örneğine 300°C’de 5 saat kalsinasyon, 800°C’de 4 saat sinterleme işlemi yapılarak hazırlanan örneğe ait aktivasyon enerjisi ve frekans faktörü değerleri. | 86 |
| Tablo 4.5. | B1-B5 örneklerinin maksimum TL şiddetinin sıcaklığına dayanan yöntem ve ışımaya eğrisinin şekline dayanan yöntemle göre hesaplanan kinetik parametreleri. | 87 |

ŞEKİLLER LİSTESİ

| | | |
|-------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Şekil 2.1. | Yarıiletken tipleri. | 6 |
| Şekil 2.2. | N tipi ve p-tipi yarıiletkenler | 8 |
| Şekil 2.3. | Atom boşluğu kusuru. | 9 |
| Şekil 2.4. | Arayer atomu kusuru. | 10 |
| Şekil 2.5. | (a) Schottky kusuru, (b) Frenkel kusuru. | 10 |
| Şekil 2.6. | Kenar dislokasyonu. | 11 |
| Şekil 2.7. | Vida dislokasyonu. | 12 |
| Şekil 2.8. | Karışık dislokasyon. | 12 |
| Şekil 2.9. | (a) Tane sınırı kusurları, (b) İkizleme sınırları kusurları | 13 |
| Şekil 2.10. | Katı bir malzeme içindeki elektron geçişleri ve lüminesans işlemleri. | 14 |
| Şekil 2.11. | Lüminesansın soy ağacı (τ_c ; uyarım ve yayılım arasında geçen süre). | 16 |
| Şekil 2.12. | Termolüminesans olay | 17 |
| Şekil 2.13. | Delokalize enerji seviyeleri | 19 |
| Şekil 2.14. | Randall-Wilkins birinci derece TL denkleminin (a) n_o ile değişimi, (b) E_t ile değişimi, (c) β ile değişimi. | 22 |
| Şekil 2.15. | Garlick-Gibson ikinci-derece TL denkleminin (a) n_o ile değişimi, (b) E_t ile değişimi, c) β ile değişimi. | 25 |
| Şekil 2.16. | Birinci derece (b=1), ikinci derece (b=2) ve ara derece (b=1.3 ve b=1.5) kinetiklerinin karşılaştırılması $E_t = 1 eV, n_o = N = 1$ konsantrasyon birimi ve $\beta = 1K/s$ kullanılarak TL tepeleri. Birinci derece tepe için şekiller 1 yoğunluk birimine normalize edilmiştir. | 27 |
| Şekil 2.17. | Termolüminesans ışıma eğrisinin ilk artış kısmı. | 28 |
| Şekil 2.18. | Şekil 2.17' de verilen ışıma eğrisinin ilk artış kısmına bu tekniğin uygulanması. | 29 |
| Şekil 2.19. | Geometrik şekil değerleri τ, ω, δ | 30 |
| Şekil 2.20. | Bir kristal yapıdaki ardışık düzlemlerden x-ışınlarının saçılması. | 32 |
| Şekil 3.1. | Sol-jel sentez yönteminin aşamaları. | 38 |
| Şekil 3.2. | Risø TL/OSL okuyucu(TL/OSL-DA-20). | 40 |
| Şekil 3.3. | $^{90}Sr/^{90}Y$ Beta ışınlayıcının şematik gösterimi. | 42 |
| Şekil 3.4. | a) Çinko asetat çözeltisi, b)Sodyum hidroksit çözeltisi. | 43 |

| | | |
|-------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Şekil 3.5. | a) Kalsinasyon ve sinterleme işlemlerinin yapıldığı tüp fırın, b) Hazırlanan örneğin yüksek sıcaklıkta fırındaki görüntüsü. | 45 |
| Şekil 3.6. | Termoluminesans ölçümleri için örneklerin hazırlanması. | 47 |
| Şekil 3.7. | Termoluminesans ölçümlerinin alınması. | 49 |
| Şekil 4.1. | ZnO nanokristallerde x-ışını kırınımı spektrumu. | 50 |
| Şekil 4.2. | ZnO nanokristallerinde yansıma düzlemleri ile birlikte x-ışını kırınımı spektrumu. | 51 |
| Şekil 4.3. | a, b, c ve d ZnO nanokristallerinin Taramalı Elektron Mikroskobu ile alınmış (SEM) görüntüleri. | 52 |
| Şekil 4.4. | ZnO nanokristallerinde ⁹⁰ Sr β-ışını kaynağı ile farklı dozlarda ışınlama yapıldıktan sonra alınan TL ışıma eğrileri. | 55 |
| Şekil 4.5. | ZnO nanokristallerinde radyasyon dozuna bağlı TL şiddetinin değişimi. | 55 |
| Şekil 4.6. | ZnO nanokristali (a) Sentezlenen, (b) 500°C’de tavllanmış, (c) %1 Gd katkılanmış sadece 300°C’de kalsinasyon işleminden sonra alınan x-ışını grafikleri. | 57 |
| Şekil 4.7. | ZnO nanokristali (a) Sentezlenen, (b) 500 °C’de tavllanmış, (c) %3 Gd katkılanmış ve 2.5 ton basınç altında pellet yapılarak 600 °C’de sinterleme işleminden sonra alınan x-ışını grafikleri. | 58 |
| Şekil 4.8. | ZnO nanokristali (a) Sentezlenen, (b) 500 °C’de tavllanmış, (c) %1 Gd katkılanmış ve 2.5 ton basınç altında pellet yapılarak 800 °C ’de sinterleme işleminden sonra alınan x-ışını grafikleri. | 59 |
| Şekil 4.9. | %3 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline 2.5 ton basınç altında pellet yapılarak 600 °C’de 2 saat sinterleme işlemi yapıldıktan sonra alınan TEM görüntüsü. | 60 |
| Şekil 4.10. | Pellet yapılmadan %1 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline 50 Gy doz verildikten sonra kalsinasyon ve sinterleme sıcaklığına bağlı TL şiddetindeki değişim. | 63 |
| Şekil 4.11. | Pellet yapılarak %1 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline 50 Gy doz verildikten sonra sinterleme sıcaklığına bağlı TL şiddetindeki değişim. | 63 |
| Şekil 4.12. | Pellet yapılmadan %1 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline 100 Gy doz verildikten sonra kalsinasyon ve sinterleme sıcaklığına bağlı TL | |

| | | |
|-------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| | şiddetindeki değişim. | 64 |
| Şekil 4.13. | Pellet yapılarak %1 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline 100 Gy doz verildikten sonra sinterleme sıcaklığına bağlı TL şiddetindeki değişim. | 65 |
| Şekil 4.14. | Pellet yapılmadan %3 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline 50 Gy doz verildikten sonra kalsinasyon ve sinterleme sıcaklığına bağlı TL şiddetindeki değişim. | 66 |
| Şekil 4.15. | Pellet yapılarak %3 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline 50 Gy doz verildikten sonra sinterleme sıcaklığına bağlı TL şiddetindeki değişim. | 66 |
| Şekil 4.16. | Pellet yapılmadan %3 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline 100 Gy doz verildikten sonra kalsinasyon ve sinterleme sıcaklığına bağlı TL şiddetindeki değişim. | 67 |
| Şekil 4.17. | Pellet yapılarak %3 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline 100 Gy doz verildikten sonra sinterleme sıcaklığına bağlı TL şiddetindeki değişim. | 68 |
| Şekil 4.18. | Pellet yapılmadan %5 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline 50 Gy doz verildikten sonra kalsinasyon ve sinterleme sıcaklığına bağlı TL şiddetindeki değişim. | 69 |
| Şekil 4.19. | Pellet yapılarak %5 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline 50 Gy doz verildikten sonra sinterleme sıcaklığına bağlı TL şiddetindeki değişim. | 69 |
| Şekil 4.20. | Pellet yapılmadan %5 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline 100 Gy doz verildikten sonra kalsinasyon ve sinterleme sıcaklığına bağlı TL şiddetindeki değişim. | 70 |
| Şekil 4.21. | Pellet yapılarak %5 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline 100 Gy doz verildikten sonra sinterleme sıcaklığına bağlı TL şiddetindeki değişim. | 71 |
| Şekil 4.22. | 300°C' de 5 saat süreyle kalsinasyondan geçirilmiş Gd katkılı ZnO nanokristaline 50 Gy doz verildikten sonra katkılama oranına bağlı TL şiddetindeki değişim. | 72 |
| Şekil 4.23. | 300°C' de 5 saat süreyle kalsinasyondan geçirilmiş Gd katkılı ZnO nanokristaline 100 Gy doz verildikten sonra katkılama oranına bağlı | |

| | | |
|-------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| | TL şiddetindeki değişim. | 72 |
| Şekil 4.24. | Pellet yapılmadan 600°C' de 2 saat süreyle sinterlenmiş Gd katkılı ZnO nanokristaline 50 Gy doz verildikten sonra katkılama oranına bağlı TL şiddetindeki değişim. | 73 |
| Şekil 4.25. | Pellet yapılarak 600°C' de 2 saat süreyle sinterlenmiş Gd katkılı ZnO nanokristaline 50 Gy doz verildikten sonra katkılama oranına bağlı TL şiddetindeki değişim. | 73 |
| Şekil 4.26. | Pellet yapılmadan 600°C' de 2 saat süreyle sinterlenmiş Gd katkılı ZnO nanokristaline 100 Gy doz verildikten sonra katkılama oranına bağlı TL şiddetindeki değişim. | 74 |
| Şekil 4.27. | Pellet yapılarak 600°C' de 2 saat süreyle sinterlenmiş Gd katkılı ZnO nanokristaline 100 Gy doz verildikten sonra katkılama oranına bağlı TL şiddetindeki değişim. | 75 |
| Şekil 4.28. | Pellet yapılmadan 800 °C'de 2 saat süreyle sinterlenmiş Gd katkılı ZnO nanokristaline 50 Gy doz verildikten sonra katkılama oranına bağlı TL şiddetindeki değişim. | 76 |
| Şekil 4.29. | Pellet yapılarak 800°C' de 2 saat süreyle sinterleme işlemi yapılan Gd katkılı ZnO nanokristaline 50 Gy doz verildikten sonra katkılama oranına bağlı TL şiddetindeki değişim. | 76 |
| Şekil 4.30. | Pellet yapılmadan 800°C' de 2 saat süreyle sinterleme işlemi yapılan Gd katkılı ZnO nanokristaline 100 Gy doz verildikten sonra katkılama oranına bağlı TL şiddetindeki değişim. | 77 |
| Şekil 4.31. | Pellet yapılarak 800°C' de 2 saat süreyle sinterleme işlemi yapılan Gd katkılı ZnO nanokristaline 100 Gy doz verildikten sonra katkılama oranına bağlı TL şiddetindeki değişim. | 78 |
| Şekil 4.32. | Pellet yapılmamış Zn _{0.99} Gd _{0.01} O örneğine 300 °C' de 5 saat kalsinasyon ve 600°C'de 4 saat sinterleme işlemi yapıldıktan sonra farklı radyasyon dozlarına bağlı olarak alınan ışımaya eğrileri. | 80 |
| Şekil 4.33. | Pellet yapılmamış Zn _{0.99} Gd _{0.01} O örneğine 300 °C' de 5 saat kalsinasyon ve 600 °C de 4 saat sinterlenme işlemi yapıldıktan sonra farklı radyasyon doz miktarlarına göre alınan TL şiddetindeki değişim. | 80 |

| | | |
|-------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Şekil 4.34. | Pellet yapılmamış $Zn_{0.99}Gd_{0.01}O$ örneğine 300 °C’ de 5 saat kalsinasyon ve 800 °C’ de 4 saat sinterleme işlemi yapıldıktan sonra farklı radyasyon dozlarına bağlı olarak alınan ışımaya eğrileri. | 81 |
| Şekil 4.35. | Pellet yapılmamış $Zn_{0.99}Gd_{0.01}O$ örneğine 300 °C’ de 5 saat kalsinasyon ve 800 °C’ de 4 saat sinterleme işlemi yapıldıktan sonra farklı radyasyon doz miktarlarına göre alınan TL şiddetindeki değişim. | 81 |
| Şekil 4.36. | Pellet yapılmamış $Zn_{0.99}Gd_{0.01}O$ örneğine 300 °C’ de 5 saat kalsinasyon ve 900 °C’ de 4 saat sinterleme işlemi yapıldıktan sonra farklı radyasyon dozlarına bağlı olarak alınan ışımaya eğrileri. | 82 |
| Şekil 4.37. | Pellet yapılmamış $Zn_{0.99}Gd_{0.01}O$ örneğine 300 °C’ de 5 saat kalsinasyon ve 900 °C’ de 4 saat sinterleme işlemi yapıldıktan sonra farklı radyasyon doz miktarlarına göre alınan TL şiddetindeki değişim. | 82 |
| Şekil 4.38. | Pellet yapılmamış $Zn_{0.97}Gd_{0.03}O$ örneğine 300 °C’ de 5 saat kalsinasyon ve 600 °C’ de 4 saat sinterleme işlemi yapıldıktan sonra farklı radyasyon dozlarına bağlı olarak alınan ışımaya eğrileri. | 83 |
| Şekil 4.39. | Pellet yapılmamış $Zn_{0.97}Gd_{0.03}O$ örneğine 300 °C’ de 5 saat kalsinasyon ve 600 °C’ de 4 saat sinterleme işlemi yapıldıktan sonra farklı radyasyon doz miktarlarına göre alınan TL şiddetindeki değişim. | 83 |
| Şekil 4.40. | Pellet yapılmamış $Zn_{0.97}Gd_{0.03}O$ örneğine 300 °C’ de 5 saat kalsinasyon ve 800 °C’ de 4 saat sinterleme işlemi yapıldıktan sonra farklı radyasyon dozlarına bağlı olarak alınan ışımaya eğrileri. | 84 |
| Şekil 4.41. | Pellet yapılmamış $Zn_{0.97}Gd_{0.03}O$ örneğine 300 °C’ de 5 saat kalsinasyon ve 800 °C’ de 4 saat sinterleme işlemi yapıldıktan sonra farklı radyasyon doz miktarlarına göre alınan TL şiddetindeki değişim. | 84 |
| Şekil 4.42. | Pellet yapılmamış $Zn_{0.97}Gd_{0.03}O$ örneğine 300 °C’ de 5 saat kalsinasyon, 800°C’ de 4 saat sinterleme işlemi yapılarak 5K/s ısıtma hızıyla 60 Gy β ışınlanmasından sonra alınan TL ışımaya eğrisi. | 85 |
| Şekil 4.43. | Şekil 4.42’ de verilen piklere ait aktivasyon enerjileri | 86 |

SİMGELER VE KISALTMALAR

Bu çalışmada kullanılmış simgeler ve kısaltmalar, açıklamaları ile birlikte aşağıda sunulmuştur.

| Simgeler | Açıklama |
|--------------------------------|-----------------------------------------------------------|
| E | Tuzak derinliği (tuzak enerjisi) |
| β | Uyarma oranı |
| b | Kinetik derece parametresi |
| k | Boltzmann sabiti |
| μ | Simetri faktörü |
| N | Birim hacimdeki tuzak sayısı |
| s | Frekans faktörü |
| τ | Tuzağın yarı ömrü |
| τ_c | Uyarım ve yayılım arasında geçen süre |
| T | Mutlak sıcaklık (K) |
| T_o | Işınlamanın olduğu sıcaklık |
| T_M | Maksimum sıcaklık |
| σ_n | Serbest yük taşıyıcılarının yeniden yakalama tesir kesiti |
| σ_{mn} | Serbest yük taşıyıcılarının yeniden birleşme tesir kesiti |
| Mg | Magnezyum |
| Mn | Mangan |
| NaOH | Sodyum hidroksit |
| CaSO ₄ | Kalsiyum sülfat |
| Cd | Kadmiyum |
| Gd | Gadolinyum |
| Gd ₂ O ₃ | Gadolinyum oksit |
| HNO ₃ | Nitrik asit |
| Gy | Gray |
| mGy | mili Gray |
| mCi | mili Cruie |
| mg | miligram |
| mL | mililitre |

| Kısaltmalar | Açıklama |
|--------------------|-------------------------------------|
| eV | Elektron volt, enerji birimi |
| exp | Eksponansiyel |
| FWHM | Maksimum yüksekliđin yarı geniřliđi |
| k.b. | Keyfi birim |
| MeV | Mega elektron volt |
| QE | Sanki denge |
| PMT | Fotoçođaltıcı tp |
| SEM | Taramalı elektron mikroskobu |
| TEM | Geçiřli elektron mikroskobu |
| TL/TSL | Termolminesans |
| TLD | Termolminesans Dozimetre |
| UV | Ultra-viyole |
| XRD | X ışını kırınımı |

1.BÖLÜM

GİRİŞ

Bilimin ilerlemesi ve teknolojiadaki gelişmeler, yeni malzemelerin geliştirilmesi için itici gücü oluşturmaktadır. Malzemelerde yenilikler ve keşifler, yüksek kalitede malzemelerin üretilmesine odaklanmaktadır. Malzeme özelliklerini ve performansını belirleyen parametreler arasında, yalnızca bileşim değil, uygun üretim yöntemleri ile yapı ve/veya mikro yapının kontrolü de yer almaktadır. Teknolojik uygulamalarda yarıiletkenlerin önemi oldukça büyüktür. Elektronik ve bilgisayar teknolojisindeki ilerlemeler, yarıiletkenlerin özelliklerinin daha iyi bilinmesi ile mümkün olmuştur ve böylece teknolojik gelişmeler hız kazanmıştır [1].

ZnO' in temel fiziksel özelliklerinin aydınlatılması ve bunların uygulamaya aktarılma çalışmaları 1935 ve daha önceki yıllara dayanmaktadır. Örneğin ZnO'in örgü parametreleri gibi bazı fiziksel özelliklerin ölçülmesi 1935 lerde ilk olarak Bunn[2] tarafından yapılmıştır. Damen ve arkadaşları [3] 1965'te Raman saçılması yöntemi ile ZnO'in dinamik titreşim özelliklerini çalışmışlar, Mollwo [4] ise 1954'lerde ZnO'in optiksel özelliklerini detaylı bir şekilde incelemiştir. Benzer şekilde, ZnO tabanlı Schottky engelleri, ışık yayan diyotlar, metal-yalıtkan-yarıiletken yapılar gibi birçok aktif elektronik ve optoelektronik aygıt tasarımlarının yapılması ve bazı sonuçların literatüre aktarılması da yine 1970' li yıllarda gerçekleşmiştir [5].

ZnO, çok cazip özelliklere sahip direk bant aralıklı bir yarı iletkendir. Yasak enerji aralığı oda sıcaklığında 3.4 eV'dur. Yasak enerji aralığı safsızlıklar eklenerek modifiye edilebilir. Örneğin bu aralık Cd katkılanmasıyla azalırken, Mg katkılanarak artmaktadır. ZnO'in en yaygın kristal yapısı hegzagonal (altıgen) yapıdır [6]. ZnO, optoelektronik uygulamalarda bileşenlerin geliştirilmesi için dikkat çekici özellikler sergiler. Bu nedenle ZnO'in fiziksel özellikleri, potansiyel teknolojik uygulamalarda kullanılmak üzere optoelektronik bir madde olarak uygun olduğu için yoğun bir şekilde optik ve

elektriksel özelliklerinin karakterizasyonuna odaklanılmıştır. Uygulama örnekleri; ince film gaz sensörleri, varistörler, ultraviyole ve görünür lazer ve güneş hücreleri bileşenlerini içerir [6-9].

Termolüminesans (TL), yalıtkanlarda ve yarıiletken malzeme kusurlarının incelenmesinde kullanışlı ve güvenilir bir yöntem olarak kabul edilir. Bununla birlikte TL' in yaygın ve başarılı bir uygulaması radyasyon dozimetri alanındadır [10]. Birçok materyal, özellikle klasik termolüminesans dozimetreler yüksek dozlarda radyasyondan zarar görebilir. Bu nedenle, bu tür uygulamalar için uygun materyallerin sayısı sınırlıdır [10-11].

ZnO, farklı radyasyon kaynaklarıyla (α , β ve γ) ışınladığında radyasyona dayanıklılık gösterir [12-15]. ZnO, düşük sıcaklıklarda radyasyona maruz kaldığında elektriksel özellikleri çok az değiştiği için radyasyona dayanıklı bir yarıiletkendir [15]. Zehirli olmayan ZnO, çevre koşullarından etkilenmez ve suda çözünmez. Bu özelliklerine rağmen, TL dozimetrelerde ZnO 'in potansiyel uygulanabilirliği hakkında çok fazla bilgiye literatürde rastlanmamıştır. ZnO 'in dozimetrik malzeme olarak yeterince ilgi görmemesinin nedenleri arasında optoelektronik uygulama alanlarının olması ve daha önce rapor edilen çalışmalarda TL emisyon veriminin düşük olması gösterilebilir [12-14].

Termolüminesans olayı, ilk kez 1663 yılında Robert Boyle tarafından karanlık bir odada ısıttığı elmasın pırıltı vererek görünür ışık yaydığını gözlemlemesi sonucunda keşfedildi. 1676 yılında Oldenburg, fosforun termolüminesansından bahsederek bunu "phosphorus smaragdinus" olarak adlandırıyordu ve materyalin ışığını içerisindeki ateşten aldığını savunuyordu. Deribere (1936) 1821'de Fransa-Annecy 'den bir kimyager olan Calloud tarafından, kinin sülfatın ısıtılmasıyla 100°C ve 180°C sıcaklıklar arasında şiddetli bir ışımaya elde ettiğini rapor etti. Bu gözlem daha sonra Pelletier tarafından da doğrulandı [16].

Termolüminesans kelimesi ilk defa 1895'te değişik türleri bulunan sentetik olarak üretilmiş fosfor üzerinde çalışan Wiedeman ve Schmidt tarafından kullanılmıştır. Ancak, doğal örneklerle laboratuarda oluşturulan termolüminesans ışımaya ilk kez

Trowbridge ve Burbank tarafından yayınlandı. Marie-Curie'nin 1904'teki doktora tez çalışmasında fosforesans ve radyasyon arasındaki bağlantı vurgulanmış ve büyük destek almıştır. Marie-Curie tezinde "Florit gibi bazı materyaller ısıtıldıkları zaman ışık saçarlar; bunlar termal ışımalarıdır (termo-lüminesans)" demiştir [16].

Lind & Bardwell (1923), değişik taşlardan ve saydam minerallerden ışımayı uyararak için radyum kullanarak radyasyonla uyarılmış termolüminesans çalışmasına devam ettiler. Bunu 1924'te floritte kendi doğal termolüminesans gözlemi yapan Wick takip etti. O ve meslektaşları seçilmiş doğal mineraller ve sentetik fosforlarda x-ışını ve elektron demeti ile uyarılmış termolüminesans hakkında detaylı çalışmalar yapmışlardır. Wick & Slattery (1928), seçilmiş aynı sentetik fosforlarda x-ışını ile uyarılmış termolüminesansın incelemesini yapmışlardır. Bu fosforlar mangan (Mn) ile katkılanmış CaSO_4 'tan oluşmaktaydı. $\text{CaSO}_4:\text{Mn}$ özellikle mükemmel bir termolüminesans fosfordur. Bu malzeme Lyman tarafından (1935), fosforun ışığa maruz kalmasıyla uyarılan termolüminesansı gözleyerek mor-ötesi radyasyonu belirlemek için kullanıldı. Kıvılcım ile fosfor arasındaki havanın şeffaflık derecesi termolüminesansın parlaklığı ile anlaşıldı. Bir anlamda Lyman tarafından yapılan çalışma dozimetride termolüminesansın ilk kullanımlarından biri oldu [16].

Termolüminesans esas olarak, kristal örgüdeki bozuklukların bir sonucudur. Yani safsızlık içermeyen bir materyalin TL özelliği göstermesi mümkün değildir. Tabii ki doğada ideal kristal yoktur. En iyi şekilde dizilmiş kristallerde bile başıboş safsızlık atomları, örgüdeki yerini terk etmiş atomlar, bölgesel yanlış dizilmeler mevcuttur. Safsızlıklar, yarı iletken ve yalıtkanların elektronik ve optik özelliklerini belirlemede önemli rol oynamaktadır. İnorganik yalıtkanlarda, ara enerji seviyelerinin oluşmasına neden olan safsızlıklar kontrol edilerek, endüstriyel yeni maddeler üretilmektedir. Elektron ya da deşik tuzağı olarak davranan safsızlıkların oluşturduğu yasak bölgedeki enerji seviyelerinin çalışılması, elektronların radyasyona duyarlılığından dolayı dozimetre ve tarihlendirme uygulamalarında geniş kullanım alanı bulmuştur. Yapılan çalışmalarda, materyalin ve bulundurduğu safsızlıkların faz geçişlerinin lüminesansı etkilediği görülmüştür [17].

Günümüzde son derece yaygın kullanım alanına sahip olan nükleer teknolojilerin ve uygulamalarının en önemli ve hassas noktası, canlı ya da cansız, hedefe uygulanan ve çevreye yayılan radyasyonun sürekli olarak kontrol altında tutulmasıdır. Bilindiği gibi radyasyon canlı hücre ve organizmalarda yapıcı etkisinin yanı sıra zararlı etkilere de sahiptir. Nükleer tekniklerin uygulanmasında dikkat edilmesi gereken en önemli faktör, bilinçli ya da bilinçsiz uygulanan radyasyon dozunun kontrol altında tutulmasıdır. Radyasyona maruz kalan, canlı ya da cansız, tüm çevrenin radyasyon güvenliğini sağlamak amacıyla gerekli ölçümlerin yapılması ve radyasyonun denetimli bir biçimde kullanılması çok büyük önem taşımaktadır. Termolüminesans dozimetri (TLD) radyasyon dozlarının ölçülmesinde yaygın olarak kullanılan pasif bir doz ölçme yöntemidir [18-20].

Uygulama alanı bu kadar geniş olan TLD konusunda bu güne kadar birçok çalışma yapılmıştır. Bu çalışmalardan bir kısmı yeni termolüminesans malzemelerin araştırılması üzerine yoğunlaşırken diğer kısmı, var olan termolüminesans dozimetrelerin özelliklerini geliştirmeye yöneliktir [21]. Termolüminesans malzemelerin en önemli özellikleri, radyasyona karşı hassasiyetinin yüksek olması, doğrusal doz cevabına sahip olması ve taşıdığı doz bilgisini termolüminesans okuma işlemine kadar saklayabilmesidir. TLD malzemelerinin TL özelliklerini belirleyen tuzak parametrelerinin bilinmesi bu dozimetrelerin hassasiyetini, güvenilirliğini ve kullanılabilirliğini arttıracaktır [20].

Termolüminesans dozimetrelerin çevresel ve medikal doz ölçümünde yaygın kullanımlarıyla birlikte bu konudaki çalışmalar yoğunluk kazanmıştır. Yeni dozimetrik malzemelerin üretilmesi, beraberinde bu malzemelerin karakterizasyonunu da getirmiştir. Bir dozimetrik malzemenin ışımaya piklerine ait aktivasyon veya tuzak enerjisi (E), frekans faktörü (s) ve kinetik derece (b) gibi parametrelerin belirlenmesi malzemenin karakterizasyonunda büyük önem taşımaktadır [22].

Bu çalışmada, sol-jel yöntemi kullanılarak ZnO nanokristalleri büyütüldü. ZnO nano kristallerin XRD ve SEM analizi yapılarak büyütme işleminin gerçekleştiği gözlenmiştir. ZnO nanokristallerin $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ β -ışını kaynağı ışınılandıktan sonra termolüminesans (TL) ışımaya eğrisi verdiği ve ışımaya eğrilerinin şiddetinin radyasyon

dozuna baęlı deęiřtięi gzlemlenmiřtir. Gd katkılı ZnO nanokristaller, nitrik asit yntemiyle %1, %3 ve %5 oranında Gd₂O₃ katkılandıktan sonra 300 C’de kalsinasyon ve 600, 800 ve 900 C’ de sinterleme iřlemi uygulanarak elde edilmiřtir. TL lmleri iin katkısız ve Gd katkılanmıř ZnO nanokristaller ince tanecik yntemiyle hazırlanmıřtır. Bu rnekler ⁹⁰Sr/⁹⁰Y-β radyasyon kaynaęı ile farklı dozlarda ıřınlanarak TL ıřıma eęrileri kaydedilmiřtir. rneklerin TL spektrumları zerinde hem sıcaklıęın hem de ıřınlama dozunun etkisi incelenmiřtir. ıřıma eęrilerinin analizi yapılarak, E, s ve b parametreleri belirlenmiřtir. Sıcaklıęın ve katkı oranının TL pik řiddetinin deęiřimi zerine etkisi incelenmiřtir. TL ıřıma eęrilerinden tuzak merkezlerinin aktivasyon enerjisi (E) ve frekans faktr(s) ilk artıř, ıřıma eęrisinin řekline dayanan yntem ve maksimum TL řiddetindeki sıcaklıęa dayanan yntem kullanılarak hesaplanmıřtır. Katkılanmamıř ZnO ve Gd katkılı ZnO nanokristallerinin dozimetrik uygulanabilirlięi incelenmiřtir.

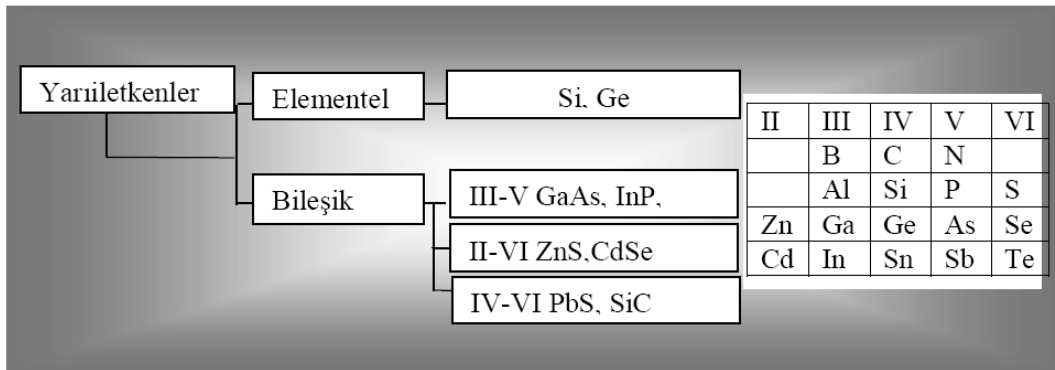
2.BÖLÜM

GENEL BİLGİLER

2.1. Yarıiletkenler

Yarıiletkenler, katıların en ilginç ve önemli sınıfını oluştururlar. Bunlar, metallere kadar uzanan bölgeyi kapsayan geniş bir olaylar zincirini sergilerler ve çok çeşitli uygulama alanlarına sahiptirler. Yarıiletkenlerin öz dirençleri oda sıcaklığında 10^{-2} - 10^9 Ωcm aralığına yayılır. Bu aralık; iyi iletkenler (10^{-6} Ωcm) ve yalıtkanlar (10^{14} - 10^{20} Ωcm) arasındaki bölgeye düşer. Mutlak sıfır sıcaklığında, yarıiletken maddelerin saf ve mükemmel kristalleri yalıtkan özelliği gösterir. Tanıtıcı yarıiletken olma özelliği ise; termal uyarma, safsızlık atomları, örgü kusurları veya kimyasal düzende meydana gelen değişiklikler sonucu ortaya çıkar [23].

En iyi bilinen yarıiletkenler periyodik cetvelin IV. grubunda bulunan Si ve Ge'dur ve bu yarıiletkenler tek cins atomdan oluştuğu için elementel yarıiletkenler olarak adlandırılır. Periyodik cetvelin III. (Al, Ga, In) ve V (P, As, N) grup elementlerinin sentezlenmesiyle elde edilen GaAs, InP ve GaN gibi III-V. malzemelerle, II. (Zn, Cd) ve VI. (O, S, Se) grup elementlerinden elde edilen ZnO, ZnSe, ZnS, CdO ve CdSe gibi II-VI yarıiletkenler ise bileşik yarıiletkenler olarak adlandırılır [24].



Şekil 2.1. Yarıiletken tipleri [24].

2.1.1. Katkısız Yarıiletkenler

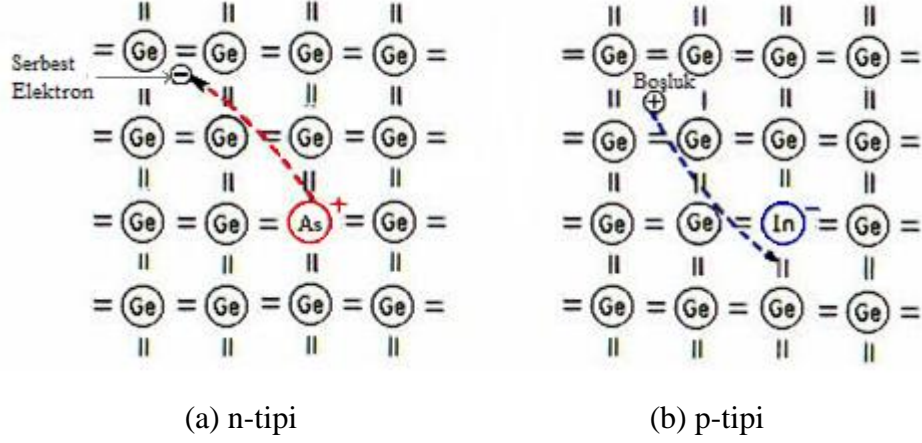
Safsızlık veya örgü kusuru bulunmayan bir yarıiletken malzeme, katkısız (asal) yarıiletken olarak tanımlanır. Böyle bir malzemede, mutlak sıfırda ($T=0$ K) valans bandı elektronlarla dolu olup iletkenlik bandında serbest elektronlar bulunmamaktadır. Sıcaklık arttıkça kırılmış valans bağların sayısı artar ve bu nedenle serbest elektronların ve deşiklerin konsantrasyonu artar. Katkısız yarıiletkenlerde iletkenlik bandındaki elektronların yoğunluğu, valans bandındaki deşiklerin yoğunluğuna eşittir. Çünkü bir elektron termal uyarma sonucu geride bir deşik bırakarak iletkenlik bandına geçer. Bu malzemelerde elektrik alan ve termal enerji ile uyarılan elektronlar yasak enerji aralığını atlayarak iletkenlik bandına geçerler ve böylelikle iletimi sağlarlar [25].

2.1.2. Katkılı Yarıiletkenler

Yarıiletkenlerin çoğunluğunda oda sıcaklığında iletkenlik katkı atomlarının etkisiyle değişir. İletkenliği katkı atomları ile belirlenen yarıiletkenlere katkı yarıiletkenler denir. Katkı atomları ile belirlenen iletkenlik yüksek sıcaklıklarda saf iletkenliğe geçiş yapabilir [25].

Yarıiletken içerisine yapılan katkılamadan sonra, elektriksel özelliklerinde önemli değişiklikler meydana gelir. Bu durumda istenilen özellikte yarıiletken elde etmek için, yarıiletken içerisine belirli oranda safsızlık atomları katılır. Yarıiletkenler katkılama işleminden sonra n-tipi ya da p-tipi özellik gösterirler. Şekil 2.2' deki gibi n-tipi yarıiletkenlerde yarıiletkenler donör atomlarıyla, p-tipi yarıiletkenlerde yarıiletkenler akseptör atomları ile katılır.

Yarıiletkende elektron veren katkı atomuna verici veya donör denir. İletkenliği donör katkısıyla karakterize olunan yarıiletkene n-tipi yarıiletken denir. n-tipi yarıiletkenlerde çoğunluk yük taşıyıcıları elektronlar ve azınlık yük taşıyıcıları deşiklerdir. Yarıiletkende elektron alan katkı atomuna alıcı veya akseptör denir. İletkenliği akseptör katkısıyla belirlenen yarıiletkene p-tipi yarıiletken denir. p-tipi yarıiletkenlerde çoğunluk yük taşıyıcıları deşikler ve azınlık yük taşıyıcıları elektronlardır [25].



Şekil 2.2. N tipi ve p tipi yarıiletkenler [26].

2.1.3. Kristal Kusurları

Kristal yapı, birbirine özdeş yapıların ard arda eklenmesi ile oluşur. Bu yapıtaşları tek atomlar veya atom grupları olabilir. Bir kristal bu atom ve atom gruplarının yerleştiği varsayılan üç boyutlu örgüden oluşur ve kristaller bu üç boyutlu örgü noktalarına yerleşen atomların periyodik dizilişi ile meydana gelir. İdeal bir kristalde atomların örgüdeki dizilişi mükemmeldir. Fakat bir yarıiletkenin 10^{22} cm^{-3} yoğunluğunda atom olduğu düşünülürse bütün atomların kristal örgüde yerleşmeleri gereken yerde bulunmaları beklenemez. Her zaman bazı atomlar kristal örgüde olmaları gereken yerde olmazlar. Sonuç olarak mükemmel bir kristal örgü sistemi yoktur ve örgü kusurlar ve bazı eksiklikler içerir.

Bu kusurların varlığı, malzemenin özelliklerini çok az etkileyebileceği düşünülebilir. Fakat açıktır ki katıların elektriksel dirençleri, mekanik özellikleri gibi bazı parametreleri örgüdeki belirli türdeki kusurların varlığı ile belirlenir. Bir kristaldeki kusurlar ikiye ayrılır; bunlar son derece konumlanmış olan ve atomik boyutta olanlardır. Atomik boyutta olan kusurlar noktasal kusurlardır. Diğer konumlanmış kusurlar (dislokasyonlar) ise genellikle boyutlarına göre incelenir ve bunlar çizgisel kusurlar, düzlemsel kusurlar (dislokasyonlar) ve hacimsel kusurlardır.

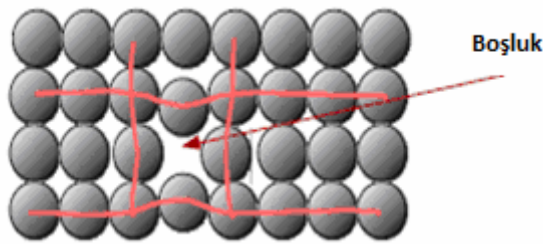
Bir kristalde kusurların oluşmasında etkin olan önemli bir faktörde stokiyometridir. Genellikle bir AB şeklindeki bileşiğin eşit sayıda A ve B atomu içerdiği düşünülür. Bu

tip bir kristalin stokiyometrik olduđu söylenir. Anyon katyon oranı birden farklı olan kristaller stokiyometrik değildir. Stokiyometrinin birden farklı olması bir çok katı için iyi bir üstünlük olmadığı gibi bu tip bileşik yarıiletkenler, yapılarını boşluklar, arayer atomları ya da her ikisi ile birlikte dengelerler [27,28].

2.1.3.1. Noktasal Kusurlar

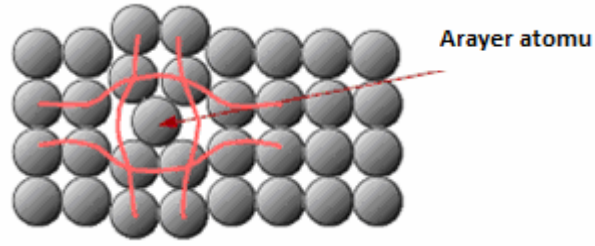
Bu tür kusurlar; sıvı katılaştırırken, metalin plastik şekil deęiştirilmesi esnasında, yüksek sıcaklıkta ısıl titreşim etkisinde atomun yer deęiştirilmesi nedeniyle oluşabilir. Atom boşlukları (normal olarak dolu olması gerektięi halde boş olan yerler), arayer atomu (normal olarak dolu olan konumların dışında bulunan atomlar ya da iyonlar), ayrışmış arayerler (bir arayer, dięer bir atomun ya da iyonun normal konumunu deęiştirdiğinde) görülür.

i) Atom boşluğu (Boş nokta kusuru): Bir atom bulunması gereken yerde bulunmuyorsa buna atom boşluğu denir. Bu boşluklar katılma sırasında atomların hatalı yerlere yerleşmesi, bazı örgü noktalarını doldurmamaları nedeniyle ve katı fazda yüksek sıcaklıkta termal titreşimler nedeniyle bazı atomların örgü noktalarından fırlamaları nedeniyle oluşabilir (Şekil 2.3).



Şekil 2.3. Atom boşluğu kusuru [29].

ii) Arayer kusuru: Fazla bir atom örgüde yerleşebileceęi uygun bir yer yokken örgüye yerleşmesi için zorlanırsa örgünün sıkıştırılması ile kristal örgüdeki yerinden ayrılıp atomlar arasındaki bir boşluęa yerleşir ve bu atoma arayer atomu denir (Şekil 2.4).

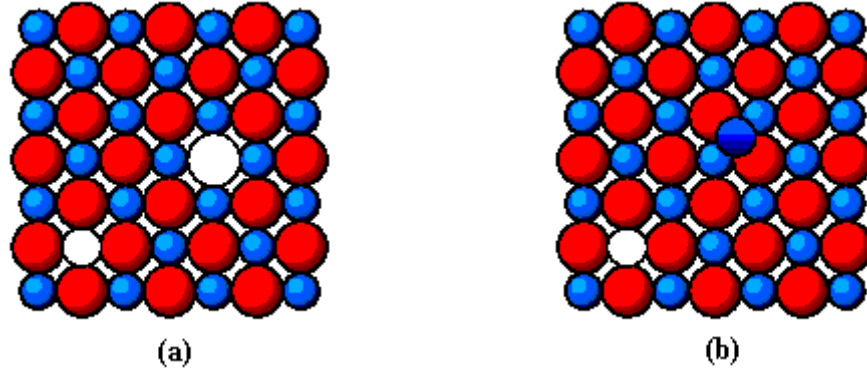


Şekil 2.4. Arayer atomu kusuru [29].

Yukarıda bahsettiğimiz iki kusur, kristallerde ısısal uyarılmanın bir sonucu olarak meydana gelirler ve sayıları sıcaklıkla hızla yükselir [30].

iii) Schottky kusuru: Bu kusur iyonik bağlı malzemelerde boş nokta çifti şeklinde meydana gelir. Bu tür malzemelerin kristal yapıları içerisinde eşit elektriksel yükün korunması için kristal örgüden bir anyon ile katyonun ayrılması gerekir. Bunun sonucunda da schottky kusuru oluşur (Şekil 2.5.a).

iii) Frenkel Kusuru: Bir iyonun komşu yüksek enerjili bir bölgeye geçmesi ile oluşan kusurdur (Şekil 2.5.b).



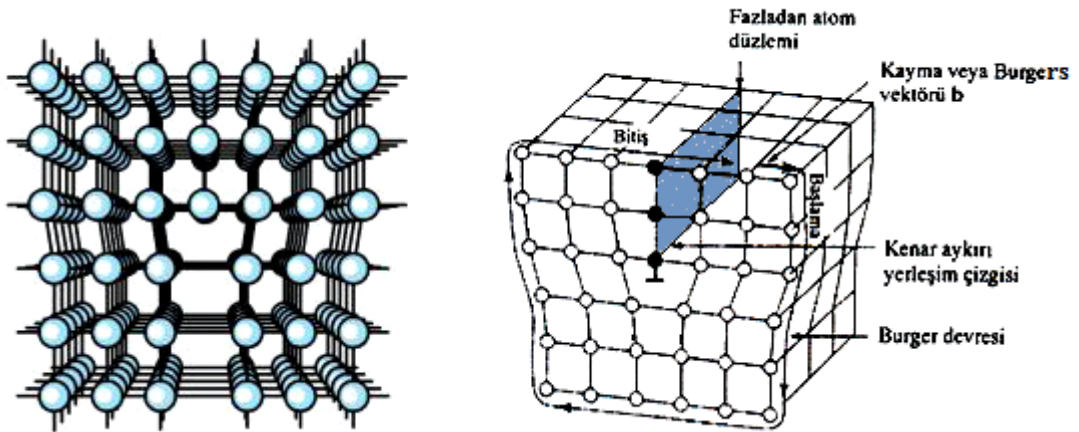
Şekil 2.5. (a) Schottky kusuru, (b) Frenkel kusuru [31].

2.1.3.2. Çizgisel Kusurlar

Kristallerde düzensizlik merkezi bir çizgi boyunca yer almaktadır ve çizginin her iki tarafında kristal kusursuz olabilir. Fakat örgü noktaları birbirlerinin devamı değildir. Başka bir deyişle; kristalin bir bölgesi bu bölgeyi alt ve üst kısımlara ayıran bir düzlem

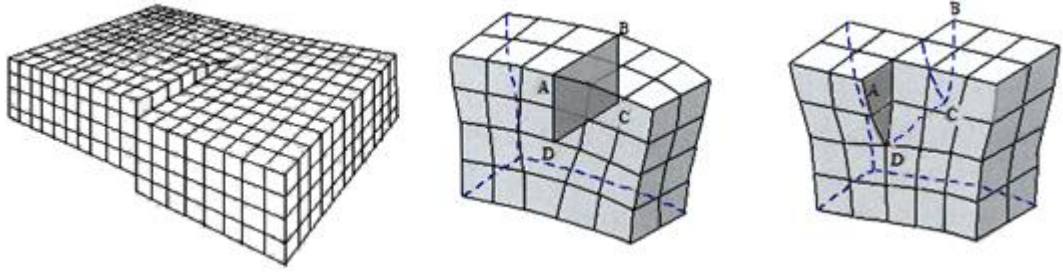
üzerinde kaymaya uğramışsa, alt ve üst noktalar birbirlerine göre belirli bir miktar ötelenmişse kaymaya uğramış ve uğramamış bölgeleri ayıran çizgi bir kristal hatadır ve dislokasyon denir. Bu kusurlar metallerin ve alaşımların mekanik özelliğini açıklamayı sağlar. Dislokasyon kusurları elektron mikroskopların görüntü ekranlarından izlenebilir. Dislokasyonlar; kenar, vida ve karışık olmak üzere üç çeşittir:

i) Kenar Dislokasyonu: Kusursuz bir kristalde ekstra bir atom tabakasının ilavesi ile kenar dislokasyonu oluşur. Malzemenin şekillenmesini sağlayan kuvvetin geldiği yöne dik olarak oluşan dislokasyonlardır. Bir kristal yapı içerisinde ortaya çıkan dislokasyonların oluşum özellikleri ve türü Burgers vektörü ile tanımlanır, bu ise kayma vektörüdür (Şekil 2.6).



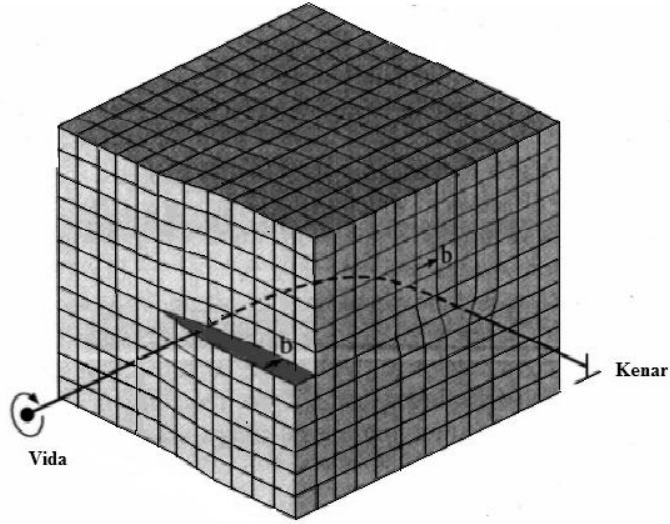
Şekil 2.6. Kenar dislokasyonu [29].

ii) Vida Dislokasyonu: Malzemenin şekillenmesini sağlayan kuvvetin geldiği yönde oluşan dislokasyonlardır. Diğer bir ifade ile Burgers vektörü şekillendirme kuvvetine paralel olan dislokasyonlardır (Şekil 2.7).



Şekil 2.7. Vida dislokasyonu [29].

iii) **Karışık Dislokasyonu:** Vida ve kenar dislokasyonunun birlikte bulunduğu haldir. Gerçekte dislokasyonlar kristalde karışık dislokasyonlar halindedir (Şekil 2.8).



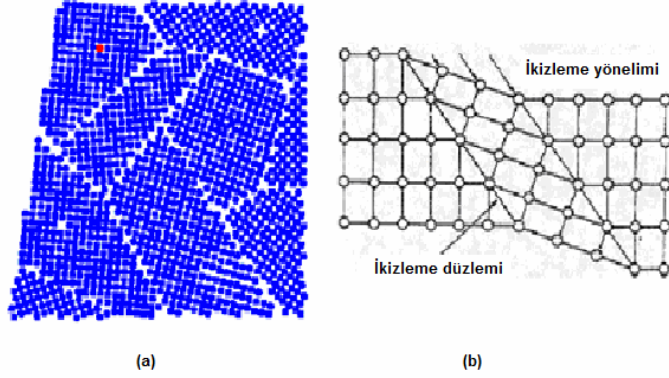
Şekil 2.8. Karışık dislokasyon [29].

2.1.3.3. Düzlemsel (Yüzeysel) Kusurlar

Düzlemsel kusurlar bir malzemeyi aynı örgü yapısına sahip, ancak farklı doğrultularda yönelmiş değişik bölgelere ayıran yüzeylerden oluşur. Bu yüzeyler kesit üzerinde sınır biçiminde görünür (Şekil 2.9).

i) **Tanecik Sınırı:** Her tanedeki atomsal düzen ve yönelme farklıdır. Tane sınırları taneleri birbirinden ayıran yüzeylerdir.

ii) **İkizleme sınırları:** İkizleme sınırı, kristal örgü yapısındaki atom düzenlerinin simetrik olarak farklı doğrultularda yönelmesi sonucunda birbirinin ayna görüntüsü şeklinde oluşan iki bölge arasındaki düzlem olarak tanımlanır.



Şekil 2.9. (a) Tane sınırı kusurları, (b) İkizleme sınırları kusurları [30].

2.1.3.4. Hacimsel Kusurlar

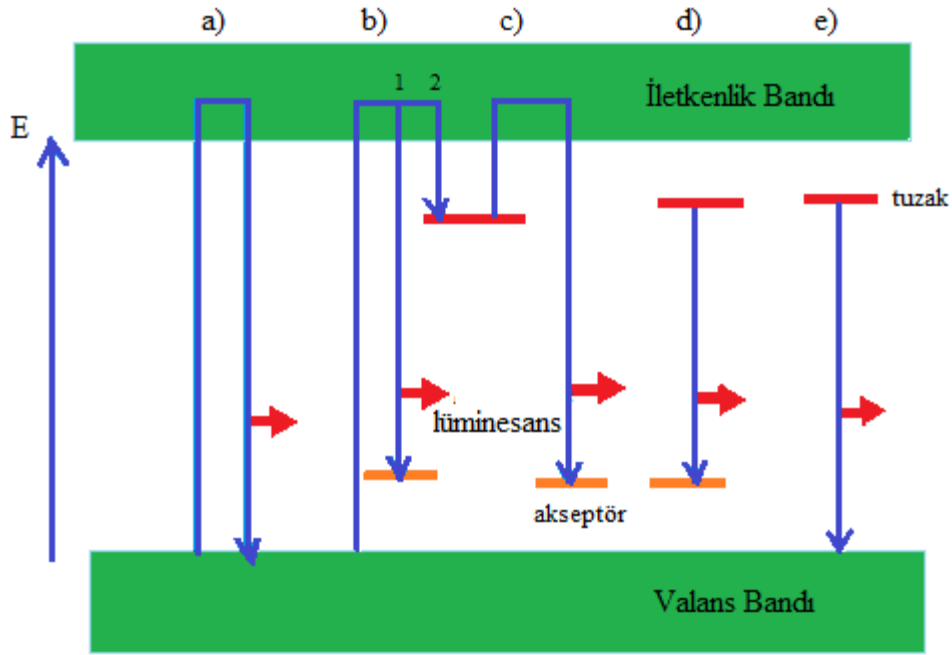
Hacimsel kusurların oluşması için gereken enerji miktarı oldukça fazladır. Bu kusurlar üç boyutlu olup, malzemenin üretimi sırasında ve malzemenin döküm, dövme, hadde gibi şekillendirmesi esnasında ortaya çıkar. Örnek olarak, döküm kusurları, biçimlendirme, dövme kusurları ve kaynak kusurları verilebilir [23, 28-29, 31].

2.2. Lüminesans

Bir materyal radyasyona maruz bırakıldığında, gelen radyasyonun enerjisinin bir kısmı materyal tarafından soğurulur ve daha uzun dalga boylu bir ışık olarak yeniden yayınlanır (Stoke Kanunu). Bu süreç "lüminesans" olarak adlandırılır. Yayınlanan ışığın dalga boyu gelen radyasyonun değil lüminesans malzemenin karakteristik özelliğidir. Lüminesans olaylarının çoğu, görünür ışığın salınımıyla ilgilenmektedir, fakat mor ötesi (UV) ve kızıl ötesi (IR) gibi diğer dalga boyları da salınabilir [16].

Lüminesans olayı, yarıiletken veya yalıtkan malzemelerde gözlenir. Bu olayın ana prensibi şudur: Gelen radyasyon malzeme içerisindeki atomların valans elektronlarına enerji kazandırarak (uyararak) buldukları seviyeden bir üst seviyeye (iletkenlik bandı)

çıkmaya zorlar. Böylece atom kararlılığını yitirir. Elektron yeni yörüngesinde dolanırken enerji kaybeder ve kararlı duruma tekrar dönebilmek için (yani eski yörüngesine dönebilmek için) belirli bir enerji değerine sahip (uyarılmış yörünge ile eski yörünge arasındaki enerji farkı kadar) bir foton yayınlar ve eski kararlı durumuna döner [32]. Şekil 2.10' da katı bir malzeme içindeki olası elektron geçişleri ve lüminesans işlemleri gösterilmektedir [31].



Şekil 2.10. Katı bir malzeme içindeki elektron geçişleri ve lüminesans işlemleri [31].

Lüminesansın temel işleyişi;

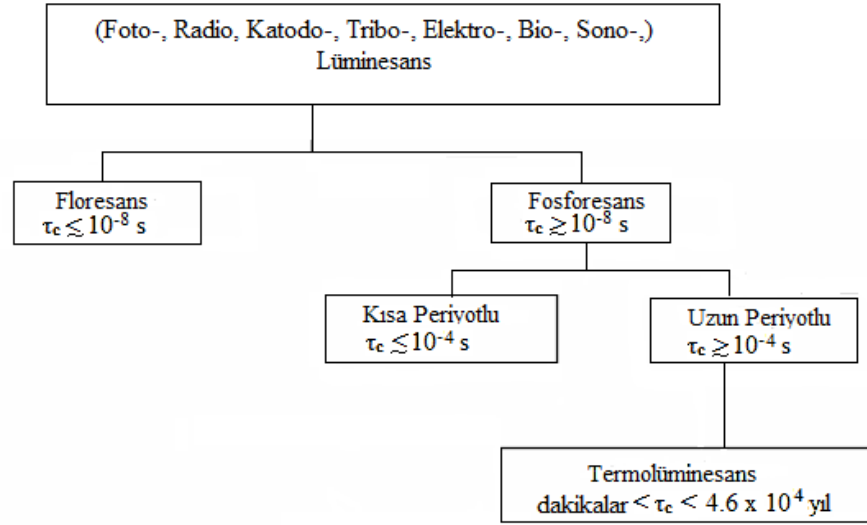
- a) Uyarma enerjisinin soğurulması sonucunda elektronun iletkenlik bandına geçişi ve buradaki elektronun değerlik bandına geçerken ışın yayılması,
- b) Uyarılma enerjisinin 1 ve 2 durumlarından yeniden birleşme merkezleri (akseptör) seviyelerine geçişinde ışın yayılması,
- c) Tuzak seviyelerinden iletkenlik bandına ve yine oradan yeniden birleşme merkezlerine (akseptörlere) geçişte ışın yayılması,
- d) Tuzaklardan akseptörlere geçiş sonrasında ışın yayılması,
- e) Tuzaklardan direkt değerlik bandına geçiş sonrasında ışın yayılması

şeklindedir. Lüminesans işlemi, özellikle malzeme içerisindeki elementlerin enerji seviyeleri hakkında bilgi vermektedir. Bu bilgi sayesinde örneklerin kristal yapısı hakkında da bilgi edinilmektedir. Lüminesans geniş bir terimdir; atomların uyarıldığı metotlara ve uyarılan seviyelerin ömür sürelerine göre gruplandırılabilir [33,31].

Lüminesansa, uyarmanın çeşitliliğine göre yayınıma neden olan radyasyon tipine göre isimler verilmiştir. Bunlar fotolüminesans (optik veya UV ışıkla uyarma), radyolüminesans (nükleer radyasyonlar, örneğin gama ışınları, beta parçacıkları, x ışınları ile uyarma) ve katodolüminesans (elektron demeti ile uyarma) örnek olarak verilebilir. Buna ek olarak lüminesans, kimyasal enerji (kemilüminesans), mekanik enerji (tribolüminesans), elektrik enerjisi (elektrolüminesans), biyokimyasal enerji (biyolüminesans) ve ses dalgaları (sonolüminesans) ile de elde edilebilir [16].

Bazı yalıtkan ve yarı iletken maddeler, ısıtıldıkları zaman ışıma yaparlar. Bu fiziksel olaya "ısıtma ile ışıma" anlamına gelen termolüminesans (TL) denir. Genelde termolüminesans olarak adlandırılan termal uyarımalı lüminesans, yaygın olarak yarıiletken malzemelerdeki ve yalıtkanlardaki kusurları çalışmak için kullanışlı ve güvenilir bir teknik olarak kabul edilir [34].

Işığın yayınıcı, radyasyonun soğurulmasından sonra karakteristik bir sürede (τ_c) meydana gelir ve bu parametre lüminesans sürecini alt kategorilere sınıflandırmayı sağlar (Şekil 2.11). Dolayısıyla, floresans $\tau_c < 10^{-8}$ 'de meydana gelirken fosforesans $\tau_c > 10^{-8}$ 'de meydana geldiğinden ayırt edilebilirler [35,38].



Şekil 2.11. Lüminesans olayın soy ağacı (τ_c ; uyarım ve yayılım arasında geçen süre) [16].

$\tau_c < 10^{-8}$ s değeri, floresans yayılımının kendiliğinden oluşan bir süreç olduğunu gösterir bir tanımdır. Dolayısıyla, floresans yayılımı radyasyonun soğurulması ile aynı anda gerçekleşen ve radyasyon kesildiğinde hemen durma olarak tanımlanmaktadır. Diğer taraftan fosforesans, soğurulan radyasyon ile maksimum şiddete ulaşması için geçen süre (t_{max}) arasındaki gecikme ile karakterize edilmektedir. Ayrıca fosforesansın, uyarılma kaldırıldıktan sonra bir süre devam ettiği görülmektedir. Açık bir şekilde görülüyor ki, gecikme zamanı τ_c , 1s mertebesindeyse fosforesans olarak sınıflandırmak kolaydır. Ancak daha kısa süreli gecikmeler için, floresans ile fosforesans arasında ayırım yapmak daha zordur. Kendi arasında fosforesans, kısa süreli ($\tau_c < 10^{-4}$ s) ve uzun süreli ($\tau_c > 10^{-4}$ s) fosforesans olarak iki ana gruba ayrılabilir [35-38].

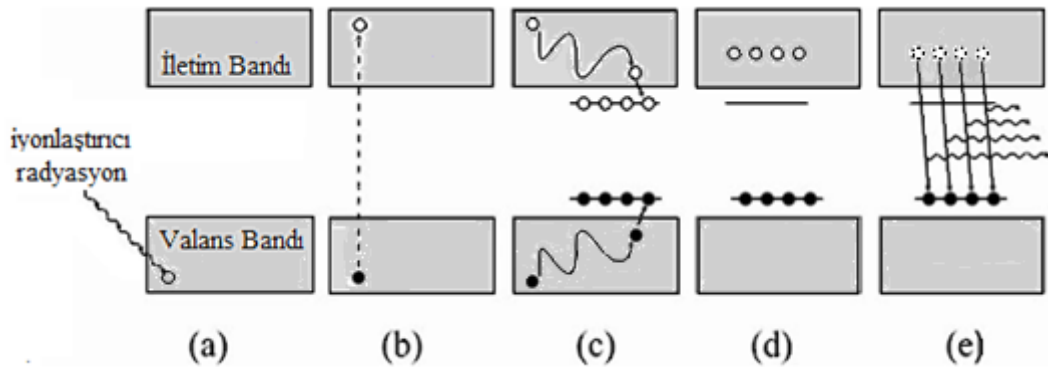
Floresans ile fosforesans arasındaki farkı ayırt etmenin bir tek yolu lüminesans bozunum üzerine sıcaklığın etkisini incelemektir. Floresans bozunumu sıcaklıktan bağımsızken fosforesans, güçlü bir şekilde sıcaklık bağımlılığı sergiler [16].

2.2.1. Termolüminesans Olayı

Termolüminesans olay, termodinamik denge durumunda bulunan bir sistemin dış enerji kaynağından enerji soğurarak uyarılması sonucunda yarı kararlı duruma geçmesi ve

ardından ısı enerjisi yardımıyla sistemdeki fazla enerjinin yayınlanarak sistemin denge durumuna dönmesi olarak tanımlanabilir. Burada uyarılmaya neden olan dış enerji kaynağı iyonlaştırıcı radyasyondur.

Şekil 2.12’de TL olay basamaklar halinde gösterilmiştir. Bir yalıtkan ya da yarıiletken kristal, iyonlaştırıcı radyasyona maruz kaldığında enerji soğurur (Şekil 2.12a). Bu soğurulma, valans bandındaki elektronların bir kısmının serbest kalmasına ve kristal içerisinde serbest elektron-boşluk çiftlerinin meydana gelmesine neden olur (Şekil 2.12b). Serbest kalan elektronlar iletim bandında ve boşluklar valans bandında hareket ederler. Bu hareket sırasında serbest yük taşıyıcılar zıt işaretli başka yük taşıyıcılar ile yeniden birleşebilir ya da kristal içerisindeki kusur ve safsızlıklar tarafından meydana getirilmiş olan yük taşıyıcı tuzakları (tuzak durumları, trapping states) tarafından yakalanabilirler (Şekil 2.12c). Tuzaklara yakalanan elektronlar, ortamın sıcaklığı ve tuzak seviyesinin aktivasyon enerjisine (tuzak derinliği) bağlı olarak tuzaklarda bir süre kalırlar. İyonlaştırıcı radyasyonun ortamdaki uzaklaştırılmasının ardından kristal kontrollü bir şekilde ısıtılır. Isıtma sürecinde tuzaklardaki yük taşıyıcılar yakalandıkları tuzaklardan kaçabilecek kadar ısı enerjisi kazandıklarında serbest kalarak yeniden iletim bandına geçerler (Şekil 2.12d). Serbest kalan elektronlar, kristal içerisinde hareket ederken zıt işaretli yük taşıyıcıları ile yeniden birleşirler ve eğer yeniden birleşme olayı ışınımlı ise lüminesans bir foton yayınlanır (Şekil 2.12e). Bu süreç TL olayının en basit açıklamasıdır.



Şekil 2.12. Termoluminesans olay [19].

Isı enerjisi yardımıyla sistem denge durumuna dönerken yayınlanan lüminesans ışımaya tüm süreç boyunca izlenir. Kristalden yayınlanan lüminesans ışımaya, sıcaklığın bir fonksiyonu olarak kaydedilir ve ışımaya eğrisi grafiği elde edilir. Bu ışımaya, sistemin denge durumuna dönme hızıyla orantılıdır.

Termolüminesans özellik gösteren kristaller, radyasyona maruz kaldıktan sonra, ısıtıldıklarında ışımaya yaparlar; ancak bu ışımaya siyah cisim ışımamasından farklıdır. Bilindiği gibi doğadaki bütün cisimler, sıcaklıklarına bağlı olarak, elektromanyetik ışımaya yaparlar ve bu ışımaya siyah cisim ışımaması olarak bilinmektedir. Cismin sıcaklığına bağlı olarak siyah cisim ışımamasının yoğunluğu da değişmektedir [39]. TL olayda ise yalnızca iyonlaştırıcı radyasyona maruz kalan cisim TL ışımaya yapabilir ve bu süreç sonunda cismin yeniden TL ışımaya yapabilmesi için tekrar ışınlanması gerekmektedir.

Termolüminesans olayı açıklayıp, enerji seviyeleri arasındaki yük taşıyıcı trafiğini belirlemek için şu şekilde bazı tanımlamalar ve kabuller yapmak gerekmektedir (Şekil 2.13):

- Sadece yük taşıyıcılarının (elektron, boşluk) valans ve iletim bantlarından yük taşıyıcı tuzaklarına geçişleri veya bunun tam tersi geçişler ile ilgilenecektir. Tuzaklar arası yük taşıyıcı geçişleri yalnızca bazı malzemelerde ortaya çıktığı ve düşük düzeylerde gerçekleştiği için basitlik açısından dikkate alınmayacaktır.
- Bir yük taşıyıcısının ısı olarak uyarılıp tuzaktan kurtularak kendi delokalize enerji bandına geçme olasılığı, zıt işaretli bir serbest yük taşıyıcısı ile karşılaşarak yeniden birleşme olasılığından büyüktür.
- Tuzaktaki bir yük taşıyıcısının, zıt işaretli başka bir yük taşıyıcısı ile yeniden birleşme olasılığının ısı uyarılma olasılığından büyük olduğu merkezlere yeniden birleşme merkezleri denir.
- Yeniden birleşme olasılığı ile delokalize banda geçme olasılığının birbirine eşit olduğu enerji seviyesine demarkasyon seviyesi denir. Her iki tip yük taşıyıcısı için demarkasyon seviyeleri tanımlanmaktadır. (Elektronlar için E_{Dn} , boşluklar için E_{Dp} .)
- İletim bandında bulunan bir elektronun (enerjisi $\geq E_c$), E enerjili $E_c > E \geq E_{Dn}$ bir tuzığa geçişi ışınımsızdır ve sadece örgü titreşimi (fonon) yayınlanır. Benzer

şekilde, valans bandındaki bir boşluğun (enerjisi $\leq E_v$), E enerjili $E_{Dp} > E \geq E_v$ bir tuzığa geçişi ışınımsızdır ve sadece fonon yayınlanır.

- $E \geq E_c$, yani iletim bandındaki serbest elektronların, $E_f > E > E_{Dp}$ bölgesinde bulunan tuzaklara yakalanmış boşluklarla yeniden birleşmesi ışınımlıdır ve foton yayınlanır.
- $E \leq E_v$ olan serbest boşlukların serbest elektronlarla yeniden birleşmesi ışınımlıdır ve foton yayınlanır.



Şekil 2.13. Delokalize enerji seviyeleri [19].

Yük taşıyıcıların tuzaklardan kurtulma olasılığı denklem (2.1) ile tanımlanabilir.

$$p = s \exp\left(-\frac{E}{kT}\right) \quad (2.1)$$

Burada k Boltzmann sabiti ($k = 1,38 \times 10^{-23} \text{ J / K}$), T sıcaklık ve s kaçmaya teşebbüs etme frekansıdır. s'nin değerinin örgü titreşimi ile aynı derecede olduğu ($10^6 - 10^{14} \text{ s}^{-1}$) kabul edilir [10,20].

T sıcaklığında yarı-kararlı düzeydeki yük taşıyıcılarının τ ömür süresi;

$$\tau = p^{-1} \quad (2.2)$$

şeklindedir.

Birinci ve ikinci dereceden kinetiğe sahip örneklerin tuzak ömürleri

$$\tau = \frac{1}{s \exp\left(\frac{E}{kT}\right)} \quad (2.3)$$

formülüyle hesaplanır.

2.2.2. Termoluminesansın Temel Teorileri

2.2.2.1. Yarı Denge (QE)

TL şiddeti ve sıcaklık arasında bir bağlantı oluşturmak için oran denklemlerine bazı varsayımlar yerleştirilmelidir. Bu denklemlere yerleştirilen tüm varsayımların en önemlisi yarı dengedir.

QE varsayımı;

$$\left| \frac{dn_c}{dt} \right| \ll \left| \frac{dn}{dt} \right|, \left| \frac{dm}{dt} \right| \quad (2.4)$$

Bu varsayım basitçe, iletim bandındaki serbest elektron yoğunluğunun yarı kararlı olduğunu belirtir. Eğer bu varsayımı, başlangıçtaki serbest yük yoğunluğunun çok az olduğu varsayımıyla ($n_c \cong 0$) birleştirirsek, ısısal uyarılma sırasında iletim bandında hiçbir zaman elektron birikmez. Bu eşitsizliği uygulayarak;

$$-\frac{dn}{dt} \cong \frac{dm}{dt} = I_{TL} \quad (2.5)$$

bağıntısı kullanılarak n_c hesaplanır ve yerine yazılarak aşağıdaki denklemler bulunur:

$$I = \frac{ns \exp\{-E_t/kT\} m \sigma_{mn}}{(N-n)\sigma_n + m\sigma_{mn}} \quad (2.6)$$

$$I = ns \exp\{-E_t/kT\} \left[1 - \frac{(N-n)\sigma_n}{(N-n)\sigma_n + m\sigma_{mn}} \right] \quad (2.7)$$

(2.5) ve (2.6) denklemleri TL yayını için genel bir tuzaklı denklemi (GOT) olarak adlandırılır [40-41]. (2.7) denklemindeki kare parantez içerisindeki ifade ısısal olarak yeniden tuzaklanmama olasılığıdır. GOT denkleminde verilen parametreler ise;

- σ_{mn} : serbest yük taşıyıcılarının yeniden birleşme tesir kesiti
- σ_n : serbest yük taşıyıcılarının yeniden yakalama tesir kesiti
- N : birim hacimdeki tuzak sayısı

şeklinde ifade edilir.

2.2.2.2. Birinci Derece Kinetikler (yavaş yeniden tuzaklanma)

Randall ve Wilkins [36, 37], termal uyarma periyodu süresince ihmal edilebilir yeniden tuzaklanmaları, örneğin $m\sigma_{mn} \gg (N-n)\sigma_n$ olduğunu varsaydı. Bunun $n(t)$ ve $m(t)$ fonksiyonu arasındaki bir durum olduğuna dikkat edilerek bu yüzden tepenin başlangıcında doğru olabildiği zaman, bunun daha sonraki basamaklarda ilerledikçe doğru olmaması olasılığı bulunur. Bu “yavaş yeniden tuzaklanma” şartları altında GOT denklemi,

$$I_{TL} = ns \exp\left(-\frac{E_t}{kT}\right) \quad (2.8)$$

olur. 0-t aralığında integrali alınır ve ısıtma hızı sabit olarak alınır, I_{TL} için birinci dereceden aşağıdaki Randall - Wilkins fonksiyonu elde edilir.

$$I_{TL} = n_o s \exp\left\{-\frac{E_t}{kT}\right\} \exp\left\{-\left(\frac{s}{\beta}\right) \int_{T_0}^T \exp\left\{-\frac{E_t}{k\theta}\right\} d\theta\right\} \quad (2.9)$$

Burada , n_o , n 'nin $t=0$ 'daki değeridir ve θ , sıcaklığı gösteren iki değerli bir değişkendir. Fonksiyonun özellikleri (a) sabit E_t ve β için, n_o ile değişimleri, (b) sabit n_o ve β için, E_t ile değişimleri, (c) sabit E_t ve n_o için, β ile değişimleri, Şekil 2.14'de gösteriliyor. Birinci derece kinetiklerin maksimum koşulunu veren ifade:

$$\frac{\beta E}{kT_M^2} = s \exp\left(-\frac{E}{kT_M}\right) \quad (2.10)$$

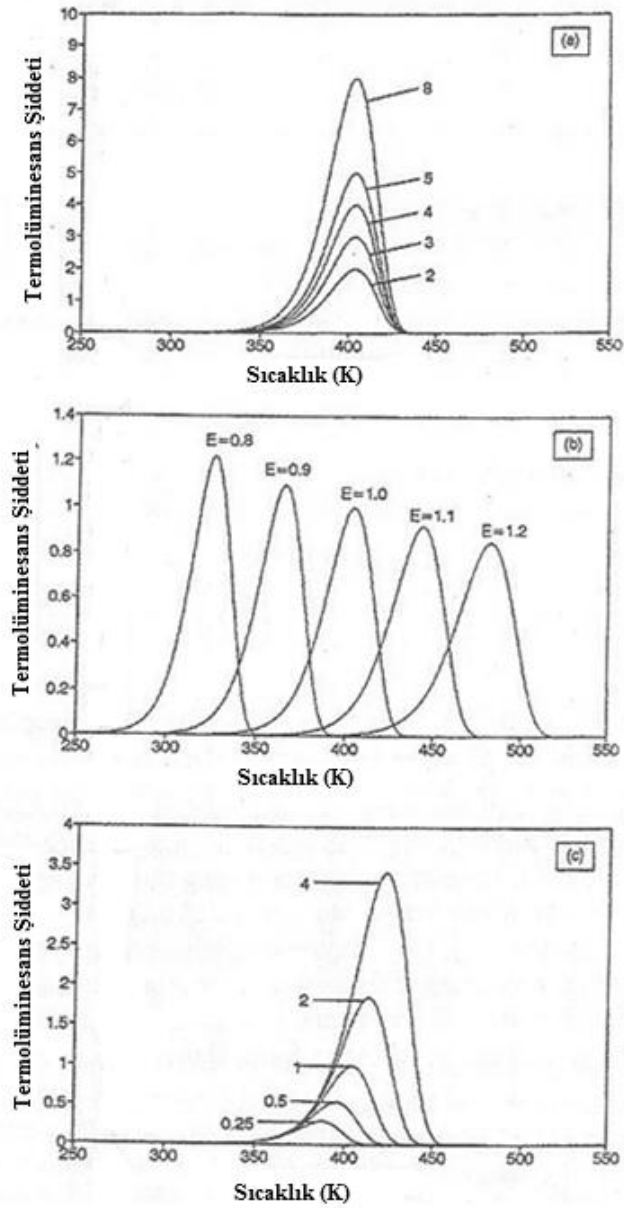
olur. s faktörünün fiziksel anlamı yalnızca birinci derece olay için ve birimi s^{-1} olduğunda geçerlidir. Birinci dereceden eğri için

$$s = \frac{N}{n_0} \left[\frac{2kT_M^2}{E} \exp\left(-\frac{E}{kT_M}\right) - \int_{T_0}^{T_M} \exp\left(-\frac{E}{k\theta}\right) d\theta \right]^{-1} \quad (2.11)$$

elde edilir. Buradan da gerekli işlemler yapılarak

$$s = \frac{\beta E}{kT_M^2} \exp\left(\frac{E}{kT_M}\right) \quad (2.12)$$

eşitliği elde edilir.



Şekil 2.14. Randall-Wilkins birinci-derece TL denkleminin (a) n_0 ile değişimi, (b) E_t ile değişimi, (c) β ile değişimi [10].

2.2.2.3. İkinci derece kinetik (hızlı yeniden tuzaklanma)

Garlick ve Gibson [35], ısıtma sürecinde tuzaklardan serbest kalan elektronların tekrar tuzaklara yakalanma olasılığının, yeniden birleşme olasılığından büyük olduğunu kabul etmişlerdir.

$$M\sigma_{mn} \ll (N-n)\sigma_n \quad (2.13)$$

Aynı zamanda tuzakların doyuma ulaşmadığını kabul ederek, GOT denklemini yeniden düzenlemişlerdir:

$$N \gg n \text{ ve } n=m$$

$$I_{TL} = -\frac{dn}{dt} = s \left(\frac{\sigma_n}{N\sigma_{nm}} \right) n^2 \exp \left\{ -\frac{E_t}{kT} \right\} \quad (2.14)$$

Burada dn/dt , ısıtma sürecinde elektron konsantrasyonunun değişim hızıdır. Elektronların ısıl uyarılma sonucu serbest kalma olasılığı ($n.s.\exp[-E/k.T]$) terimi ifade edilmiştir.

Eşitlik (2.14)'e dikkat edilir ise dn/dt 'nin n^2 ile orantılı olduğu görülmektedir. Böylece termolüminesans ışıma için ikinci dereceden bir ifade elde edilmiş olmaktadır. Bu ikinci dereceden denklemde $\sigma_{nm} = \sigma_n$ olarak alınır, $s'=s/N$ tanımlaması yapılır ve 0-t aralığında integral alınırsa (2.15) denklemi elde edilir.

$$I_{TL} = n_0^2 s' \exp \left\{ -\frac{E_t}{kT} \right\} \left[1 + \left(\frac{n_0 s'}{\beta} \right) \int_{T_0}^T \exp \left\{ -\frac{E_t}{k\theta} \right\} d\theta \right]^{-2} \quad (2.15)$$

Bu denklem ikinci dereceden Garlick-Gibson TL denklemi olarak bilinmektedir. Bu denklemin çözümü olan termolüminesans ışıma eğrisinin yüksek sıcaklık bölgesinde kalan kısmı, düşük sıcaklık bölgesinde kalan kısmından daha geniştir. Garlick-Gibson termolüminesans denklemi türetilirken ısıtma sürecinde serbest kalan elektronların yeniden tuzaklar tarafından yakalanma olasılığı hesaba katıldığı için lüminesans yayınlanmadaki artışın bir miktar gecikmesi ve böylece eğrinin yüksek sıcaklık bölgesinde kalan kısmının daha geniş olması beklenen bir sonuçtur (Şekil 2.15.). İkinci derece kinetikler için maksimum koşulu veren ifade:

$$\frac{\beta E}{kT_M^2} = s \exp\left(-\frac{E}{kT_M}\right) \left[1 + \frac{2kT_M}{E}\right] \quad (2.16)$$

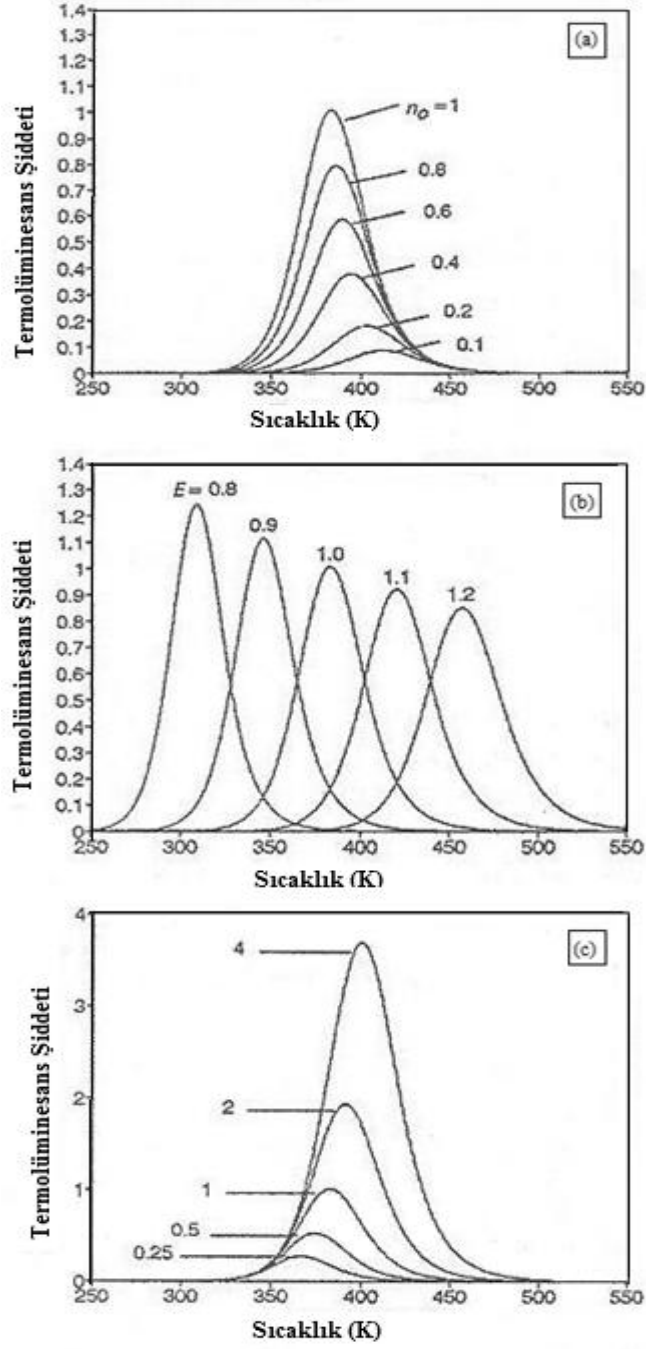
olur. İkinci derecede s yerine pre-exponential faktör olarak bilinen $s' = s/N$ geçer, birimi de $\text{cm}^3 \text{s}^{-1}$ dir. (N birimi cm^{-3} olan tuzak konsantrasyonudur).

$$s = \beta \left[\frac{bkT_M^2}{E} \exp\left(-\frac{E}{kT_M}\right) - (b-1) \int_{T_0}^{T_M} \exp\left(-\frac{E}{k\theta}\right) d\theta \right]^{-1} \quad (2.17)$$

olur. Yapılan işlemler sonucunda ikinci dereceden kinetik durumunda frekans faktörü

$$s = \frac{\beta E}{kT_M^2} \left\{ \frac{2kT_M}{E} + 1 \right\}^{-1} \exp\left[\frac{E}{kT_M}\right] \quad (2.18)$$

bulunur.



Şekil 2.15. Garlick-Gibson ikinci-derece TL denkleminin (a) n_o ile değişimi, (b) E_t ile değişimi, (c) β ile değişimi [10].

2.2.2.4. Genel Derece Kinetikler

Randall-Wilkins birinci dereceden ve Garlick-Gibson ikinci dereceden termolüminesans ışımaya yoğunluğunu ifade eden denklemlerini türetirlerken, önceki bölümlerde söz edildiği gibi, yeniden tuzaklara yakalanma ve yeniden birleşme olasılıklarının oranları

hakkında bazı özel kabuller öne sürmüşlerdir. May ve Partridge [42], bu kabulleri ve elde edilen denklemleri hesaba katarak, termolüminesans ışıma yoğunluğunu ifade eden yeni bir deneysel bağıntı türetmişlerdir.

$$I_{TL} = n^b s' \exp\left\{-\frac{E_t}{kT}\right\} \quad (2.19)$$

Burada s' , $m^{3(b-1)}s^{-1}$ boyutundadır, b genel dereceden parametre olarak tanımlanmaktadır ve değeri 1 ya da 2 olmak zorunda değildir. Eşitlik (2.12) $b \neq 1$ durumu için integre edilirse;

$$I_{TL} = n_0 s'' \exp\left\{-\frac{E_t}{kT}\right\} \left[1 + \left(b-1\right) \frac{s''}{\beta} \int_{T_0}^T \exp\left\{-\frac{E_t}{k\theta}\right\} d\theta\right]^{-\frac{b}{b-1}} \quad (2.20)$$

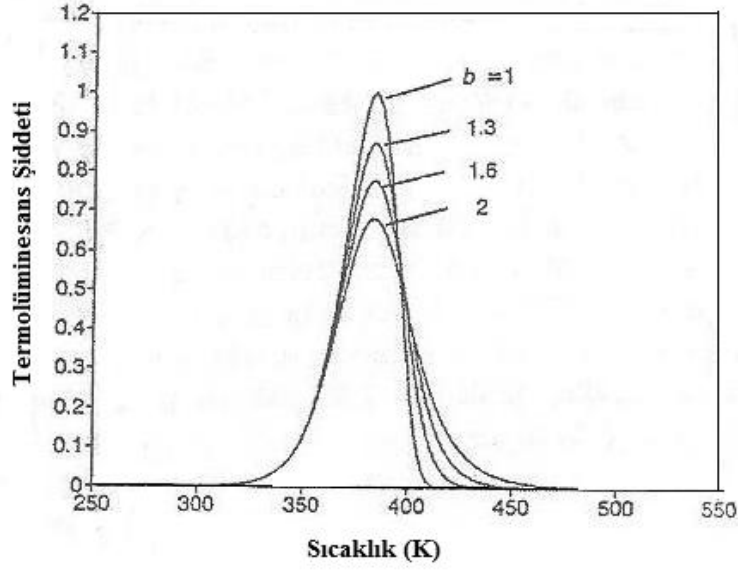
burada $s'' = s' n_o^{(b-1)}$, dir. May ve Partridge'nin önerdikleri bu eşitlik, 1. ve 2. dereceden denklemlerin uygulanamadığı durumlar için türetilmiştir. Bu denklem 1. veya 2. derece olmayan durumları açıklamakta faydalı olmaktadır [43].

$$\frac{\beta E}{kT_M^2} = s \exp\left(-\frac{E}{kT_M}\right) \left[1 + (b-1) \frac{2kT_M}{E}\right] \quad (2.21)$$

şeklinde verilir. Böylece genel dereceden kinetik durumunda $b \neq 1$ olmak kaydıyla frekans faktörü:

$$s = \frac{\beta E}{kT_M^2} \left\{ (b-1) \frac{2kT_M}{E} + 1 \right\}^{-1} \exp\left[-\frac{E}{kT_M}\right] \quad (2.22)$$

şeklinde yazılabilir.



Şekil 2.16. Birinci derece ($b=1$), ikinci derece ($b=2$) ve ara derece ($b=1.3$ ve $b=1.6$) kinetiklerinin karşılaştırılması $E_t = 1 \text{ eV}$, $n_o = N = 1$ konsantrasyon birimi ve $\beta = 1 \text{ K/s}$ kullanılarak TL tepeleri. Birinci derece tepe için şekiller 1 yoğunluk birimine normalize edilmiştir [10].

2.2.3. TL Işıma Eğrisi Analiz Yöntemleri

Termoluminesans ışıma eğrilerinin kinetik parametrelerinin analizinde birçok yöntem kullanılmaktadır. Bu yöntemler; ilk artış yöntemi, ışıma eğrisinin şekline dayanan yöntem (pik şekli), maksimum TL şiddetindeki sıcaklığa bağlı yöntem, izotermal bozunum yöntemi, çeşitli ısıtma hızlarına dayalı olan yöntem ve bilgisayarlı ışıma eğrisi ayrıştırma yöntemi (CCGD) gibi yöntemlerdir. Bu bölümde, sadece bu tez çalışmasında kullanılan analiz yöntemleriyle ilgili ayrıntılı teorik bilgiler verilmiştir.

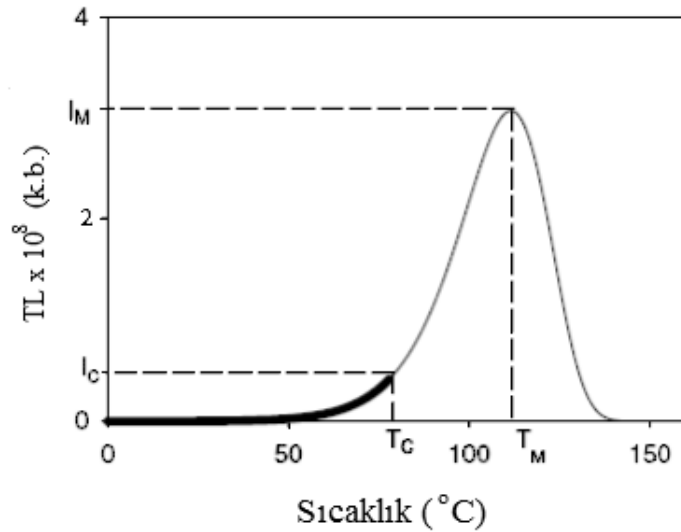
2.2.3.1. İlk Artış Yöntemi

İlk artış yöntemiyle analiz, ilk defa Garlick ve Gibson tarafından önerilmiştir [35]. TL ışıma eğrisinin düşük sıcaklık kısmında, $n(T)$ 'nin sıcaklığa (T) bağımlılığının ihmal edilebilmesi için, TL ışıma eğrisinin bu sıcaklık aralığında tuzaklanmış elektronların miktarının yaklaşık olarak sabit olduğu kabul edilebilir. Aslında, sıcaklık artarken Denklem (2.9.)'daki ilk üstel ifade artarken, buna karşın ikinci terimin değeri sabit kalır. Bu ifade, T_c kesme sıcaklığına kadar geçerlidir. T_c kesme sıcaklığı ise maksimum TL

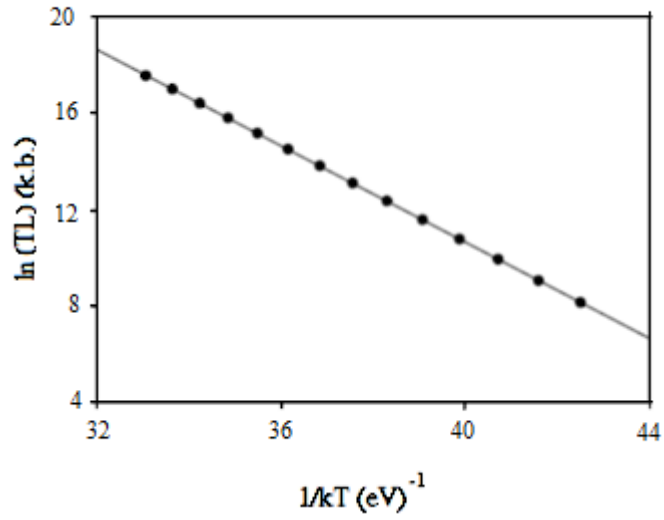
şiddeti I_M ' nin yaklaşık olarak %15' inden daha küçük olan TL şiddeti I_c ' ye karşılık gelir. Sıcaklıkta daha fazla artış ($T > T_c$) denklem (2.9.)'daki ikinci terimi azaltır; denklem (2.9.)'daki iki terim arasındaki ilişki TL ışımaya eğrisinin pik şeklini meydana getirir. $n(T)$ 'nin sabit olduğu varsayımını kullanarak termolüminesans yayımı şu şekilde yazılabilir.

$$I(T) \propto \exp\left(-\frac{E}{kT}\right) \quad (2.23)$$

Şekil 2.17, bir TL ışımaya eğrisinin ilk artış kısmını göstermektedir. İlk artış yöntemi uygulanırken, $\ln(I)$ 'ya karşı $1/kT$ ' nin grafiği çizilir ve lineer bir doğru elde edilir (Şekil 2.18.). Elde edilen bu doğrunun eğiminden frekans faktörü s hakkında herhangi bir şey bilmeden aktivasyon enerjisi (E) değerlendirilir. Bir ilk artış çizim örneği Şekil 2.17'de verilmiştir [44].



Şekil 2.17. Termolüminesans ışımaya eğrisinin ilk artış kısmı [44].



Şekil 2.18. Şekil 2.17’ de verilen ışımaya eğrisinin ilk artış kısmına bu tekniğin uygulanması [44].

2.2.3.2. Işıma Eğrisinin Şekline Dayanan Analiz Yöntemi (Pik Şekli Yöntemi)

E , s ve b kinetik parametrelerini elde etmek için pikin geometrik özellikleri veya şekli dikkate alınarak TL ışımaya eğrisinin analizi yapılır. İkinci derece kinetikleri için TL ışımaya pikleri hemen hemen simetrik bir şekilde olmasına karşın, birinci derece pikler asimetriktir. TL ışımaya eğrisinin geometrik şekline bağlı parametreler, Şekil 2.19’ da gösterildiği gibi tanımlanmaktadır:

T_M = Maksimumdaki tepe sıcaklığı

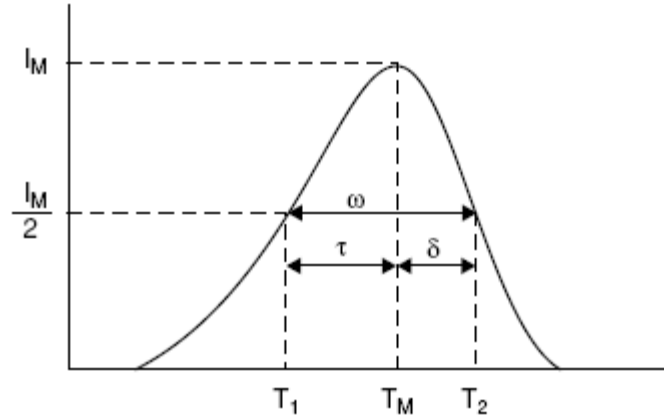
T_1 ve T_2 sırasıyla T_M ’ nin yarı şiddetinde her iki yanındaki sıcaklık değerleri

$\tau = T_M - T_1$ pikin düşük sıcaklık tarafındaki yarı genişlik değeri

$\delta = T_2 - T_M$ pikin yüksek sıcaklık kısmındaki yarı genişlik değeri

$\omega = T_2 - T_1$ ışımaya pikinin toplam yarı genişlik değeri

$\mu = \delta/\omega$ geometrik şekil veya simetri faktörü olarak adlandırılır [44].



Şekil 2.19. Geometrik şekil değerleri τ , ω , δ [44].

Grossweiner, E tuzak derinliğini hesaplamak için ışıma eğrisinin şeklini kullanan ilk kişidir [45]. Grossweiner yöntemi, T_M maksimum şiddet sıcaklığına ve T_1 yarı şiddetteki düşük sıcaklığa dayanır. Birinci derece kinetikleri varsayarak (2.24) denklemini elde etmiştir.

$$E = 1.51k \frac{T_M T_1}{T_M - T_1} \quad (2.24)$$

Grossweiner 'ın elde ettiği 1.51 faktörü Chen tarafından deneysel olarak düzeltilmiş ve 1.41 olarak belirlenmiştir [46]. Bu aktivasyon enerjisinin daha doğru hesaplanmasını sağlamıştır.

Lushchik, ışıma eğrisinin şekline dayanan hem birinci hem de ikinci dereceden kinetiğe göre aktivasyon enerjisinin (E) hesaplanması için yöntem geliştirmiştir [47]. Yukarıda tanımlanan δ parametresi, bir ışıma eğrisi yaklaşık üçgen olarak hesaplanabilir.

Birinci dereceden kinetikler için E ifadesi,

$$E = \frac{kT_M^2}{\delta} \quad (2.25)$$

İkinci dereceden kinetikler için Lushchik formülü [45] ise

$$E = \frac{2kT_M^2}{\delta} \quad (2.26)$$

şeklindedir. Chen, E değerini en doğru şekilde elde etmek için denklem (2.25)' yi 0.978 ile ve denklem (2.26) ise 0.853 ile çarparak önceki iki denklemi düzenlemiştir [46].

2.2.3.3. Maksimum TL Şiddetindeki Sıcaklığa Dayanan Yöntem

Randall ve Wilkins, birinci derece denklemi çözmemişler, ama tuzaktan kaçan elektron olasılığının bire eşit olduğu TL ışıma eğrisinden biraz düşük bir sıcaklığa karşılık gelen maksimum sıcaklığını ele almışlardır. Bu araştırmacılar $s = 2.9 \times 10^9 \text{ s}^{-1}$ değerini kullanarak E için çok basit bir ifade bulmuşlardır [36]:

$$E = 25kT_M \quad (2.27)$$

Urbach $s = 10^9 \text{ s}^{-1}$ değerini kullanarak benzer bir bağıntı vermiştir [48].

$$E = T_M/500 = 23kT_M \quad (2.28)$$

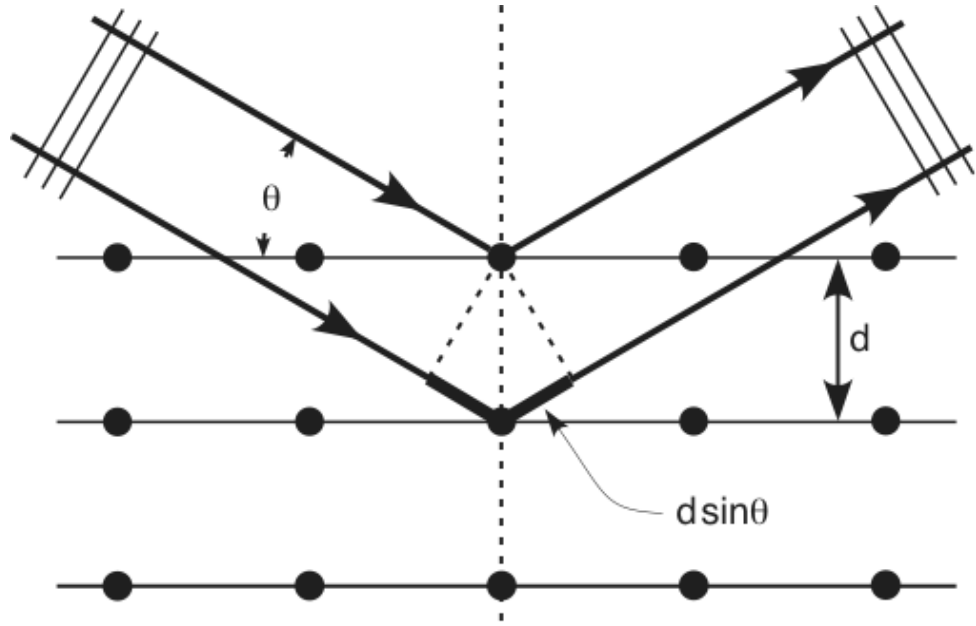
(2.27) ve (2.28) denklemleri sayısal faktörler s değerine bağlıdır ve bu yüzden E değerleri yaklaşık olarak belirtilmiştir. Bu denklemler sadece E değerlerinin ilk yaklaşımı olarak kullanılabilirler [44].

2.3. X-Işını Kırınım Yöntemi (XRD)

Şekil 2.20'de görüldüğü gibi kristaldeki iki ardışık düzlemden aynı fazlı X-ışını saçılmalarında yol farkı, dalga boyunun tam katları ise kırınım maksimum gerçekleşecektir. Bu

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (2.29)$$

ifadesi ile verilebilir. Burada d, düzlemler arasındaki uzaklık ve n ise bir tam sayıdır. (2.29) denklemi Bragg yasası olarak bilinir [49]. Bu denklemde kullanılan x-ışınının dalga boyu λ ve θ açısı bilindiğine göre düzlemler arasındaki uzaklık (d) bulunabilir.



Şekil 2.20. Bir kristal yapıdaki ardışık düzlemlerden x-ışınlarının saçılması.

Düzlemler arasındaki uzaklık d_{hkl} , birim hücrenin cinsine, örgü sabitlerine ve miller indislerine bağlıdır ve (2.30) eşitliği ile verilebilir [50-51].

$$d_{hkl} = \frac{1}{\sqrt{\frac{4(h^2+k^2+hk)}{3a^2} + \frac{l^2}{c^2}}} \quad (2.30)$$

Bu denklemde h, k, l miller indisleri; a ve c örgü sabitleridir. X-ışını kırınım deseninden büyütülen ZnO kristallerin tanecik boyutunu (grain size), Scherrer formülünü kullanarak hesaplamak mümkündür [52-53]. Scherrer formülü,

$$D = \frac{0.9\lambda}{B \cos \theta} \quad (2.31)$$

ile verilir. Burada D ; tanecik boyutunu; λ ; x-ışınının dalga boyunu; θ ; Bragg kırılma açısını ve B kırınım desenindeki FWHM (maksimum yüksekliğin yarı genişliği) değerini radyan olarak verir.

2.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), elektron tabancasından çıkan elektron demetini, hedefteki numunenin yüzeyinde küçük bir noktaya çarptırarak numuneden çıkan elektronik sinyalleri toplayan ve çözümleyen bir cihazdır [54].

Havası boşaltılmış bir tüp içindeki bir elektron tabancasının meydana getirdiği elektronlar, yönlendirilerek tüpün alt kısmına yerleştirilmiş numunenin yüzeyinde küçük bir noktaya çarptırılır. Tarama sargıları, elektron demetinin numune yüzeyinde küçük bir alanı taramasını sağlar. Geri saçılan küçük açılı elektronlar, yüzeydeki girinti-çukurluklarla girişime uğrayarak, elektrik sinyallerini oluşturan ikincil geri saçılma elektronlarını meydana getirirler. Bu elektronlar ışık mikroskoplarının 300 katı derinliğe sahip (100000 kat büyütmede yaklaşık 10 μm) bir görüntü verirler. Bu tür mikroskopların çoğunda çözümüme 5 nm civarında olup büyütme 5 ila 100000 kat arasında değişebilmektedir [55].

2.5. Geçişli Elektron Mikroskobu (TEM)

Yüksek voltaj altında hızlandırılmış elektronlar bir numune üzerine gönderilirse, elektronlar ile numune atomları arasında çeşitli etkileşimler olur ve numuneden değişik enerjide elektronlar ve x-ışınları çıkar. Bu etkileşimlerden yararlanılarak numunenin incelenmesi elektron mikroskobunun prensibini oluşturur. Eğer hızlandırılmış elektronlar ince numune üzerine gönderilmiş ise, elektronların bir kısmı etkileşmeden, diğer kısmı da Bragg şartları sonucu kırınımına uğrayarak numunenin alt yüzünden dışarı çıkar. Bu tür elektronları kullanarak numunenin içyapısının incelenmesi geçişli elektron mikroskobunda yapılır. Elektron mikroskopları temel olarak ve fonksiyonel olarak, optik mikroskopların aynısıdır. Yani her iki mikroskopta çıplak gözle görülemeyen cisimleri büyütme için kullanılır. İkisi arasındaki fark ise, optik mikroskopta ışık ışını, elektron mikroskobunda elektron kullanılmasıdır [56].

2.6. Önceki Çalışmalar

Çinko oksit (ZnO), önceleri sadece boya maddesi olarak kullanılırdı ve beyaz çinko çin beyazı veya çiçek beyazı olarak adlandırılırdı. Çinko oksit bakırın eritilmesinden ortaya çıkan bir yan ürün olarak bilinmekteydi. Romalılar ise cadmia olarak adlandırmışlar, pirinç elde etmekte ve merhem yapımında kullanmışlardır. Bununla birlikte Roma' daki tüm kimyacılar cadmia'nın altına dönüştürülebileceğini düşünmüşlerdir.

18. yüzyılın ortalarında Alman kimyacı Cramer, cadminanın metal çinkonun yanmasından (ısı ve ışık veren oksitlenme) elde edildiğini keşfetmiştir. 1781 yılında Fransa'da Courtois tarafından beyaz çinko üretilmeye başlanmış, fakat 1840' a kadar sanayide kullanılmamıştır. Ancak bu tarihten itibaren Reclaire tarafından sanayide kullanılmaya başlanılmıştır. Sülfür gazından etkilenmemesi (siyahlaşmaması), toksik madde içermemesi ve iyi saklanabilmesi nedeniyle kurşun oksidin yerini almıştır [57]. 1850'li yıllarda New Jersey' deki S. Wethrill şirketi tarafından geliştirilen yöntem ile fırın içinde yüksek ısıda çinkoyu ısıtarak çinko koru haline getirmişler ve fırın dışına çıkarılan kor halindeki çinkonun havadaki oksijenle temasa geçmesiyle çinko oksit elde etmişlerdir.

Sonraki yıllarda çinko oksit kristalinin yapımı sağlanmış ve bulunan bu kristalin piezoelektrik güç çevirici ince filmlerde, yüzey dalga akustik aletlerinde, gaz sensörlerinde, optoelektronik aletlerde, yarıiletken detektörlerde, LED' lerde, plazma monitörlerin yapımında, sıvı kristal ekranlarda ve lazer teknolojisi gibi çok sayıda uygulama alanı olduğu ortaya konmuştur [58-59, 31].

D.De Muer ve ark. (1968), toz ZnO' in termoluminesans özelliklerini incelemiş ve tavllanmış ZnO tozu için (-161, -144, -129, -117 ve -101 °C) beş tekil ışımaya tepesi elde etmişlerdir. Aktivasyon enerjisi ve buna karşılık gelen tuzakları yakalama kesiti bulunarak, farklı sıcaklıklarda bozunma eğrisinin analizi sonucunda tutarlı değerler elde etmişlerdir. Yaptıkları çalışma sonucunda ZnO' in lüminesansının birinci derece kinetiğe sahip olduğunu bulmuşlardır [12]. D. De Muer (1970) yaptığı diğer bir çalışmada, termoluminesans parametrelerinin hesaplanması için yeni bir yöntem geliştirmiştir. Bu yöntem, Schön denklemlerine bağlı ve izole edilen ışımaya tepe noktalarının tamamının

biçiminin kullanımını sağlar. Bu yöntemle aktivasyon enerjisi ve tuzak yakalama merkezlerini yakalama tesir kesiti lüminesans sürecinin kinetiği birbirinden bağımsız olarak hesaplanabildiği gibi, lüminesans merkezlerinin yakalama tesir kesit alanı da belirlenebilir. Bu yöntemin uygulamasını, ZnO tozunun termolüminesans ışımaya eğrisi üzerinde göstermiştir [60].

M.A.Seitz ve ark. (1971) yaptıkları çalışmada, çok kristalli ZnO' in termolüminesans davranışını sıcaklığın ve oksijen basıncının bir fonksiyonu olarak ele almışlar, sonuç olarak 150 K' de geniş bir pik ve 182 K' de iyi belirlenmiş bir pik olmak üzere iki pik gözlemlemişlerdir [61].

E. Mollwo ve ark (1976), yaptıkları çalışmada, ZnO ve SnO₂' nin tuzaklanmış deşik merkezlerinin ESR ve lüminesansını incelemişlerdir. UV-uyarılmadan sonra, bu merkezlerde tuzak ve deşiklerin polarize lüminesans ve termolüminesansa yol açtığı sonucuna varmışlardır. ESR ile bu merkezlerin yapısı analiz edilerek ZnO'teki benzer merkezler ile karşılaştırılmıştır [62].

S. Bhushan ve ark. (1984), ZnO:Pr ve ZnO:Gd' nun termolüminesansı hakkında araştırma yapılmıştır. ZnO:Pr ve ZnO:Gd UV, β ve γ -ışınları ile ışınlanarak termolüminesans ışımaya eğrileri kaydedilmiştir. TL analizleri, izotermal bozunma, ısıtma hızı ve pik şekli yöntemleri kullanılarak yapılmıştır. TL parametreleri tuzak derinliği, kinetik mertebeler ve frekans faktörü belirlenmiştir [14].

D. Diwan ve ark. (1984) yaptığı bir diğer çalışmada, ZnO:Cu, La UV ve γ -ışını ile ışınlanarak termolüminesans (TL) ışımaya eğrisi kaydedilmiştir. Bazı keskin geçişler ile birlikte 600 K' de belirgin bir tepe görülmüştür. Yüksek sıcaklıkta elde edilmiş bu tepe için ısıtma hızı, ilk artış, izotermal bozunma ve pik şekli yöntemleri kullanılarak bu tepe için aktivasyon enerjisi $E \sim 1.63$ eV ve kinetik mertebenin $l=2$ olduğu bulunmuştur [63].

C.E. Secu ve ark. (2009), ZnO nano-iğne dizileri ve filmlerini sırasıyla potasyum çinkat ve alkollü NaOH çözeltisinde sabit akımda ZnO varanın(foil) anodik aşındırması ile hazırlamışlardır. ZnO nano-iğne diziler için kaydedilen Termolüminesans (TL) ışımaya eğrileri yaklaşık 360°C' de ZnO polikristal tozunda gözlenen duruma benzer geniş bir

pik göstermiştir. ZnO film tipi örnek için yaklaşık 325 °C’ de iç içe geçmiş TL piki gözlenmiştir [64].

A.K. Srivastava ve ark. (2009), termal uyarmalı lüminesans analizi için nano yapılı ZnO’i sol-jel yöntemiyle üretmişlerdir. Bunun sonucunda hegzagonal yapılı c ekseninde boyunca büyüyen ultra-ince tanecikli ZnO elde etmişlerdir. Alınan TEM görüntüleri sonucunda katkılanmamış ZnO’ tanecik boyutu 30-60 nm arasında olduğu tespit edilmiştir. ZnO örnekler TL ölçümleri için 10 kGy x-ışınına maruz bırakılmıştır. ZnO’ in termolüminesansı için yaklaşık 600 nm’ de bir ana pik saptanmıştır [65].

D. Sahu ve ark. (2010), ZnO’ i, sürekli ve atımlı modda ultrasonikasyon uygulama ile sentezlemişlerdir. Bu yöntemde hazırlanan nano partikül tozların boyutlarının sırasıyla 24nm ve 20 nm olduğu görülmüştür. Sentezlenen iki tozun davranışının X-ışını kırınımı, fotolüminesans ve Fourier transform kızılötesi spektrumu kaydedildiğinde farklı olduğu tespit edilmiştir. Sonikasyon işlemi ile sistem içine H iyonu dâhil etmek mümkün olmuştur. Sonikasyon işlemiyle oluşturulan yüzey durumlarının sistemin hem fotolüminesansını hem de termolüminesansını etkilediği bulunmuştur [66].

M. Mazhdi ve ark. (2011) tarafından yapılan çalışmada ZnO ve ZnO:Mn nanokristaller ters misel yöntemiyle sentezlenmiştir. Yüzey morfolojisi elektron mikroskopu (SEM) ile incelenmiştir. ⁶⁰Co gama ışını kaynağı ile örneklerin termolüminesans özellikleri incelenmiştir. Yapılan çalışma sonucunda ZnO nanokristallere manganez katkılanmanın termolüminesans özelliği geliştirdiği ve gama ışınına hassasiyetini arttırdığı gözlemlenmiştir [67].

A. Jagannatha Reddy ve ark. (2011) yaptığı çalışmada nanoboyutlu ZnO tozları, düşük sıcaklıkta (300 °C) çözelti yakma yöntemi kullanılarak sentezlemiştir. Gama ışını ile ışınlanmış ZnO nano partiküller için termolüminesans (TL) ışımaya eğrisi ~ 343 °C’ de geniş bir ışımaya piki belirlenmiştir. Bu ışımaya pik şiddetlerinin ışımaya eğrisinin şeklini değiştirmeden gama doz artışı ile arttığı gözlenmiştir. Farklı dozlarda (10-50 Gy) gama ile ışınlanmış ZnO’ in tuzak parametreleri, pik şekli yöntemi kullanılarak hesaplanmıştır. Yanma senteziyle hazırlanmış ZnO nanotozların, TL dozimetresi için kullanılabilir olduğu bulunmuştur [68].

C. Cruz-Vázquez ve ark. (2005), yeni bir mikrokristal olan termolüminesans ZnO-CdSO₄ fosforlar ısı tavlama sonucunda sentezlenmiş ve pellet olarak hazırlanmıştır. Peletler 25-300 Gy aralığında beta radyasyonuna maruz bırakılmış ve radyasyon dozu arttıkça termolüminesans yanıtın doğrusal olarak arttığı gözlenmiştir. Işıma eğrisi 112 ve 216 °C'de iki maximum pik sergilemiştir. Bu çalışma sonucunda elde edilen veriler ZnO-CdSO₄ fosforların dedektörler ve beta radyasyonlu dozimetreler için umut verici olduğunu göstermektedir [34, 69].

3. BÖLÜM

YÖNTEMLER

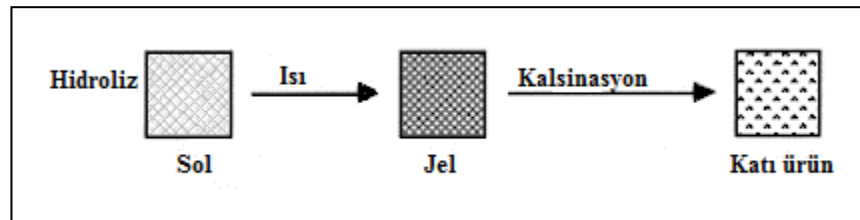
Bu bölümde, sol-jel yöntemi, ZnO nanokristallerin sol-jel yöntemiyle büyütülmesi, ZnO'e Gd katkılanmasının deneysel aşamaları ve örneklerin analizinin yapıldığı ölçüm sistemleri açıklanmaktadır. Ayrıca TL ölçümleri için örneklerin ince tanecik yöntemiyle hazırlanması ve TL ölçümlerinin alındığı Risø TL/OSL (TL/OSL-DA-20) okuyucu hakkında bilgi verilmektedir.

3.1. Örneklerin Hazırlanmasında Kullanılan Deneysel Teknik ve Yöntemler

3.1.1. Sol-jel Yöntemi

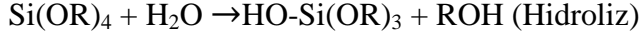
Sol-jel yöntemi, ilk olarak, rastlantı sonucu Ebelmen tarafından 1846 yılında keşfedilmiştir. Dönemin fizikçileri tarafından yeterli ilgiyi görmeyen sol-jel yöntemi 1953 yılından sonra yaygınlaşmıştır [70].

Sol-jel cam, jel ve seramik tozları elde etmede kullanılan bir kimyasal sentezleme yöntemidir. Bu yöntem bir solüsyonda (sol) bulunan metal alkoksitlerin zamanla polimerleşerek jel oluşturması şeklinde özetlenebilir [71].

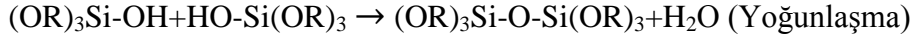


Şekil 3.1. Sol-jel sentez yönteminin aşamaları [72].

Sol-Jel tekniğinde öncelikle uygun alkoksitler kullanılarak koloidal bir süspansiyon oluşturulur. Örnek olarak $\text{Si}(\text{OCH}_2\text{CH}_3)_4$ verilebilir. Elde edilen solüsyonda art arda hidroliz ve yoğunlaşma tepkimeleri gerçekleşerek atom grupları oluşur. Aşağıda örnek bir tepkime verilmiştir.



Burada R bir alkildir.



Reaksiyonun devamında Si-O-Si bağları polimerleşme süreci ile birleşerek daha büyük moleküller oluşturur. Molekül makroskobik boyutlara ulaştığında jel oluşur. Jel kurutularak düşük sıcaklıklarda (<100 °C) hidroliz sonucu oluşan su ortamdan uzaklaştırılır. Son olarak yapı yüksek sıcaklıklarda (>300 °C) fırınlanarak (kalsinasyon) organik ve diğer atıklar buharlaştırılır. Bu son işlemden sonra arzu edilen malzeme elde edilir [71].

3.1.2. X-Işını Kırınımı Ölçümleri

X-ışını kırınımı deneyleri, Orta Doğu Teknik Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümünde yapılmıştır. ZnO kristallerin x-ışını kırınımı deneyi, Rigaku Miniflex difraktometresi 'nde alınmıştır. $\lambda=0.154049$ nm dalga boylu CuK_α (35 kV, 30 mA) ışığı kullanılarak tarama hızı 0.05°/s olarak seçilmiştir. Elde edilen x-ışını kırınımı spektrumu, FullProf.2k (Version 4.80) programı ile analiz edilmiştir.

3.1.3. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Ölçümü

SEM görüntüleri, Orta Doğu Teknik Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Bölümünde alınmıştır. Bunun için JEOLJSM-6400 Elektron Mikroskop kullanılmıştır. Örneklerin alınan SEM görüntüleri Bölüm 4'de detaylı olarak verilmiştir.

3.1.4. Geçişli Elektron Mikroskobu (TEM) Ölçümü

TEM görüntüleri, Kırıkkale Üniversitesi, Bilimsel ve Teknikler Araştırma Merkezi (KUBTAL) bünyesinde bulunan Elektron Mikroskobu Laboratuvarında JEM3010 300 kV' luk Geçişli Elektron Mikroskobu(TEM) ile alınmıştır. Alınan TEM görüntüsü ve detaylı bilgiler Bölüm 4'de verilmiştir.

3.2. Lüminesans Ölçüm Sistemi

Risø TL/OSL otomatik ölçüm sistemi ile hem TL hem de OSL ölçümleri yapılabilmektedir (Şekil 3.2). Sistem, aynı anda oda sıcaklığından 700 °C'ye kadar ya da herhangi bir sıcaklığa kadar 48 örneğin ısıtılmasını sağlayabilir. Işınlama beta kaynağı, alfa kaynağı veya bir X-ışını jeneratörü kullanılarak elde edilir. Kullanılan sistemde $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ beta ışınlama kaynağı bulunmaktadır. Işık algılama sistemi, fotoçoğaltıcı tüp (PMT) ve uygun ışık algılama filtresinden oluşmaktadır. Örnek odası vakum oluşacak veya bir azot akışı sağlanacak biçimde programlanmıştır.



Şekil 3.2. Risø TL/OSL okuyucu(TL/OSL-DA-20).

3.2.1. Işık Algılama Sistemi

TL/OSL okuyucu içindeki standart PMT 'lerde bialkali EMI 9235QB tüp kullanılır ve maksimum algılama verimi 300 nm ile 400 nm arasındadır. Örnek ile PMT-katot arasındaki mesafe 55 mm'dir ve algılama katı açısı yaklaşık 0.4 steradyandır. Saçılan ışığın PMT'e ulaşmasını engellemek için filtreler kullanılmaktadır. Standart Risø okuyucuda değiştirilebilir özellikte: Hoya U-340, Schott BG39 ve Corning 7-59 filtre paketleri bulunmaktadır.

3.2.2. Termal Uyarım Sistemi

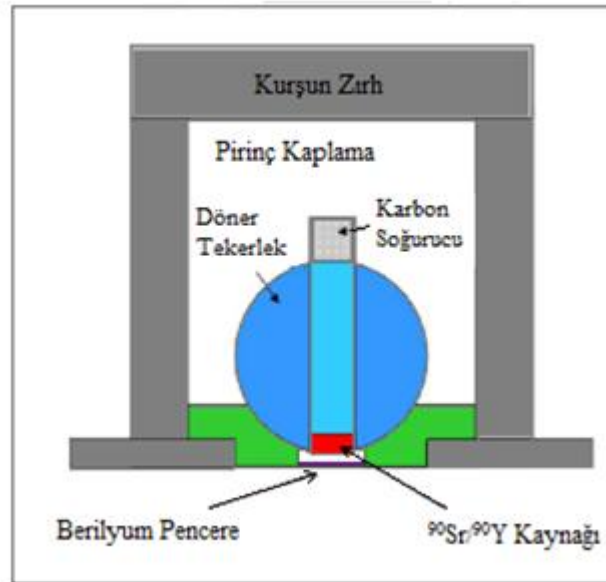
Termal uyarım direkt olarak PMT altında yer alan ısıtma elemanı ile elde edilir. Isıtma elemanının iki işlevi vardır; birincisi örneği ısıtmak, ikincisi ise örneği ölçüm konumuna kaldırmaktır. Isıtma, ısıtma elemanı içerisinde kontrollü alternatif bir akım besleyerek gerçekleştirilir. Sıcaklığın geri besleme kontrolü için ısıtma şeridinin (Kanthal) altına monte edilmiş düşük kütleli krom-nikel alaşımli termokapl kullanır. Isıtma, 20 kHz'de geçiş olmayan sürekli tam sinüs dalgası üretici ile kontrol edilir. Isıtma sistemi örneği 0.1'den 10 K/s'ye kadar ayarlanabilen sabit ısıtma hızlarında 700 °C' ye kadar ısıtır. Isıtıcı şerit, azot gazı kullanılarak soğutulur ve aynı zamanda azot akışı ısıtıcıyı yüksek sıcaklıklarda oksitlenmeden de korumaktadır.

3.2.3. Beta Kaynağı

Çıkarılabilir $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ beta ışınlayıcı, örnek karuselinin üzerine yerleştirilmiştir (Şekil 3.3). Işınlayıcı, pirinçten yapılmıştır ve dış çapı 10 cm' dir. Kaynak maksimum enerjisi 2.27 MeV olan beta parçacıkları (aktivitesi 1.48 GBq' dir (40 mCi)) yayan $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ beta kaynağını bulundurmaktadır. Kaynak, dönen bir paslanmaz çelik tekerlek içerisinde monte edilmiştir ve bu tekerlek basınçlı havayla kontrol edilmektedir. Kaynakla örnek arasındaki mesafe 5 mm' dir. Ölçüm çemberi için bir vakum, ara yüzey olarak hareket eden 0.125 mm' lik bir Berilyum (Be) pencere ışınlayıcı ve ölçüm çemberi arasında yer almaktadır [73].

TL aleti içinde kurulu bulunan 40 mCi $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ beta kaynağının kalibrasyonu, Ankara Üniversitesi Nükleer Bilimler Enstitüsü'nde kurulu bulunan ve İkincil Standart

Dozimetri (SSDL) Laboratuvarları Standartlarında kurulmuş olan (50 mCi) ^{137}Cs foton kaynağı kullanılarak yapılmıştır. Kalibrasyon için özel hazırlanmış değişik boylarda kuvars tanecikleri kullanılmış (bu amaç için her bir ışınma 700 mg örnek gerektirmektedir) ve elektronik denge sağlanacak şekilde 1.5 mm çeper kalınlığı olan kaplar içinde ışınlanarak yapılmıştır. Bu nedenle doz hızları kuvars eşdeğeri olarak verilmiştir. Beta kaynağının doz hızı değerleri ince tanecik kuvars eşdeğeri olarak verilmiştir. Ayrıca Ankara Üniversitesi'nin ^{137}Cs kaynağı Ankara'nın hazırlamış olduğu kuvars örnekleri ile 2010 yılında Alman Çevre ve Sağlık Araştırma Merkezi'nin SSDL laboratuvarında yapılan ışınlamalar ile karşılaştırılarak kalibre edilmiştir.



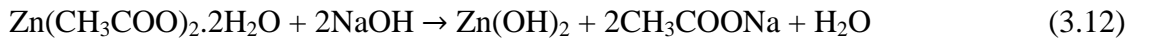
Şekil 3.3. $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ beta ışınlayıcının şematik gösterimi [73].

3.3. Örnek Hazırlama ve Deneysel Aşamalar

3.3.1. Katkısız ZnO Nanokristallerinin Sentezlenmesi

Deneysel işlemler boyunca kullanılan tüm malzemelerin temizliği ultra saf su, aseton ve etanol ile yapılmıştır. ZnO nanokristallerini büyütme işlemi sol-jel yöntemi ile yapılmıştır. ZnO nanokristalleri elde etmek için molekül kütlesi 219,528 g/mol olan $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (çinko asetatdihidrat) tuzu ve molekül kütlesi 40 g/mol olan

NaOH (sodyum hidroksit) kullanılmıştır. 0,1 M $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve 1 M NaOH çözeltileri ultra saf su kullanılarak hazırlanmıştır. NaOH sulu çözeltisi çinko asetat çözeltisi üzerine dökülerek 60 °C'ye ayarlanmış DAIHAN Scientific Wisd marka ve MSH-20A model manyetik karıştırıcılı ısıtıcıda kuruyuncaya kadar karıştırma işlemi gerçekleştirilmiştir (Şekil 3.4.). Bu süreçte meydana gelen kimyasal tepkimeler aşağıdaki gibidir [74]. Kullanılan kimyasal malzemelerin çözeltilerdeki miktarları Tablo 3.1'de verilmiştir.



Tablo 3.1. ZnO nanokristallerinin büyütülmesinde kullanılan miktarlar

| Bileşik formülü | Molekül ağırlığı | Miktar | |
|----------------------------------------------------------------|------------------|----------|--------|
| | | | |
| $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ | 219.528 g/mol | 4.3906 g | 200 mL |
| NaOH | 40 g/mol | 1.60 g | 40 mL |



Şekil 3.4. a) Çinko asetat çözeltisi, b) sodyum hidroksit çözeltisi

3.3.2. Gd Katkılanmış ZnO Nanokristallerin Sentezlenmesi

ZnO (çinko oksit) nanokristallerine Gd₂O₃ (gadolinium oksit) toz bileşiği katkılama işlemi nitrik asit yöntemi ile yapılmıştır. Zn_{1-x}Gd_xO (x=0.01,0.03 ve 0.05) bileşiği elde etmek için stokiyometrik oranda ZnO ve Gd₂O₃ toz bileşikleri hassas terazide tartılmıştır. Başlangıç karışımlarını elde etmek için kullanılan bileşenlerin molekül ağırlık değerleri ve miktarları Tablo 3.2.'de verilmiştir. Örnekler 1'er gram olacak şekilde hazırlanmıştır. Tartım sonucunda bir behere alınan toz bileşiklere 2M konsantrasyonunda 30 mL HNO₃ (nitrik asit) ilave edilmiştir. Çözelti konsantrasyonu 1M olacak şekilde aynı hacimde ultra saf su (30 mL) ilave edilerek, sıcaklığı 80 °C'ye ayarlanmış manyetik karıştırıcılı ısıtıcıda karıştırılmaya bırakılmıştır. Çözelti jelimsi bir hal alıncaya kadar karıştırma işlemine devam edilmiştir. İşlemler sonucunda elde edilmesi beklenen denklem aşağıdaki gibidir.



%1, %3 ve %5 katkılama oranlarında hazırlanan Gd katkılı ZnO örnekler (Zn_{1-x}Gd_xO; x=0.01,0.03 ve 0.05) hava ortamında, Carbolite marka (Şekil 3.5) sıcaklığı ayarlanabilir tüp fırında 300 °C'de 5 saat süreyle kalsinasyon işleminden geçirilmiştir. Bu işlem sayesinde karışım içindeki yabancı maddelerin sıcaklıkla ayrışması sağlanmıştır.

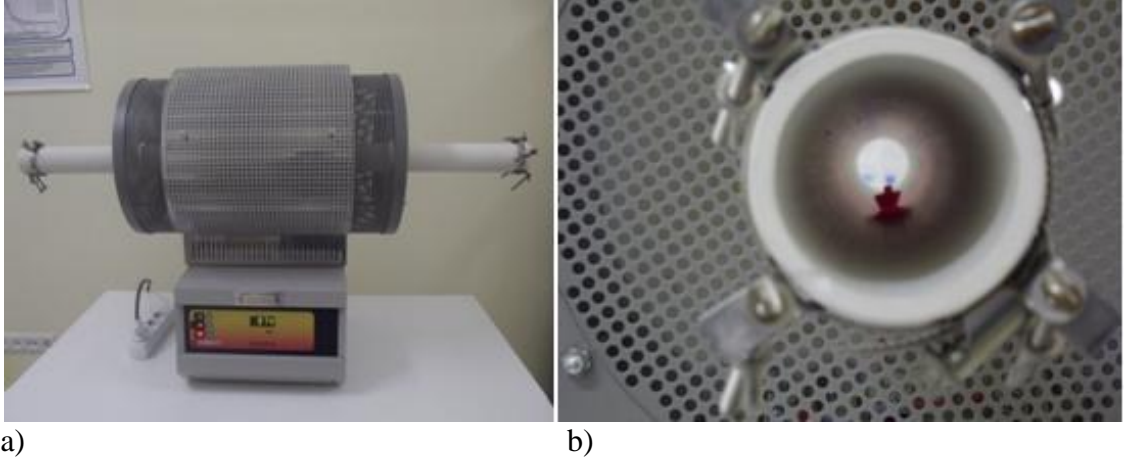
Tablo 3.2. Katkılama işleminde kullanılan bileşikler ve miktarları

| Bileşik formülü | Molekül Ağırlığı(g/mol) | Kullanılan Miktarlar | | |
|--------------------------------|-------------------------|----------------------|---------|---------|
| | | x=0.01 | x=0.03 | x=0.05 |
| ZnO | 81.39 | 0.978 g | 0.936 g | 0.895 g |
| Gd ₂ O ₃ | 362.50 | 0.022 g | 0.064 g | 0.105 g |

Kalsinasyon işleminden sonra elde edilen katı karışım agat havanda homojen ince toz tanecikleri haline gelinceye kadar iyice öğütülmüştür. Bu işlemden sonra elde edilen katı karışım, toz ve pellet olmak üzere iki şekilde sinterleme işlemine maruz bırakılmıştır. Pelletler, Specac marka hidrolik pres ile 2.5 ton basınç altında preslenmiştir. Hazırlanan toz ve pellet Zn_{1-x}Gd_xO örneklere, 600 °C ve 800 °C'deki

fırında 2 saat süreyle sinterleme işlemi yapılmış ve daha sonra fırında soğumaya bırakılmıştır. Pellet ve toz halinde sinterlenen örnekler tekrar agat havanda öğütülerek toz taneciklerinin iyice ayrıştırılması sağlanmıştır.

%1 ve %3 oranında Gd katkılı ZnO bileşikleri, sinterleme sıcaklık ve süreleri değiştirilerek tekrar hazırlanmıştır. Örnekler kalsinasyon sıcaklığı ve süresi (300 °C'de 5saat) değiştirilmeden pres yapılmadan, toz halinde sinterlenmiştir. %1 Gd katkılı ZnO örneği, 600 °C, 800 °C ve 900 °C'de 4 saat sinterlenme işlemine maruz bırakılmıştır. %3 Gd katkılı ZnO örneği ise, 600 °C ve 800 °C'de 4 saat sinterlenme işlemine maruz bırakılmıştır (Şekil 3.5.).



Şekil 3.5. a) Kalsinasyon ve sinterleme işlemlerinin yapıldığı tüp fırın, b) hazırlanan örneğin yüksek sıcaklıkta fırındaki görüntüsü

Başlangıçta hazırlanan örnekler A1-A15 örnek koduyla ve daha sonra hazırlanan örnekler B1-B5 örnek koduyla isimlendirilmiştir. Tüm örnekler ile ilgili bilgiler Tablo 3.3'de verilmiştir.

Tablo 3.3. Hazırlanan örneklerin, kalsinasyon ve sinterleme için sıcaklık ve süreleri

| Örnek Kodu | Katkılanan bileşik | Pellet yapılmadan önceki kalsinasyon sıcaklığı (°C) | Pellet yapılmadan önceki kalsinasyon süresi (saat) | Pellet yapılma basıncı (ton) | Pellet yapıldıktan sonra sinterleme sıcaklığı (°C) | Pellet yapıldıktan sonra sinterleme süresi (saat) |
|------------|-------------------------------------|-----------------------------------------------------|----------------------------------------------------|------------------------------|----------------------------------------------------|---------------------------------------------------|
| A1 | Gd ₂ O ₃ (%1) | 300 | 5 | - | - | - |

| | | | | | | |
|------------|--------------------------------------------------------------------------------|-----|---|-----|-----|---|
| | Zn _{0.99} Gd _{0.01} O | | | | | |
| A2 | Gd ₂ O ₃ (%1) Zn _{0.99} Gd _{0.01} O | 300 | 5 | - | 600 | 2 |
| A3 | Gd ₂ O ₃ (%1) Zn _{0.99} Gd _{0.01} O | 300 | 5 | - | 800 | 2 |
| A4 | Gd ₂ O ₃ (%1) Zn _{0.99} Gd _{0.01} O | 300 | 5 | 2.5 | 600 | 2 |
| A5 | Gd ₂ O ₃ (%1) Zn _{0.99} Gd _{0.01} O | 300 | 5 | 2.5 | 800 | 2 |
| A6 | Gd ₂ O ₃ (%3) Zn _{0.97} Gd _{0.03} O | 300 | 5 | - | - | - |
| A7 | Gd ₂ O ₃ (%3) Zn _{0.97} Gd _{0.03} O | 300 | 5 | - | 600 | 2 |
| A8 | Gd ₂ O ₃ (%3) Zn _{0.97} Gd _{0.03} O | 300 | 5 | - | 800 | 2 |
| A9 | Gd ₂ O ₃ (%3) Zn _{0.97} Gd _{0.03} O | 300 | 5 | 2.5 | 600 | 2 |
| A10 | Gd ₂ O ₃ (%3) Zn _{0.97} Gd _{0.03} O | 300 | 5 | 2.5 | 800 | 2 |
| A11 | Gd ₂ O ₃ (%5) Zn _{0.95} Gd _{0.05} O | 300 | 5 | - | - | - |
| A12 | Gd ₂ O ₃ (%5) Zn _{0.95} Gd _{0.05} O | 300 | 5 | - | 600 | 2 |
| A13 | Gd ₂ O ₃ (%5) Zn _{0.95} Gd _{0.05} O | 300 | 5 | - | 800 | 2 |
| A14 | Gd ₂ O ₃ (%5) Zn _{0.95} Gd _{0.05} O | 300 | 5 | 2.5 | 600 | 2 |
| A15 | Gd ₂ O ₃ (%5) Zn _{0.95} Gd _{0.05} O | 300 | 5 | 2.5 | 800 | 2 |
| B1 | Gd ₂ O ₃ (%1) Zn _{0.99} Gd _{0.01} O | 300 | 5 | - | 600 | 4 |
| B2 | Gd ₂ O ₃ (%1) Zn _{0.99} Gd _{0.01} O | 300 | 5 | - | 800 | 4 |
| B3 | Gd ₂ O ₃ (%1) Zn _{0.99} Gd _{0.01} O | 300 | 5 | | 900 | 4 |
| B4 | Gd ₂ O ₃ (%3) Zn _{0.97} Gd _{0.03} O | 300 | 5 | - | 600 | 4 |
| B5 | Gd ₂ O ₃ (%3) Zn _{0.97} Gd _{0.03} O | 300 | 5 | - | 800 | 4 |

3.3.3. Termoluminesans (TL) Ölçümleri İçin Örneklerin İnce Tanecik Yöntemiyle Hazırlanması

Nanoboyutta büyütülen kristallerin, mikrodozimetride kullanılabilirliğini araştırmak amacıyla örnekler, ince tanecik yöntemiyle 4-10 μm olacak şekilde aşağıda açıklandığı gibi hazırlanmıştır.

Termoluminesans ölçümlerinin yapılabilmesi için örnekler ince tanecik (fine grain) yöntemiyle hazırlanmıştır. Bu yöntemde boyutları yaklaşık 10 μm düzeyinde olan tanecikler kullanılır [75].

TL analizinde $\text{Zn}_{1-x}\text{Gd}_x\text{O}$ ($x=0.01, 0.03$ ve 0.05) nanokristalleri kullanılmıştır. Bu örnekler Nevşehir Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü Yarıiletken Laboratuvarında, nitrik asit yöntemiyle ZnO nanokristaline Gd katkılanarak elde edilmiştir. Hazırlanan örneklere ait deneysel bilgiler Tablo 3.3’de verilmiştir.



Şekil 3.6. Termoluminesans ölçümleri için örneklerin hazırlanması.

İnce tanecik yönteminde, iç çapı 10 mm olan cam tüp içerisine TL analizi yapılacak örnekten yaklaşık 50 mg koyulmuş ve üzerine yaklaşık 6 cm yüksekliğinde (3 ml)

aseton doldurulmuştur. Tüp, ultrasonik banyo içine yerleştirilerek karıştırılmıştır. Ultrasonik banyodan çıkarılan tüp 2 dakika bekletilmiş ve böylece 10 µm'den büyük olan tanecikler çöktürülmüştür. Üstte kalan çözelti başka bir tüpe alınmış ve 20 dakika bekletilmiştir. Beklendikten sonra üstte kalan çözelti atılmış, böylece 4 µm'den küçük taneciklerin paslanmaz çelik diskler üzerinde toplanması önlenmiştir. Tüpün dibinde kalan çökeltiye 2 ml aseton eklenerek ultrasonik banyoda karıştırılmıştır. Hazırlanan çözelti, paslanmaz çelik disk (çap=10 mm, kalınlık=0,5 mm) yerleştirilmiş tüp içine pipet yardımıyla boşaltılmıştır. Hazırlanan örneklerin paslanmaz çelik disklerin üzerinde kurutulması amacıyla etüv içinde 40 °C'de 2 gün bekletilmiştir. Bu yöntemle hazırlanan paslanmaz çelik disk üzerindeki örneklerin tanecik boyutu 4-10 µm arasındadır (Stoke Yasası). (Şekil 3.6). İnce tanecik yöntemiyle örnek hazırlama işlemi, Ankara Üniversitesi Nükleer Bilimler Enstitüsü Katihal ve Retrospektif Dozimetre Laboratuvarında gerçekleştirilmiştir.

3.3.4. Termoluminesans (TL) Işıma Eğrisinin Alınması

Ölçüm için ince tanecik yöntemiyle örneklerin hazırlanması ve TL ölçümleri Ankara Üniversitesi Nükleer Bilimler Enstitüsü Katihal ve Retrospektif Dozimetre Laboratuvarında gerçekleştirilmiştir. İnce tanecik yöntemiyle Al-disklere asetonla yapıştırılmış örnekler karusele yerleştirilmiştir (Şekil 3.7.). Ölçümlerde mavi filtre paketi olarak adlandırılan ve Schott BG-39 ile Corning 7-59 filtrelerinin birlikte kullanılması ile oluşturulan filtre kombinasyonu kullanılmıştır. Ölçümleri yapılan örneklere ait deneysel özellikler Tablo 3.3'de verilmiştir.

Tüm ışınlama işlemleri $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ -β radyasyon kaynağı kullanılarak ve farklı radyasyon dozlarında gerçekleştirilmiştir. Radyasyon kaynağının doz hızı 143 mGy/s'dir. Örneklere farklı radyasyon dozları verilerek, soğurulan radyasyon ile TL şiddeti arasındaki ilişki incelenmiştir. İlk olarak örneklerin, ön ısıtma yapılmadan maksimum 450°C'ye 5°C/s ısıtma hızıyla ısıtılarak doğal doz için TL ışıma eğrileri elde edilmiştir. Tüm örnekler için sırasıyla 143 mGy, 715mGy, 1.43 Gy, 15 Gy, 30 Gy ve 60 Gy beta radyasyon dozlarında 140°C'ye 2°C/s ısıtma hızıyla ön ısıtma işlemi yapılmış ve 450°C'ye 5°C/s ısıtma hızıyla ısıtılarak TL ışıma eğrileri kaydedilmiştir. 143 mGy 1 s

beta dozu, 715 mGy 5 s beta dozu, 1.43 Gy 10 s beta dozu, 15 Gy 105 s beta dozu ve 60 Gy 210 s beta dozu 'na karşılık gelmektedir.



Şekil 3.7. Termoluminesans ölçümlerinin alınması.

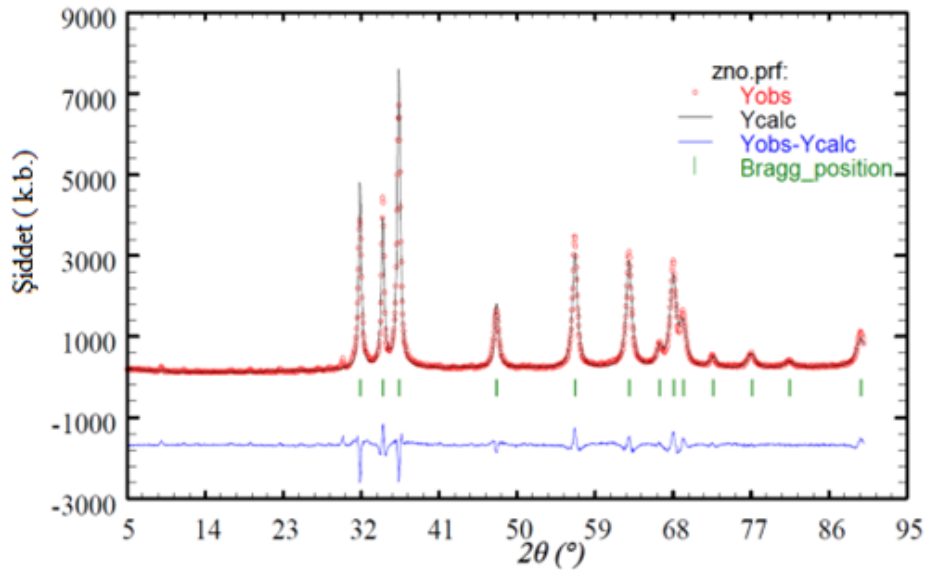
4.BÖLÜM

BULGULAR

4.1. ZnO Nanokristaller İçin Elde Edilen Bulgular

4.1.1. ZnO Nanokristallerinde X-ışını Kırınımı Analizi

ZnO toz nanokristallerin x-ışını kırınımı ölçümü, Rigaku Miniflex difraktometresi'nde $\lambda=0.154049$ nm dalga boylu CuK_α (35 kV, 30 mA) ışığı kullanılarak yapılmış ve tarama hızı $0.05^\circ/\text{s}$ olarak seçilmiştir. Elde edilen x-ışını kırınımı spektrumu, FullProf.2k (Version 4.80) programı kullanılarak analiz edildi. Elde edilen kırınım spektrumlarında farklı şiddet ve genişliklerdeki çeşitli piklere ait 2θ , miller indisleri ve düzlemler arası uzaklıklar olan d-değerleri Tablo 4.1'de gösterildi. Bu sonuçlar literatürdeki sonuçlar ile uyumludur [50,76]. Wurtzite hexagonal yapıya sahip ZnO kristallerin örgü sabitleri $a=3.253 \text{ \AA}$, $c=5.214 \text{ \AA}$ olarak hesaplandı ve Şekil 4.2'de de x-ışını kırınımı deseni kırınım düzlemleri ile birlikte gösterildi [52-53,77-79].

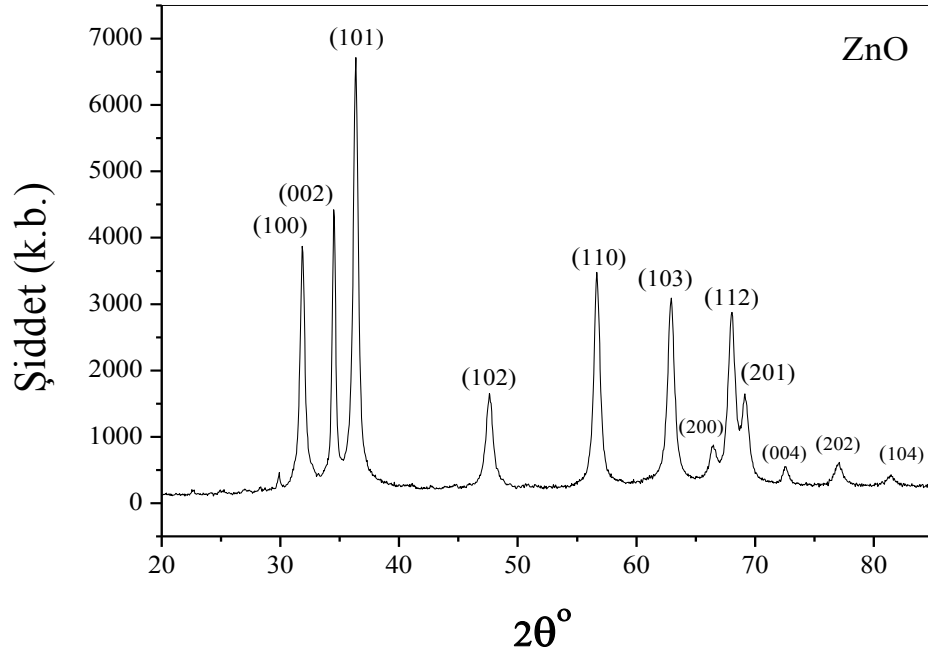


Şekil 4.1. ZnO nanokristallerde x-ışını kırınımı spektrumu.

Scherrer formülü kullanılarak, şiddeti en büyük pikten ZnO kristallerinin tanecik boyutu hesaplandı ve ~15 nm olarak bulundu. Bu değer, literatür ile uyumludur [52-53,80].

Tablo 4.1. ZnO nanokristallerinde x-ışını kırınımı verileri

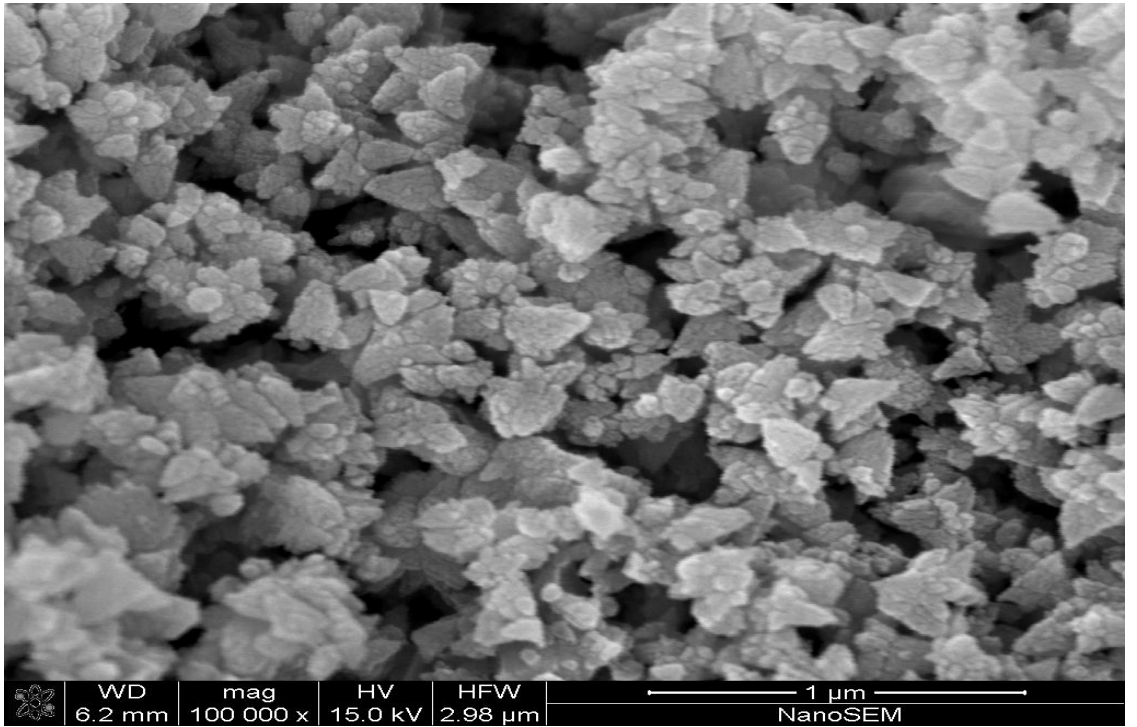
| $2\theta^\circ$ | h | k | l | $d_{hkl} (\text{Å}^\circ)$ | I/I_0 |
|-----------------|----------|----------|----------|----------------------------|---------|
| 31.85 | 1 | 0 | 0 | 2.817 | 57 |
| 34.50 | 0 | 0 | 2 | 2.607 | 65 |
| 36.35 | 1 | 0 | 1 | 2.479 | 100 |
| 47.60 | 1 | 0 | 2 | 1.914 | 23 |
| 56.65 | 1 | 1 | 0 | 1.627 | 51 |
| 62.95 | 1 | 0 | 3 | 1.479 | 45 |
| 66.50 | 2 | 0 | 0 | 1.409 | 12 |
| 68.05 | 1 | 1 | 2 | 1.380 | 42 |
| 69.15 | 2 | 0 | 1 | 1.360 | 23 |
| 72.60 | 0 | 0 | 4 | 1.303 | 7 |
| 77.10 | 2 | 0 | 2 | 1.239 | 8 |
| 81.45 | 1 | 0 | 4 | 1.183 | 5 |



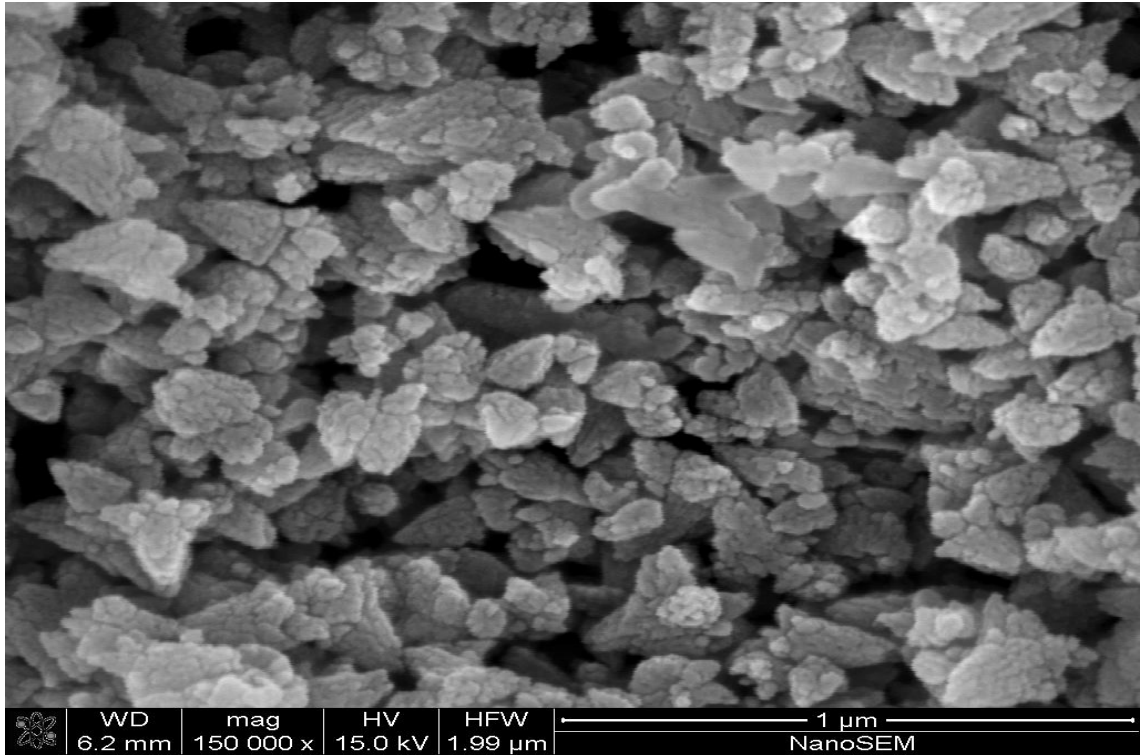
Şekil 4.2. ZnO kristallerinde yansıma düzlemleri ile birlikte x-ışını kırınımı spektrumu.

4.1.2. SEM Görüntüleri

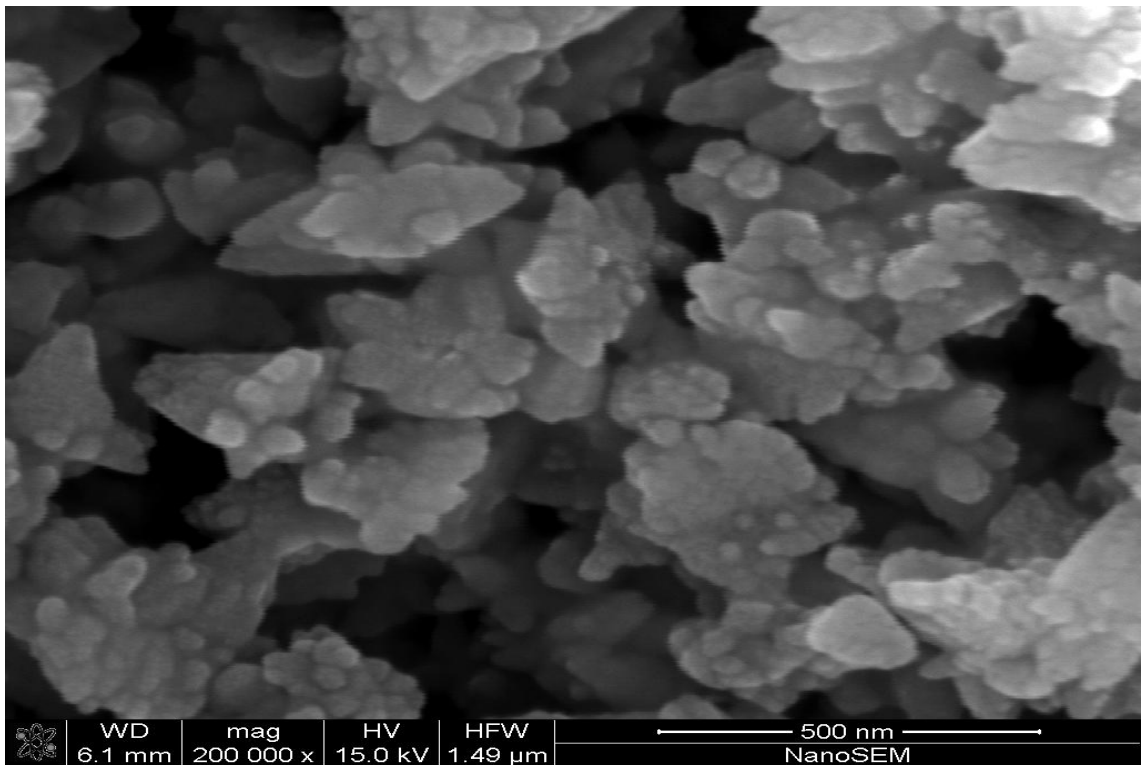
SEM analizleri bize malzemelerde ısıtılma süresince meydana gelen değişiklikleri yani kristal büyümesi, atomik oranlar ve kristal yapısı gibi özellikler hakkında bilgi sağlamaktadır. ZnO örnekler için Orta Doğu Teknik Üniversitesi, Metalürji ve Malzeme Bilimi Mühendisliğinde alınan SEM görüntüleri Şekil 4.3 a, b, c ve d' de verildi. Bu resimlerden ZnO kristallerinin kümeleniği, bu kümelerin yaklaşık boyutunun 80-100 nm, kümeleri oluşturan parçaların ise 25-40 nm aralığında olduđu görülmektedir. Tanecik boyutunun hesaplanan deđerle uyumlu olduđu söylenebilir.



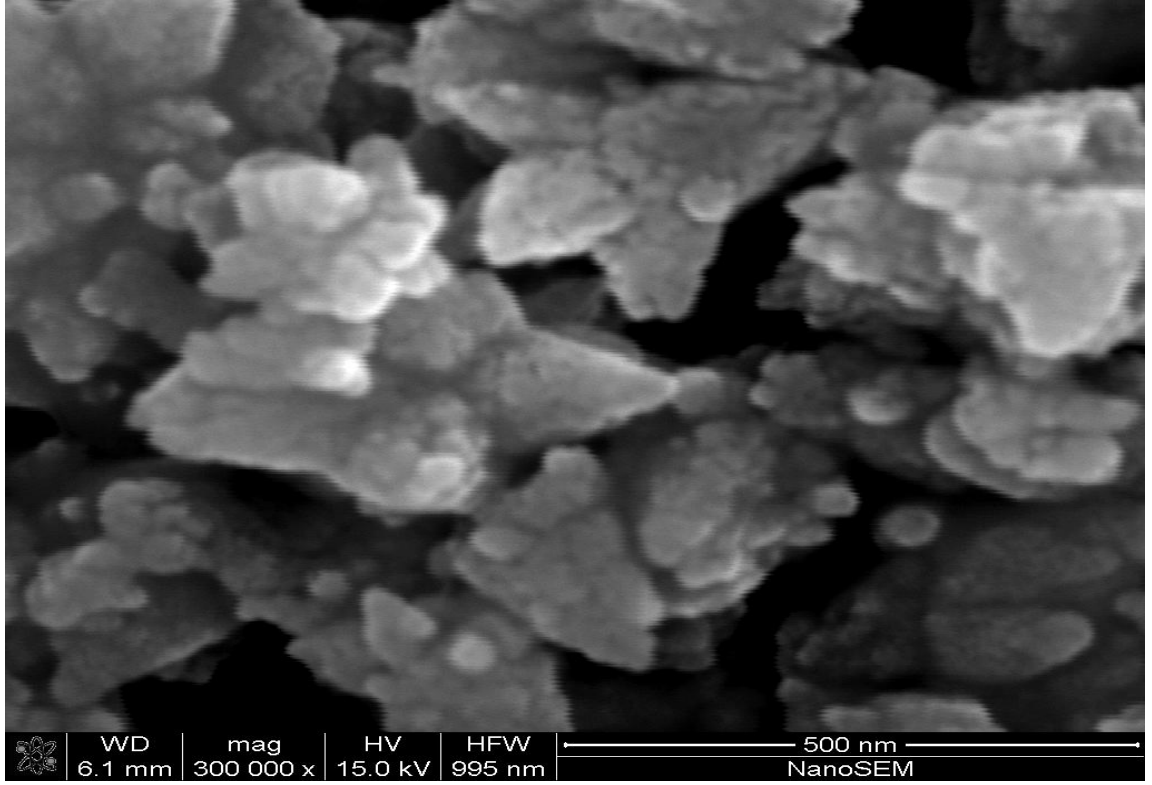
(a)



(b)



(c)

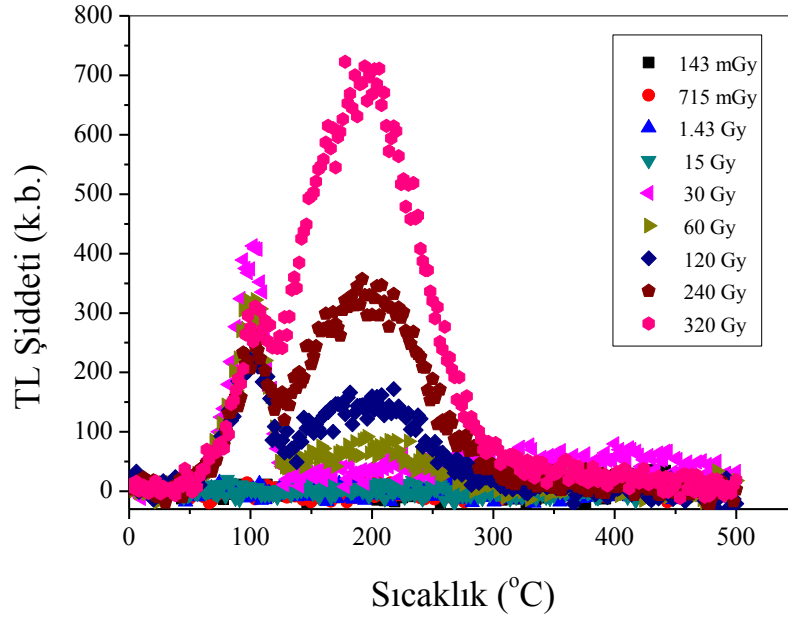


(d)

Şekil 4.3. a, b, c ve d. ZnO nanokristallerinde Taramalı Elektron Mikroskobu ile alınmış (SEM) görüntüleri

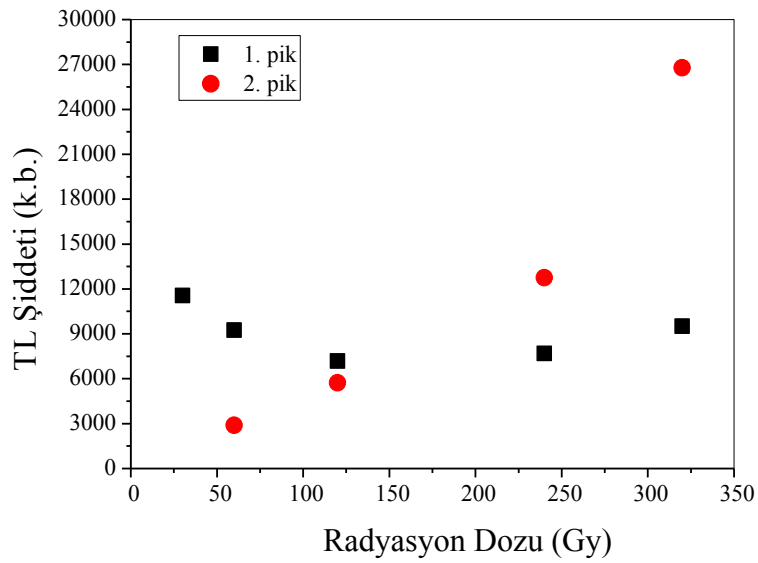
4.1.3. ZnO Nanokristallerin Termoluminesans (TL) Analizi

Şekil 4.4'te, ZnO toz nano kristallerin ^{90}Sr β -ışını kaynağı ile değişik sürelerde ışınlanarak tuzak merkezleri (yapısal kusurlar) doldurulduktan sonra alınan TL ışımaya eğrileri gösterilmiştir. ZnO nanokristaller 413 mGy-320 Gy arasında radyasyon dozuna maruz bırakılmıştır. Şekilden de görüldüğü gibi ışınlama süresi arttıkça TL ışımaya eğrilerinin şiddeti de artmaktadır. TL ışımaya eğrilerinin analizi yapılarak tuzak merkezlerine ait fiziksel kinetik parametreleri (yavaş yeniden tuzaklanma, hızlı yeniden tuzaklanma, aktivasyon enerjisi, frekans faktörü gibi) belirlemek mümkündür [10].



Şekil 4.4. ZnO nanokristallerinde ^{90}Sr β -ışını kaynağı ile farklı dozlarda ışınlama yapıldıktan sonra alınan TL ışıma eğrileri.

Şekil 4.5 'te radyasyon dozuna bağlı olarak TL ışıma eğrisinin değişimi gösterildi. 1. pik için 102 ± 20 °C arasında, 2. pik için 194 ± 20 °C arasında integral alındı.



Şekil 4.5. ZnO nanokristallerinde radyasyon dozuna bağlı TL şiddetinin değişimi.

4.2. Gd Katkılanmış ZnO Nanokristaller İçin Elde Edilen Bulgular

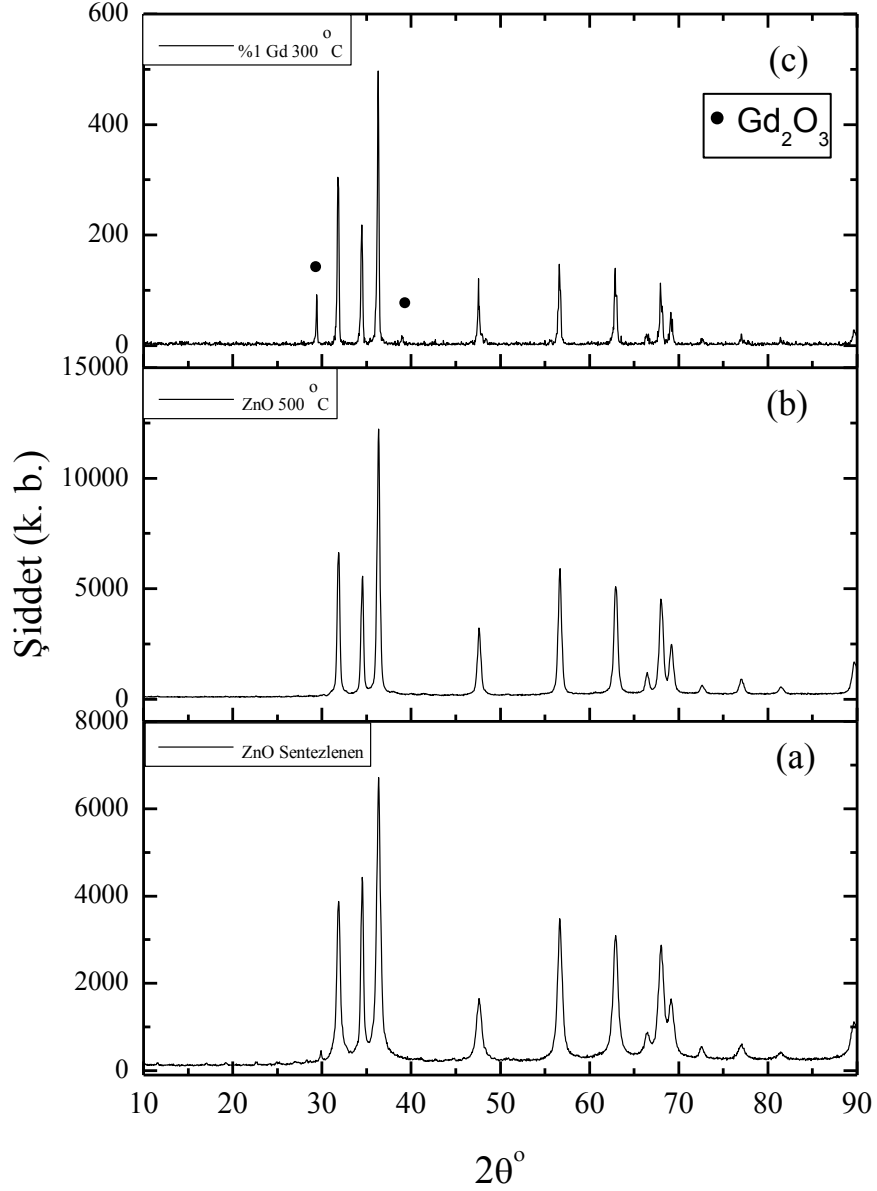
4.2.1. Gd Katkılanmış ZnO Nanokristallerinin X-ışını Kırınımı Analizleri

X-ışını kırınım yöntemi malzemeyi oluşturan kristal fazlarının tanımlanmasında önemli bir yöntemdir. Örneklerin uygulanan işlemlerle tüm kristallenme olayları yani oluşan yapısal değişimler x-ışını kırınımı ile tespit edilebilmektedir. Bu analizler, katkılama işlemi süresince örneklerde değişik kristal fazların ortaya çıkmasındaki ve uygun sıcaklık şartlarını belirlemede de büyük faydalar sağlar. Burada nitrik asit yöntemiyle hazırlanan Gd katkılanmış örnekler için katkılama işleminin gerçekleşip gerçekleşmediğinin anlaşılması amacıyla sentezlenen bazı örneklerin x-ışını kırınım desenleri incelenmiştir.

Sentezlenen katkısız ZnO nanokristallerin tavlama ile kırınım piki şiddetlerinde artış gözlenirken ve maksimum pik yarı genişliklerinin (FWHM) de azaldığı dolayısıyla tanecik boyutunun arttığı görülmüştür (Şekil 4.6-4.8.a,b). Scherr denkleminde tanecik boyutları; sentezlenen ZnO nanokristali için 18.33 nm ve 500 °C'de tavllanmış ZnO nanokristali için 24.66 nm olarak hesaplanmıştır. Ancak Gd katkılanması ve ısıl işlem uygulanmasıyla pik şiddetlerinin ve maksimum pik yarı genişliklerinin (FWHM) azaldığı bulunmuştur. Gd katkılanmış örnekler için Scherr denkleminde hesaplanan tanecik boyutları; %1 Gd katkılanarak 300 °C'de kalsinasyon yapılmış ZnO nanokristali için 54.98nm, ;%3 Gd katkılanarak 600 °C'de sinterlenmiş ZnO nanokristali için 55.02 ve ;%1 Gd katkılanarak 800 °C'de sinterlenmiş ZnO nanokristali için ~55 nm olarak hesaplanmıştır.

Şekil 4.6-4.8'de farklı katkı oranı (yüzde konsantrasyonu) ve farklı sıcaklıklarda Gd katkılanmış ZnO nanokristallerine ait x-ışını grafikleri verilmiştir.

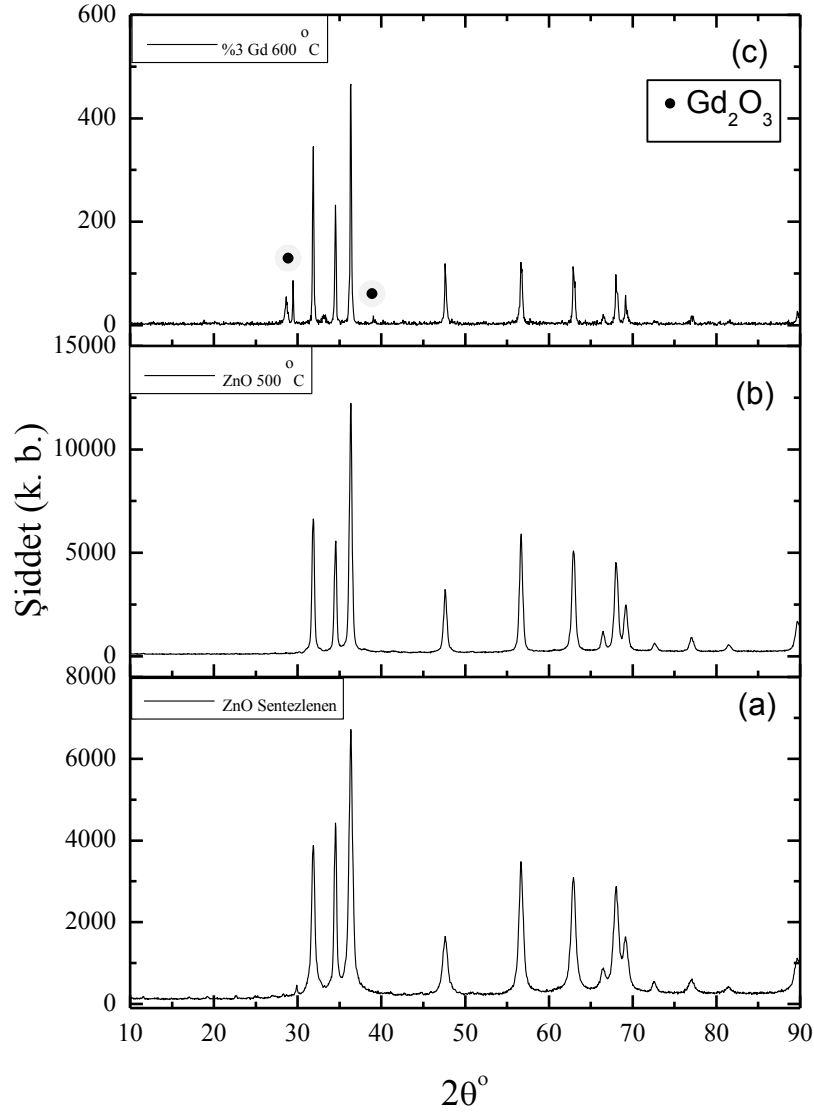
Şekil 4.6 'da, %1 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline sadece 300 °C'de kalsinasyon işlemi yapıldıktan sonra alınan x-ışını grafikleri gösterilmiştir.



Şekil 4.6. ZnO nanokristali (a) Sentezlenen, (b) 500 °C’de tavllanmış, (c) %1 Gd katkılanmış sadece 300 °C’de kalsinasyon işleminden sonra alınan x-ışını grafikleri.

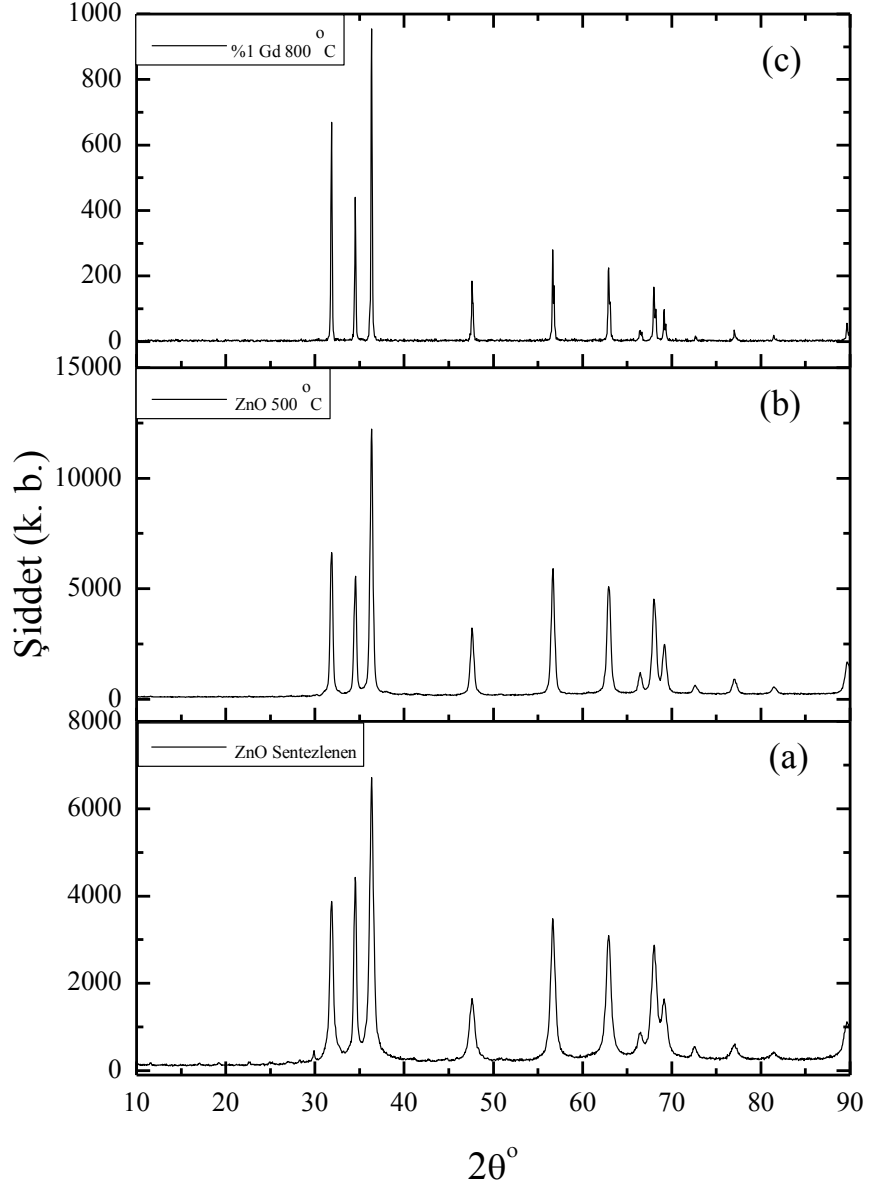
Şekil 4.6 incelendiğinde, Gd_2O_3 ’e ait pikler “●” işareti ile gösterilmiştir. $2\theta=29.4^\circ$ ve $2\theta=38.95^\circ$ ’deki piklere ait miller indisleri (4 0 1) ve (6 0 0)’dır [81-82].

Şekil 4.7’de, %3 Gd katkılanmış ZnO’in 2.5 ton basınç altında pellet yapılarak 600 °C’de sinterleme işleminden sonra alınan x-ışını grafikleri gösterilmiştir.



Şekil 4.7. ZnO nanokristali (a) Sentezlenen, (b) 500 °C’de tavllanmış, (c) %3 Gd katkılanmış ve 2.5 ton basınç altında pellet yapılarak 600 °C’de sinterleme işleminden sonra alınan x-ışını grafikleri.

Şekil 4.6 ve 4.7 ’de ikincil faz olarak ortaya çıkan Gd_2O_3 ’e ait pikler görülmektedir. Bu da örnekte homojen olmayan bir dağılım olduğunu ve ZnO’e Gd katkılama işleminin kısmen gerçekleştiğini yani Gd’un kristal yapının içine kısmen girdiğini göstermektedir.



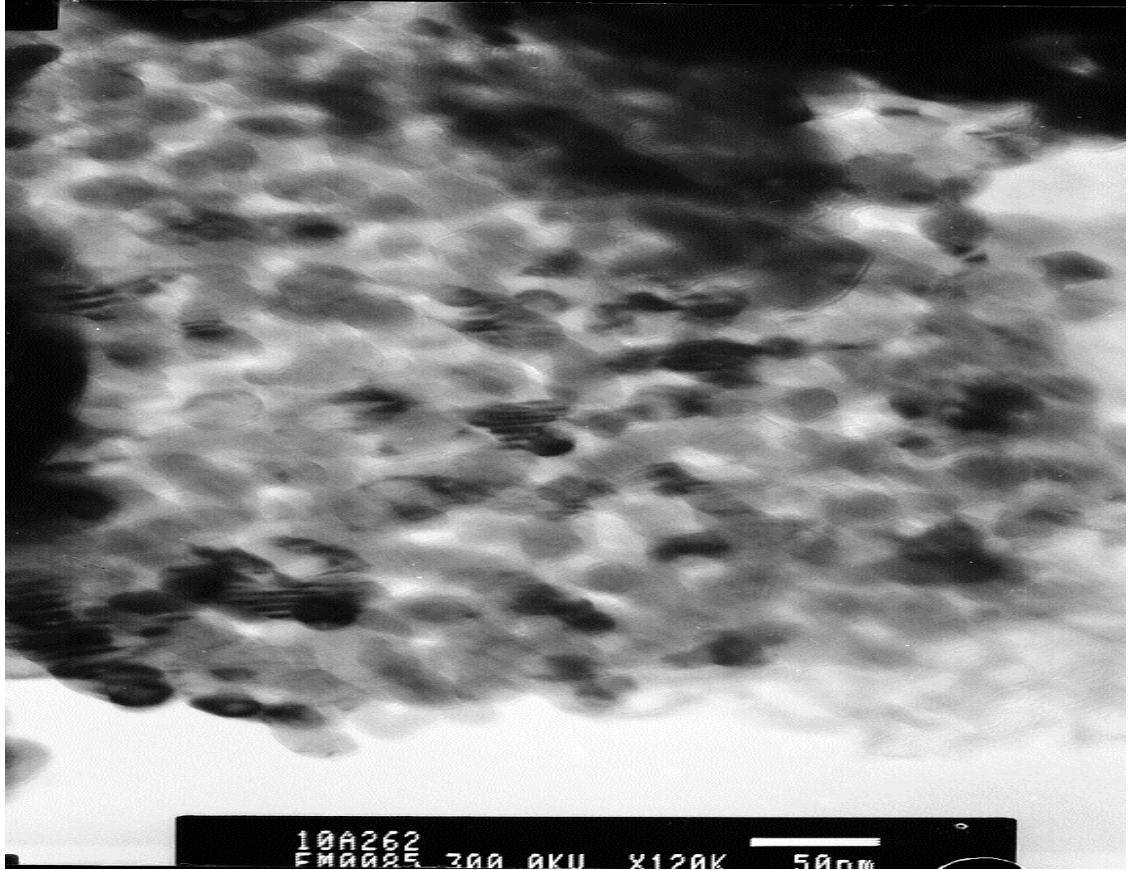
Şekil 4.8. ZnO nanokristali (a) Sentezlenen, (b) 500 °C’de tavllanmış, (c) %1 Gd katkılanmış ve 2.5 ton basınç altında pellet yapılarak 800 °C ’de sinterleme işleminden sonra alınan x-ışını grafikleri.

Şekil 4.8 incelendiğinde, Gd_2O_3 ’e ait herhangi bir pike rastlanmamaktadır. Bu sonuçtan tek fazın oluştuğunu ve Gd’un kristal yapının içine tamamen girdiği söylenebilir.

Şekil 4.6.c ve Şekil 4.8.c. grafiklerinde aynı oranda Gd katkılanmış ZnO nanokristal örneklerin 300 °C'de kalsinasyon ve 800 °C'de sinterleme işlemi uygulandığında 800 °C'de sinterleme yapılan örneğin x-ışını grafiğinde Gd₂O₃'e ait pikler görülmemektedir. Bundan kristalleşmenin arttığı ve Gd'un ZnO nanokristallerin örgü noktalarına yerleştiği sonucuna varılabilir.

4.2.2. Gd Katkılanmış ZnO Nanokristallerin TEM Analizi

%3 Gd katkılanmış ZnO'nin 300 °C'de 5 saat kalsinasyon ve 600 °C'de 2 saat sinterleme işlemi yapıldıktan sonra alınan TEM görüntüsü verilmiştir.



Şekil 4.9. %3 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline 2.5 ton basınç altında pellet yapılarak 600 °C'de 2 saat sinterleme işlemi yapıldıktan sonra alınan TEM görüntüsü.

Şekil 4.9 incelendiğinde nano boyutta büyütülmüş kristaller görülmektedir. Katkılanan bu nano boyuttaki kristallerin tanecik boyutları 17 ile 28 nm arasında değişmektedir.

4.2.3. Termolüminesans Işıma Şiddetinin Sıcaklığa ve Katkılama Oranına Bağlı Olarak İncelenmesi

Termolüminesans ölçümleri yapılan Gd katkılanmış ZnO nanokristalleri için termolüminesans şiddetinin doza bağlı değişim grafikleri bu başlık altında incelenecektir. Termolüminesans pik şiddetinin katkılama oranına, kalsinasyon ve sinterleme sıcaklıklarının değişimine göre elde edilen grafikler değerlendirilecektir. 50 ve 100 Gy olmak üzere iki farklı dozda ışınlama yapılmıştır. Bu radyasyon dozları için örneklerin doz cevabı Tablo 4.2’de verilmiştir.

Tablo 4.2. A1-A15 örnek koduyla adlandırılan örneklere 50 ve 100 Gy radyasyon dozu verildikten sonra maksimum sıcaklıkları ve TL pik şiddetleri. (Örnek kodlarına ait özellikler Tablo 3.3’de verilmiştir.)

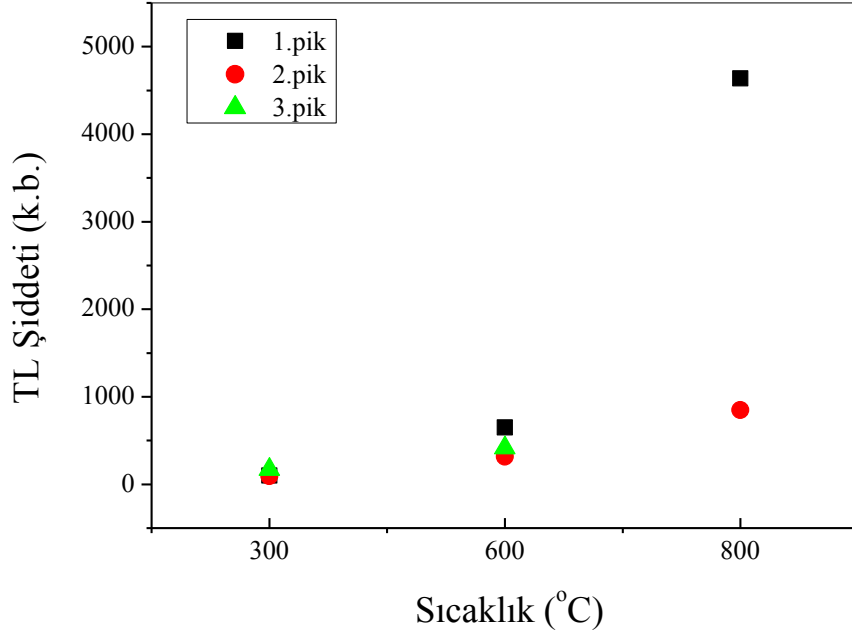
| Örnek Kodu | | T_{max} (°C, ±15°C) | I_{max} (50Gy) | I_{max} (100Gy) | $I_{max}^{100}/I_{max}^{50}$ |
|------------|-------|--------------------------|---------------------|----------------------|------------------------------|
| A1 | 1.pik | 139 | 100 | 69 | 0.7 |
| | 2.pik | 225 | 94 | 62 | 0.7 |
| | 3.pik | 345 | 171 | 99 | 0.6 |
| A2 | 1.pik | 153 | 648 | 274 | 0.4 |
| | 2.pik | 218 | 315 | 172 | 0.5 |
| | 3.pik | 322 | 416 | 239 | 0.6 |
| A3 | 1.pik | 174 | 4638 | 6781 | 1.5 |
| | 2.pik | 332 | 849 | 1291 | 1.5 |
| A4 | 1.pik | 152 | 528 | 1086 | 2.1 |
| | 2.pik | 214 | 392 | 896 | 2.3 |
| | 3.pik | 341 | 565 | 1173 | 2.1 |
| A5 | 1.pik | 166 | 66 | 98 | 1.5 |
| | 2.pik | 328 | 50 | 70 | 1.4 |
| A6 | 1.pik | 149 | 56 | 77 | 1.4 |
| | 2.pik | 236 | 55 | 67 | 1.2 |
| | 3.pik | 362 | 84 | 105 | 1.3 |
| A7 | 1.pik | 181 | 147 | 237* | 1.6 |
| | 2.pik | 262 | 100 | 159* | 1.6 |
| | 3.pik | 340 | 99 | 138* | 1.4 |
| A8 | 1.pik | 190 | 7819* | 12363* | 1.6 |
| | 2.pik | 254 | 6039* | 9925* | 1.6 |
| A9 | 1.pik | 133 | 931 | 1687 | 1.8 |
| | 2.pik | 229 | 695 | 1434 | 2.1 |
| | 3.pik | 336 | 1605 | 3142 | 2.0 |

| | | | | | |
|------------|-------|-----|-------|-------|-----|
| A10 | 1.pik | 130 | 957 | 1375 | 1.4 |
| | 2.pik | 215 | 323 | 570 | 1.8 |
| | 3.pik | 333 | 290 | 512 | 1.8 |
| A11 | 1.pik | 205 | 52 | 76 | 1.5 |
| | 2.pik | 366 | 75 | 116 | 1.5 |
| A12 | 1.pik | 135 | 349 | 623 | 1.8 |
| | 2.pik | 233 | 313 | 488 | 1.6 |
| | 3.pik | 350 | 761 | 1237 | 1.6 |
| A13 | 1.pik | 136 | 8373* | 12262 | 1.5 |
| | 2.pik | 232 | - | 4451 | - |
| | 3.pik | 350 | 1966 | 2855 | 1.5 |
| A14 | 1.pik | 137 | 312 | 552 | 1.8 |
| | 2.pik | 226 | 260 | 443 | 1.7 |
| | 3.pik | 338 | 542 | 996 | 1.8 |
| A15 | 1.pik | 129 | 516 | 928 | 1.8 |
| | 2.pik | 226 | 264 | 451 | 1.7 |
| | 3.pik | 339 | 358 | 577 | 1.6 |

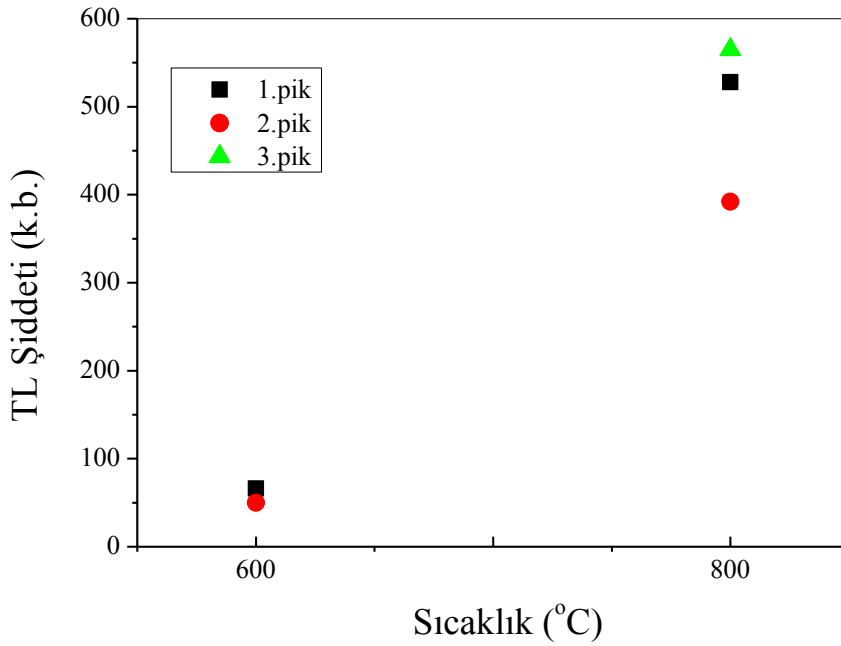
*: İki iç içe geçmiş pikler mevcuttur.

4.2.3.1. Uygulanan Isıl İşlemin TL Pik Şiddetine Etkisi

Isıl işlemin TL pik şiddeti üzerindeki etkisini araştırmak amacıyla, 300 °C’de kalsinasyon, 600 °C ve 800 °C’de sinterleme işlemi yapılan örneklerde pik şiddetlerinin sıcaklığa bağlı değişimi Şekil 4.10- 4.21’deki grafiklerde verilmiştir. Örneklerin 50 Gy ve 100 Gy radyasyon dozlarına bağlı değişimi de değerlendirilmiştir.



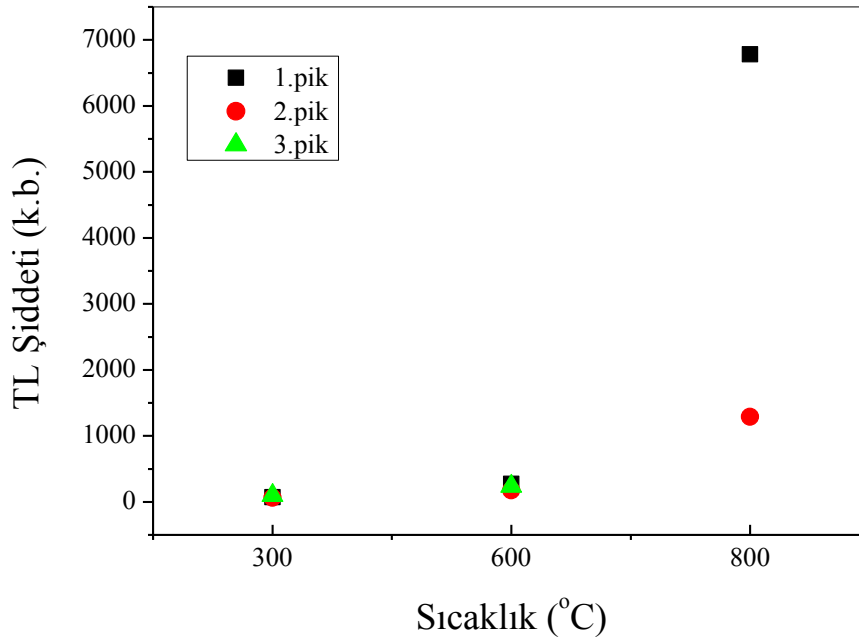
Şekil 4.10. Pellet yapılmadan %1 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline 50 Gy doz verildikten sonra kalsinasyon ve sinterleme sıcaklığına bağlı TL şiddetindeki değişim



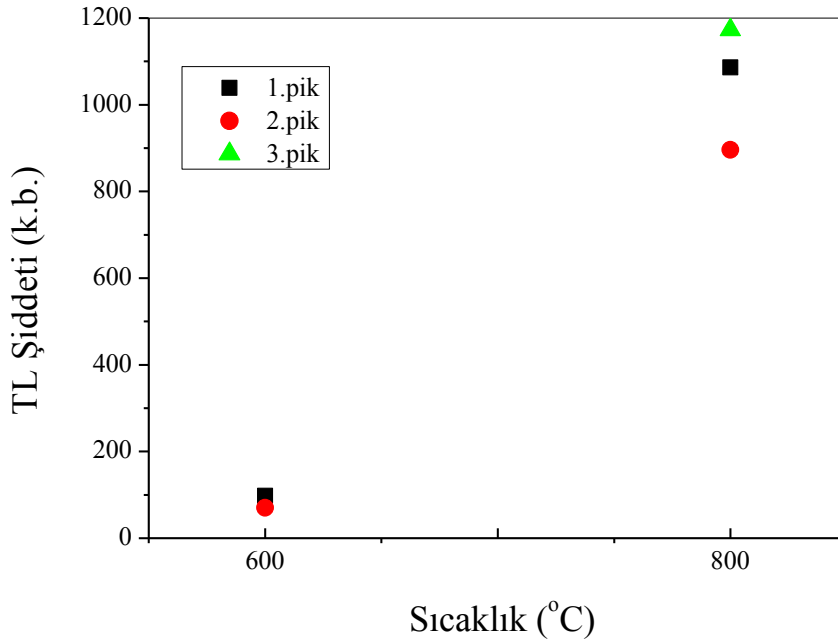
Şekil 4.11. Pellet yapılarak %1 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline 50 Gy doz verildikten sonra sinterleme sıcaklığına bağlı TL şiddetindeki değişim

%1 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline ($Zn_{0.99}Gd_{0.01}O$) 50 Gy radyasyon dozu verilen örneklerde; pellet yapılmadan 600 °C’de sinterleme işlemi yapılan örneklerin, TL pik şiddetlerinin pellet yapılanlara oranla 1. pik değeri 9 kat ve 2. pik değerinin 6 kat daha yüksek olduğu gözlenmiştir. Pellet yapılan örnekte görülmeyen 3. pik değeri pellet yapılmamış örnekte görülmektedir (Şekil 4.10, Şekil 4.11).

%1 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline ($Zn_{0.99}Gd_{0.01}O$) 50 Gy radyasyon dozu verilen örneklerde; pellet yapılmadan 800 °C’ de sinterleme işlemi yapılan örneklerin, TL pik şiddetlerinin pellet yapılanlara oranla 1. pik değeri 9 kat ve 2. pik değerinin 2 kat daha yüksek olduğu gözlenmiştir. 800 °C’ de sinterlenme işlemi yapılarak pellet yapılmamış örnekte 3. pik görülmezken pellet yapılmış örnekte bu pik görülmektedir (Şekil 4.10, Şekil 4.11).



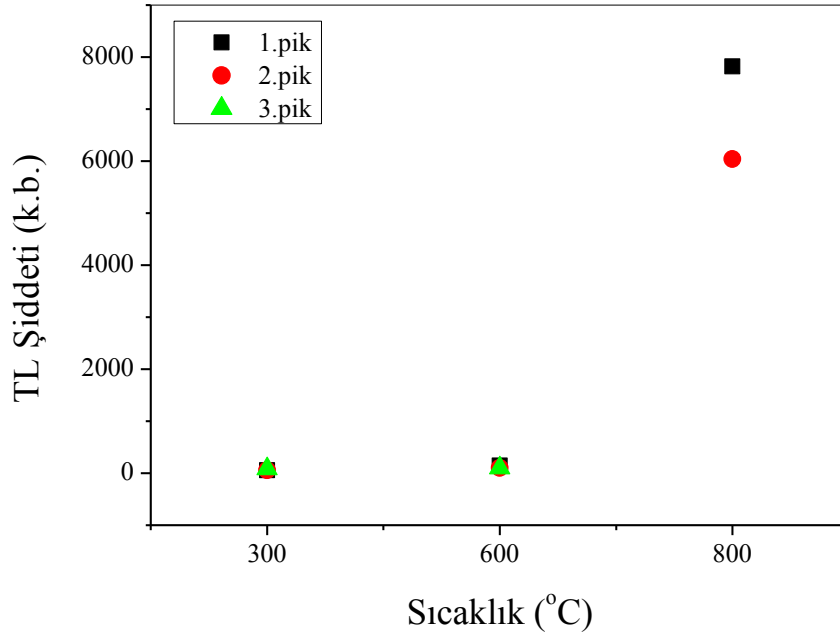
Şekil 4.12. Pellet yapılmadan %1 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline 100 Gy doz verildikten sonra kalsinasyon ve sinterleme sıcaklığına bağlı TL şiddetindeki değişim



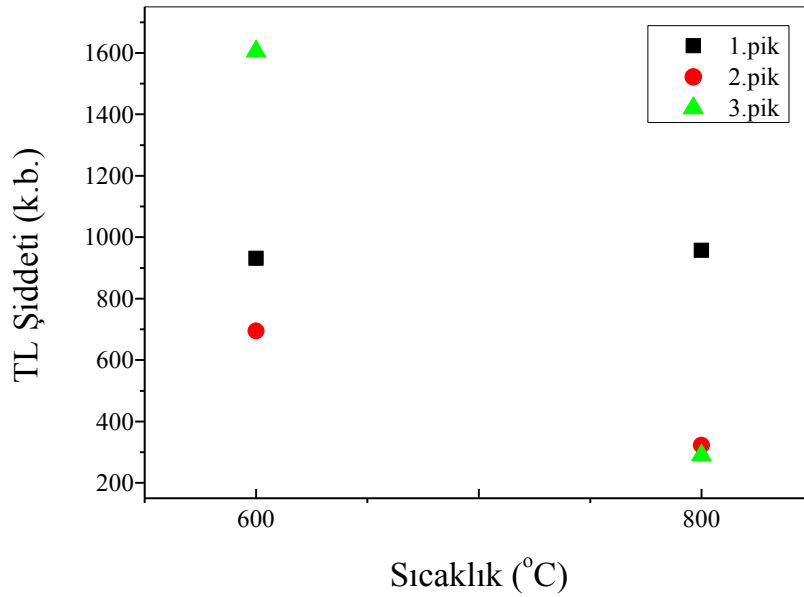
Şekil 4.13. Pellet yapılarak %1 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline 100 Gy doz verildikten sonra sinterleme sıcaklığına bağlı TL şiddetindeki değişim

%1 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline ($Zn_{0.99}Gd_{0.01}O$) 100 Gy radyasyon dozu verilen örneklerde; pellet yapılmadan 600 °C’de sinterleme işlemi yapılan örneklerin, TL pik şiddetlerinin pellet yapılanlara oranla 1. ve 2. pik değerinin yaklaşık 2 kat daha yüksek olduğu gözlenmiştir. Pellet yapılmamış örnekte görülen 3. pik değeri pellet yapılan örnekte görülmemektedir (Şekil 4.12, Şekil 4.13).

%1 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline ($Zn_{0.99}Gd_{0.01}O$) 100 Gy radyasyon dozu verilen örneklerde; pellet yapılmadan 800 °C’de sinterleme işlemi yapılan örneklerin, TL pik şiddetlerinin pellet yapılanlara oranla 1. pik değeri ~6 kat daha yüksek olmasına rağmen, 2. pik değerinde belirgin bir fark gözlenmemiştir. Pellet yapılmamış örnekte 3. pik görülmezken pellet yapılmış örnekte bu pik görülmektedir (Şekil 4.12, Şekil 4.13).



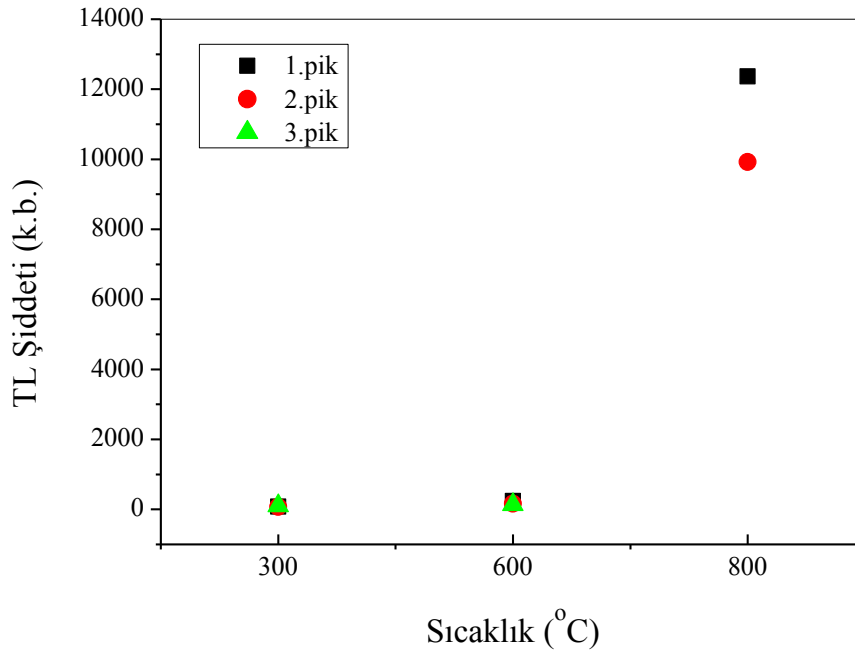
Şekil 4.14. Pellet yapılmadan %3 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline 50 Gy doz verildikten sonra kalsinasyon ve sinterleme sıcaklığına bağlı TL şiddetindeki değişim



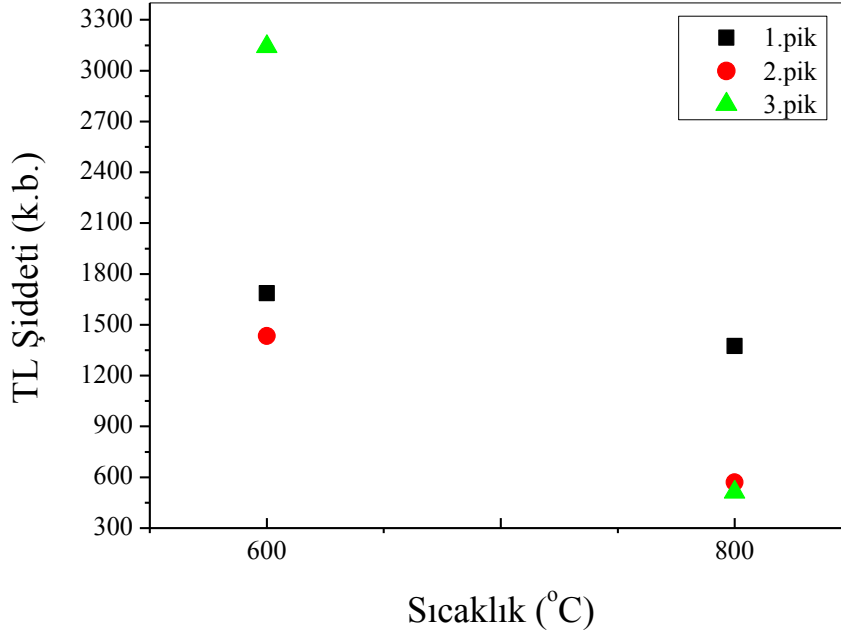
Şekil 4.15. Pellet yapılarak %3 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline 50 Gy doz verildikten sonra sinterleme sıcaklığına bağlı TL şiddetindeki değişim

%3 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline ($Zn_{0.97}Gd_{0.03}O$) 50 Gy radyasyon dozu verilen örneklerde; pellet yapılarak 600 °C’de sinterleme işlemi yapılan örneklerin, TL pik şiddetlerinin pellet yapılmayanlara oranla 1. ve 2. pik değeri 6 kat ve 3. pik değerinin 16 kat daha yüksek olduğu gözlenmiştir (Şekil 4.14, Şekil 4.15).

%3 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline ($Zn_{0.97}Gd_{0.03}O$) 50 Gy radyasyon dozu verilen örneklerde; pellet yapılmadan 800 °C’de sinterleme işlemi yapılan örneklerin, TL pik şiddetlerinin pellet yapılanlara oranla 1. pik değeri ~8 kat ve 2. pik değeri 18 kat daha yüksek olduğu gözlenmiştir. Pellet yapılmamış örnekte 3. pik görülmezken pellet yapılmış örnekte bu pik görülmektedir (Şekil 4.14, Şekil 4.15).



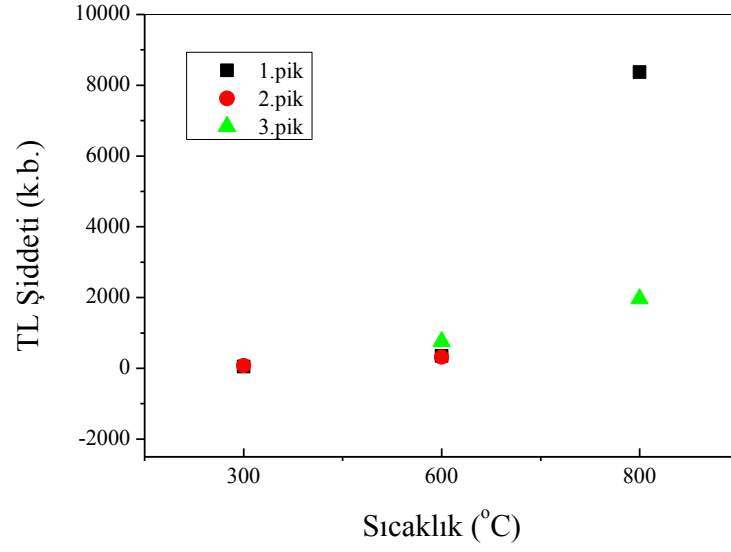
Şekil 4.16. Pellet yapılmadan %3 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline 100 Gy doz verildikten sonra kalsinasyon ve sinterleme sıcaklığına bağlı TL şiddetindeki değişim



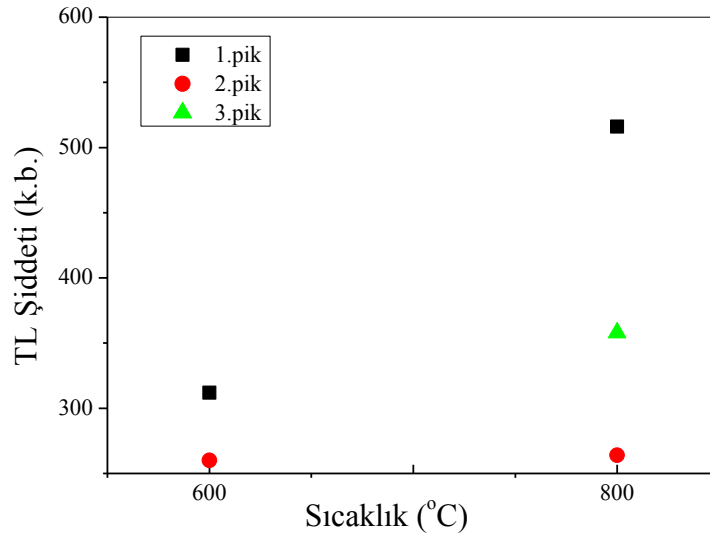
Şekil 4.17. Pellet yapılarak %3 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline 100 Gy doz verildikten sonra sinterleme sıcaklığına bağlı TL şiddetindeki değişim

%3 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline ($Zn_{0.97}Gd_{0.03}O$) 100 Gy radyasyon dozu verilen örneklerde; pellet yapılarak 600 °C'de sinterleme işlemi yapılan örneklerin, TL pik şiddetlerinin pellet yapılmayanlara oranla 1. pik değeri ~7 kat, 2. pik değeri 9 kat ve 3. pik değerinin ~23 kat daha yüksek olduğu gözlenmiştir (Şekil 4.16, Şekil 4.17).

%3 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline 100 Gy radyasyon dozu verilen örneklerde; pellet yapılmadan 800 °C' de sinterleme işlemi yapılan örneklerin, TL pik şiddetlerinin pellet yapılanlara oranla 1. pik değeri yaklaşık 9 kat ve 2. pik değerinin 17 kat daha yüksek olduğu gözlenmiştir. Pellet yapılmamış örnekte 3. pik görülmezken pellet yapılmış örnekte bu pik görülmektedir (Şekil 4.16, Şekil 4.17).



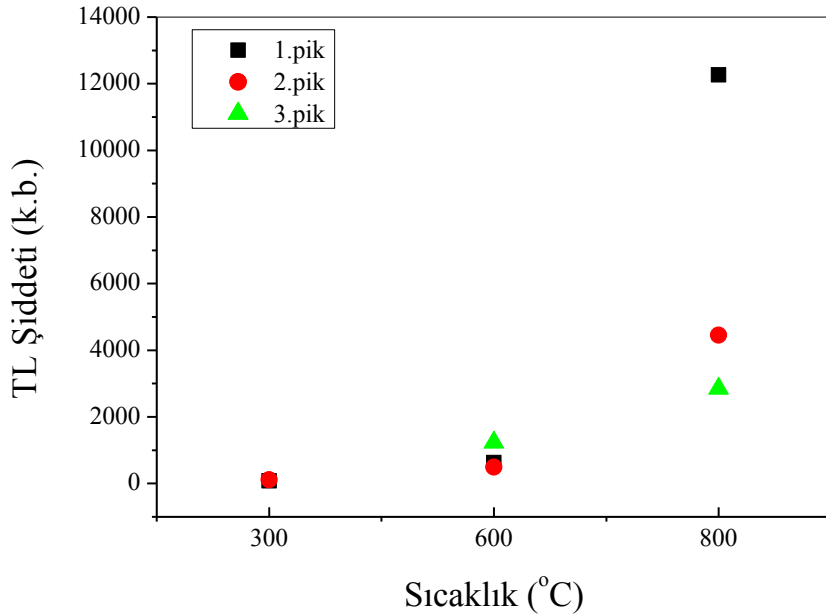
Şekil 4.18. Pellet yapılmadan %5 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline 50 Gy doz verildikten sonra kalsinasyon ve sinterleme sıcaklığına bağlı TL şiddetindeki değişim



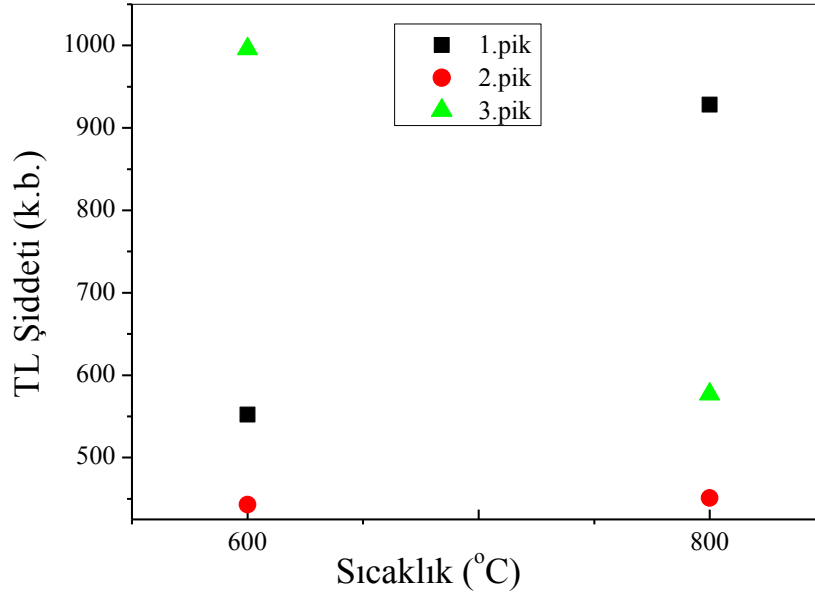
Şekil 4.19. Pellet yapılarak %5 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline 50 Gy doz verildikten sonra sinterleme sıcaklığına bağlı TL şiddetindeki değişim

% 5 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline ($Zn_{0.95}Gd_{0.05}O$) 50 Gy radyasyon dozu verilen örneklerde; pellet yapılmadan 600 °C’de sinterleme işlemi yapılan örneklerin, TL pik şiddetlerinin pellet yapılanlara oranla maksimum TL şiddetinde belirgin bir fark gözlenmemektedir (Şekil 4.18, Şekil 4.19).

% 5 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline ($Zn_{0.95}Gd_{0.05}O$) 50 Gy radyasyon dozu verilen örneklerde; pellet yapılmadan 800 °C’de sinterleme işlemi yapılan örneklerin, TL pik şiddetlerinin pellet yapılanlara oranla 1. pik değeri ~16 kat ve 3. pik değerinin 5 kat daha yüksek olduğu gözlenmiştir. Pellet yapılmamış örnekte 2. pik görülmezken pellet yapılmış örnekte bu pik görülmektedir (Şekil 4.18, Şekil 4.19).



Şekil 4.20. Pellet yapılmadan %5 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline 100 Gy doz verildikten sonra kalsinasyon ve sinterleme sıcaklığına bağlı TL şiddetindeki değişim



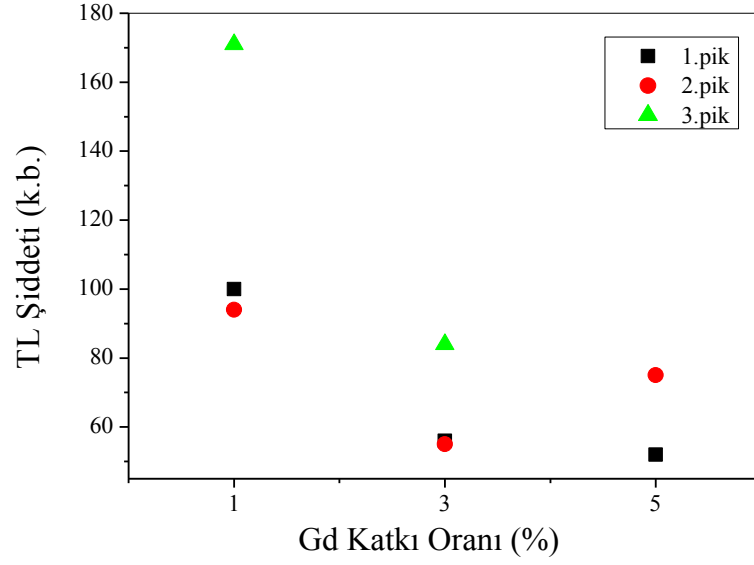
Şekil 4.21. Pellet yapılarak %5 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline 100 Gy doz verildikten sonra kalsinasyon ve sinterleme sıcaklığına bağlı TL şiddetindeki değişim

% 5 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline ($Zn_{0.95}Gd_{0.05}O$) 100 Gy radyasyon dozu verilen örneklerde; pellet yapılmadan 600 °C’de sinterleme işlemi yapılan örneklerin, TL pik şiddetlerinin pellet yapılanlara oranla belirgin bir fark gözlenmemektedir (Şekil 4.20, Şekil 4.21).

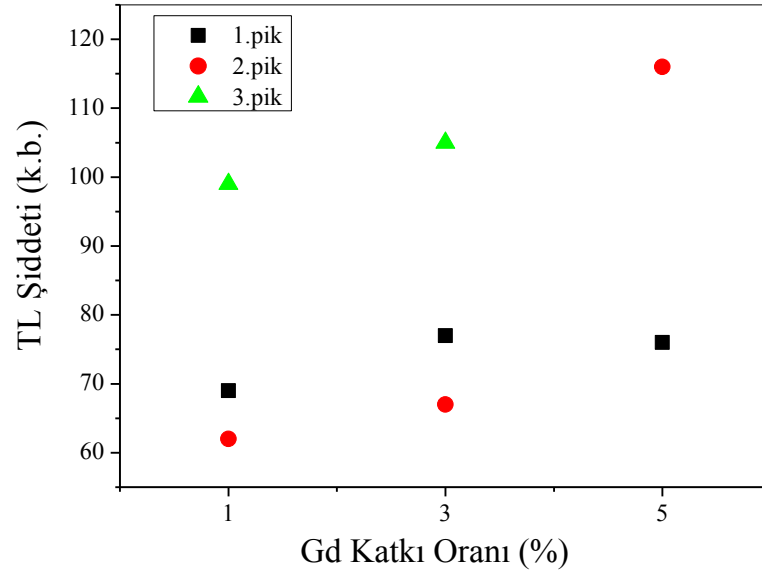
% 5 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline ($Zn_{0.95}Gd_{0.05}O$) 100 Gy radyasyon dozu verilen örneklerde; pellet yapılmadan 800 °C’de sinterleme işlemi yapılan örneklerin, TL pik şiddetlerinin pellet yapılanlara oranla 1.pik değerinin ~13 kat, 2.pik değerinin ~10 kat ve 3. pik değerinin 5 kat daha yüksek olduğu gözlenmiştir (Şekil 4.20, Şekil 4.21).

4.2.3.2. ZnO Nanokristaline Farklı Oranlarda Gd Katkılanmasının TL Pik Şiddetine Etkisi

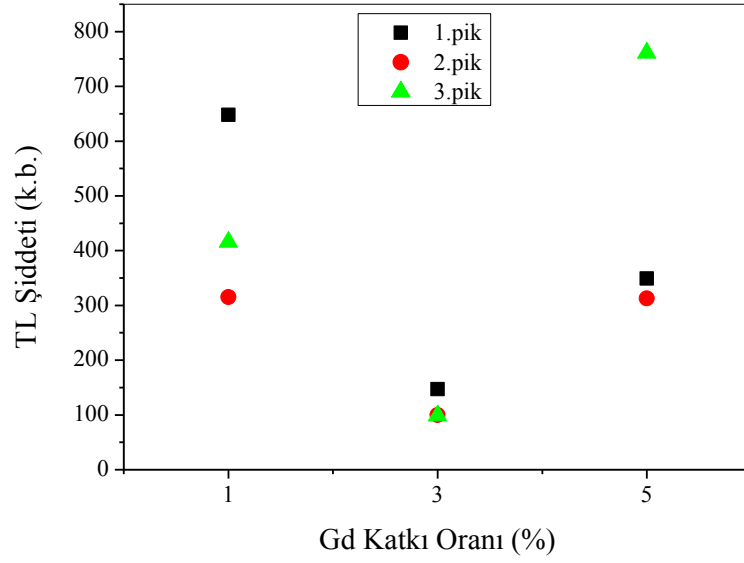
ZnO nanokristallerine % 1, % 3 ve % 5 Gd katkılanma oranının TL pik şiddetlerine etkisini incelemek amacıyla, katkılama oranına bağlı olarak TL şiddetinin değişim grafikleri elde edilmiştir. Bu grafikler Şekil 4.22’den Şekil 4.31’ e kadar verilmiştir.



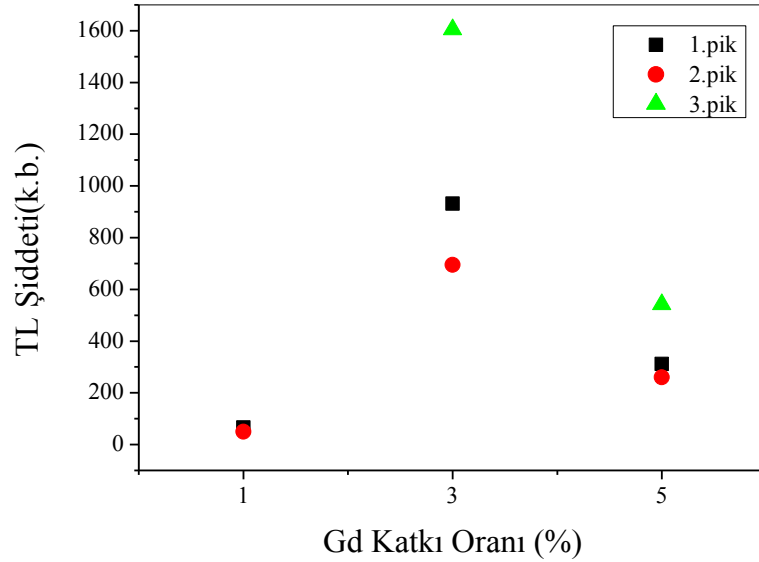
Şekil 4.22. 300 °C’de 5 saat süreyle kalsinasyondan geçirilmiş Gd katkılı ZnO nanokristaline 50 Gy doz verildikten sonra katkılama oranına bağlı TL şiddetindeki değişim



Şekil 4.23. 300°C’ de 5 saat süreyle kalsinasyondan geçirilmiş Gd katkılı ZnO nanokristaline 100 Gy doz verildikten sonra katkılama oranına bağlı TL şiddetindeki değişim



Şekil 4.24. Pellet yapılmadan 600 °C’de 2 saat süreyle sinterlenmiş Gd katkılı ZnO nanokristaline 50 Gy doz verildikten sonra katkılama oranına bağlı TL şiddetindeki değişim

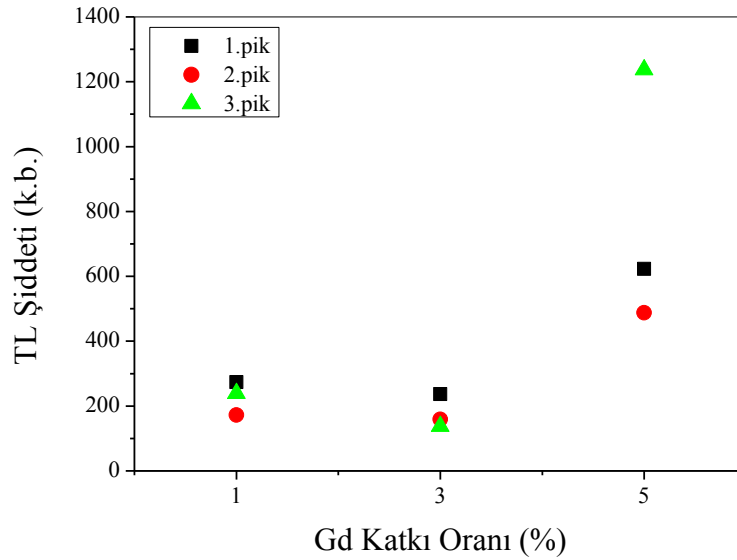


Şekil 4.25. Pellet yapılarak 600 °C’de 2 saat süreyle sinterlenmiş Gd katkılı ZnO nanokristaline 50 Gy doz verildikten sonra katkılama oranına bağlı TL şiddetindeki değişim

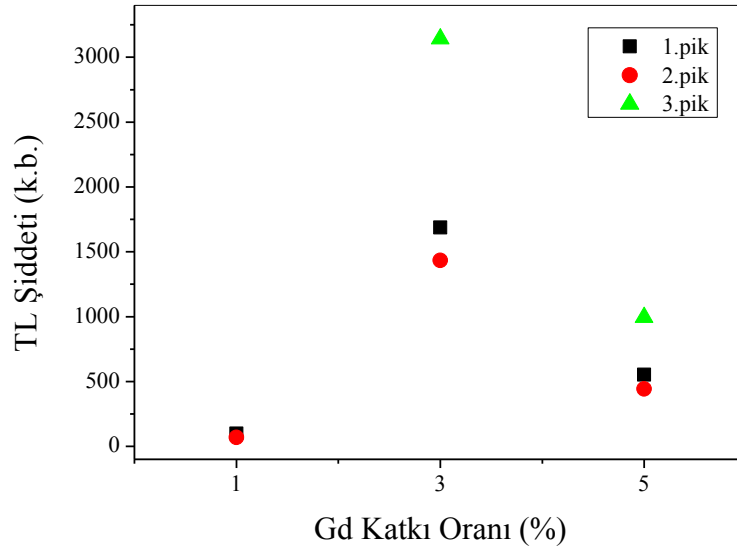
600 °C’de sinterleme işlemi yapılmış, 50 Gy radyasyon dozu verilen örneklerde; % 1 oranında Gd katkılanarak pellet yapılmamış örneğin ($Zn_{0.99}Gd_{0.01}O$) TL pik şiddetlerinin pellet yapılanlara oranla, 1. pik değeri yaklaşık 10 kat, 2. pik değerinin 6 kat daha yüksek olduğu gözlenmektedir. Pellet yapılmamış örnekte görülen 3. pik değeri pellet yapılan örnekte görülmemektedir (Şekil 4.24, Şekil 4.25).

600 °C’de sinterleme işlemi yapılmış, 50 Gy radyasyon dozu verilen örneklerde; % 3 oranında Gd katkılanarak pellet yapılmamış örneğin ($Zn_{0.97}Gd_{0.03}O$) TL pik şiddetlerinin pellet yapılanlara oranla, 1. pik değerinin ~6 kat, 2. pik değeri 7 kat ve 3. pik değerinin 16 kat daha yüksek olduğu gözlenmektedir (Şekil 4.24, Şekil 4.25).

600 °C’de sinterleme işlemi yapılmış, 50 Gy radyasyon dozu verilen örneklerde; pellet yapılmamış örneklerin TL pik şiddetlerinin pellet yapılanlara oranla, % 5 oranında Gd katkılanarak hazırlanan örneklerin ($Zn_{0.95}Gd_{0.05}O$) TL şiddetinde belirgin bir fark gözlenmemiştir (Şekil 4.24, Şekil 4.25).



Şekil 4.26. Pellet yapılmadan 600 °C’de 2 saat süreyle sinterlenmiş Gd katkılı ZnO nanokristaline 100 Gy doz verildikten sonra katkılama oranına bağlı TL şiddetindeki değişim

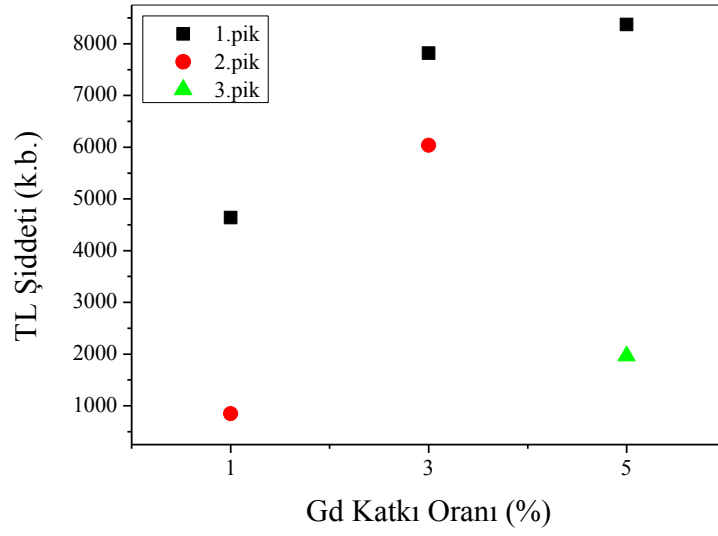


Şekil 4.27. Pellet yapılarak 600 °C’de 2 saat süreyle sinterlenmiş Gd katkılı ZnO nanokristaline 100 Gy doz verildikten sonra katkılama oranına bağlı TL şiddetindeki değişim

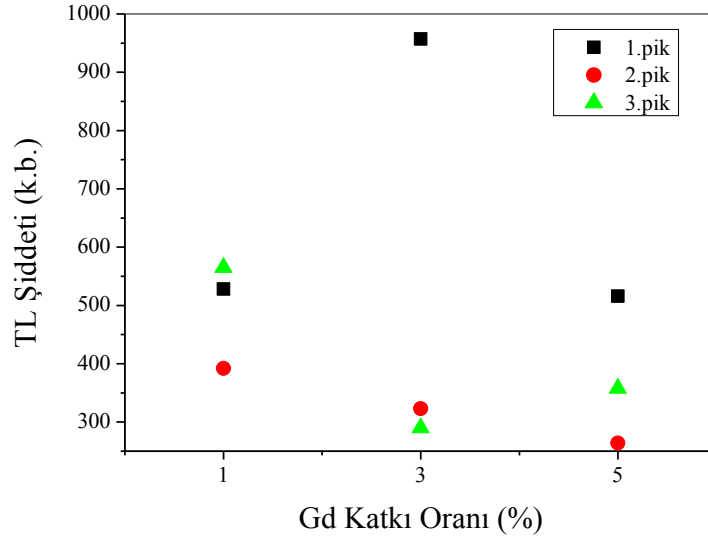
600 °C’de sinterleme işlemi yapılmış, 100 Gy radyasyon dozu verilen örneklerde; % 1 oranında Gd katkılanarak pellet yapılmamış örneğin ($Zn_{0.99}Gd_{0.01}O$) TL pik şiddetlerinin pellet yapılanlara oranla, 1. ve 2. pik değeri ~3 kat daha yüksek gözlenmiştir. Pellet yapılmamış örnekte görülen 3. pik değeri pellet yapılmış örnekte görülmemektedir (Şekil 4.26, Şekil 4.27).

600 °C’de sinterleme işlemi yapılmış, 100 Gy radyasyon dozu verilen örneklerde; %3 oranında Gd katkılanarak pellet yapılmış örneğin ($Zn_{0.97}Gd_{0.03}O$) TL pik şiddetlerinin pellet yapılan örneğe oranla, 1. pik değerinin 7 kat, 2. pik değerinin 9 kat ve 3. pik değerinin 23 kat daha yüksek olduğu gözlenmektedir (Şekil 4.26, Şekil 4.27).

600 °C’de sinterleme işlemi yapılmış, 100 Gy radyasyon dozu verilen örneklerde; pellet yapılmamış örneklerin TL pik şiddetlerinin pellet yapılanlara oranla, %5 oranında Gd katkılanarak hazırlanan örneğin ($Zn_{0.95}Gd_{0.05}O$) TL şiddetinde belirgin bir fark gözlenmemiştir (Şekil 4.26, Şekil 4.27).



Şekil 4.28. Pellet yapılmadan 800 °C’de 2 saat süreyle sinterlenmiş Gd katkılı ZnO nanokristaline 50 Gy doz verildikten sonra katkılama oranına bağlı TL şiddetindeki değişim

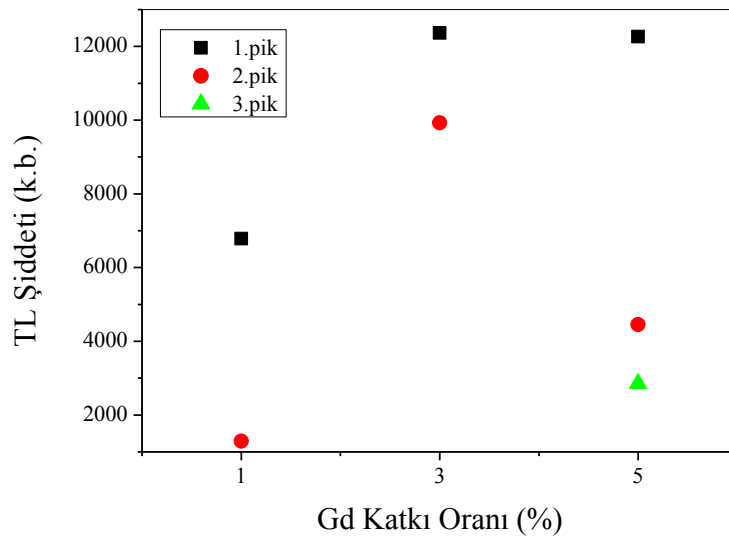


Şekil 4.29. Pellet yapılarak 800 °C’de 2 saat süreyle sinterleme işlemi yapılan Gd katkılı ZnO nanokristaline 50 Gy doz verildikten sonra katkılama oranına bağlı TL şiddetindeki değişim

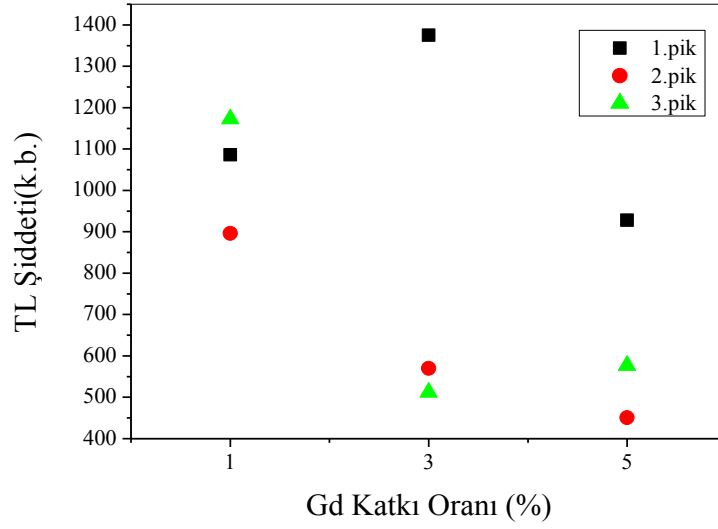
800 °C’de sinterleme işlemi yapılmış, 50 Gy radyasyon dozu verilen örneklerde; pellet yapılmamış örneklerin TL pik şiddetlerinin pellet yapılanlara oranla, %1 oranında Gd katkılanarak pellet yapılmamış örneğin ($Zn_{0.99}Gd_{0.01}O$) 1. pik değerinin ~9 kat daha yüksek olduğu gözlenirken, 2. pik değerinin düşük olduğu gözlenmiştir. Pellet yapılmış örnekte görülen 3. pik değeri pellet yapılmamış örnekte görülmemektedir (Şekil 4.28, Şekil 4.29).

800 °C’de sinterleme işlemi yapılmış, 50 Gy radyasyon dozu verilen örneklerde; pellet yapılmamış örneklerin TL pik şiddetlerinin pellet yapılanlara oranla, %3 oranında Gd katkılanarak pellet yapılmamış örneğin ($Zn_{0.97}Gd_{0.03}O$) 1. pik değeri 8 kat, 2. pik değerinin 19 kat daha yüksek olduğu gözlenmektedir. Pellet yapılmış örnekte görülen 3. pik değeri pellet yapılmamış örnekte görülmemektedir (Şekil 4.28, Şekil 4.29).

800 °C’de sinterleme işlemi yapılmış, 50 Gy radyasyon dozu verilen örneklerde; pellet yapılmamış örneklerin TL pik şiddetlerinin pellet yapılanlara oranla, %5 oranında Gd katkılanarak pellet yapılmamış örneğin ($Zn_{0.95}Gd_{0.05}O$) 1. pik değeri 16 kat, 3. pik değerinin ~5 kat daha yüksek olduğu gözlenmektedir. Pellet yapılmış örnekte görülen 2. pik değeri pellet yapılmamış örnekte görülmemektedir (Şekil 4.28, Şekil 4.29).



Şekil 4.30. Pellet yapılmadan 800 °C’de 2 saat süreyle sinterleme işlemi yapılan Gd katkılı ZnO nanokristaline 100 Gy doz verildikten sonra katkılama oranına bağlı TL şiddetindeki değişim



Şekil 4.31. Pellet yapılarak 800 °C’de 2 saat süreyle sinterleme işlemi yapılan Gd katkılı ZnO nanokristaline 100 Gy doz verildikten sonra katkılama oranına bağlı TL şiddetindeki değişim

800 °C’de sinterleme işlemi yapılmış, 100 Gy radyasyon dozu verilen örneklerde; pellet yapılmamış örneklerin TL pik şiddetlerinin pellet yapılanlara oranla, %1 oranında Gd katkılanarak pellet yapılmamış örneğin ($Zn_{0.99}Gd_{0.01}O$) 1. pik değeri 6 kat daha yüksek olduğu gözlenirken, 2. pik değerinde ise belirgin bir fark gözlenmemiştir. Pellet yapılmış örnekte görülen 3. pik değeri pellet yapılmamış örnekte görülmemektedir (Şekil 4.30, Şekil 4.31).

800 °C’de sinterleme işlemi yapılmış, 100 Gy radyasyon dozu verilen örneklerde; pellet yapılmamış örneklerin TL pik şiddetlerinin pellet yapılanlara oranla, %3 oranında Gd katkılanarak pellet yapılmamış örneğin ($Zn_{0.97}Gd_{0.03}O$) 1. pik değeri yaklaşık 10 kat artarken, 2. pik değeri 17 kat arttığı gözlenmektedir. Pellet yapılmış örnekte görülen 3. pik değeri pellet yapılmamış örnekte görülmemektedir (Şekil 4.30, Şekil 4.31).

800 °C’de sinterleme işlemi yapılarak 100 Gy radyasyon dozu verilen örneklerin ; pellet yapılmamış örneklerin TL pik şiddetlerinin pellet yapılanlara oranla, %5 oranında Gd katkılanarak pellet yapılmamış örneğin ($Zn_{0.95}Gd_{0.05}O$) 1. pik değeri yaklaşık 13 kat, 2.

pik değeri 10 kat ve 3. pik değeri 5 kat daha yüksek olduğu gözlenmektedir (Şekil 4.30, Şekil 4.31).

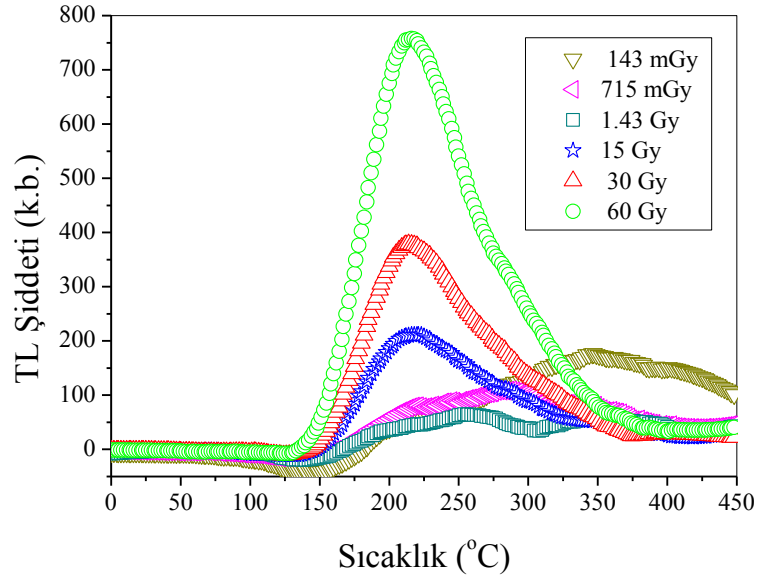
4.2.4. Sinterleme Sıcaklık ve Süreleri Arttırılarak Yeniden Hazırlanan Örneklerin Işıma Eğrilerinin İncelenmesi

TL şiddetinin sıcaklığa ve katkılama oranına göre çizilen grafiklerden de görüldüğü gibi pellet yapılmamış 600 °C ve 800 °C’de 2 saat sinterlenmiş örneklerin TL pik şiddeti pellet yapılmış örneklere oranla daha yüksektir. %1 ve %3 oranında Gd katkılanmış örneklerde TL pik şiddetinde artış gözlenirken, % 5 oranında Gd katkılanan örneklerin TL pik şiddetlerinde belirgin bir artış gözlenememiştir. Bu sonuçlar göz önünde bulundurularak pellet yapılmadan % 1 ve % 3 oranında Gd katkılanan örnekler sinterleme sıcaklığı ve süresi değiştirilerek tekrar hazırlanmıştır. Hazırlanan bu örneklerle ilgili detaylı bilgi Tablo 3.3’de verilmiştir. Yeniden hazırlanmış olan bu örneklerin farklı ışınlama sürelerine göre elde edilen TL ışıma eğrileri Şekil 4.32, 4.34, 4.36, 4.38 ve 4.40’ da gösterilmiştir. Bu ışıma eğrileri, Orijin 8.0. programı ile smooth edilerek elde edilmiştir. Ayrıca TL şiddetinin radyasyon dozuna bağlılığı Şekil 4.33, 4.35, 4.37, 4.39 ve 4.41’de gösterilmiştir.

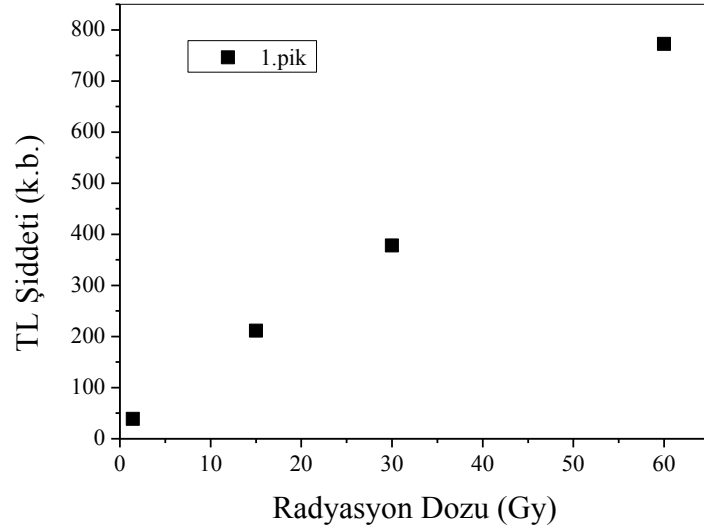
Radyasyon doz değerleri (30 ve 60 Gy) için maksimum sıcaklıklar ve bu sıcaklık değerlerine karşılık gelen maksimum tepe değerleri Tablo 4.3.’ de verilmiştir. Şekil 4.33, 4.35, 4.37, 4.39 ve 4.41’de TL maksimum pik şiddetlerinin (maksimum tepe değerleri) radyasyon dozuyla lineer olarak arttığı görülmektedir.

Tablo.4.3. B1-B5 örnek koduyla adlandırılan 30 ve 60 Gy radyasyon dozu verilen örneklere ait maksimum TL pik şiddetleri ve sıcaklıkları. (Örnek kodlarına ait bilgiler Tablo 3.3’de verilmiştir.)

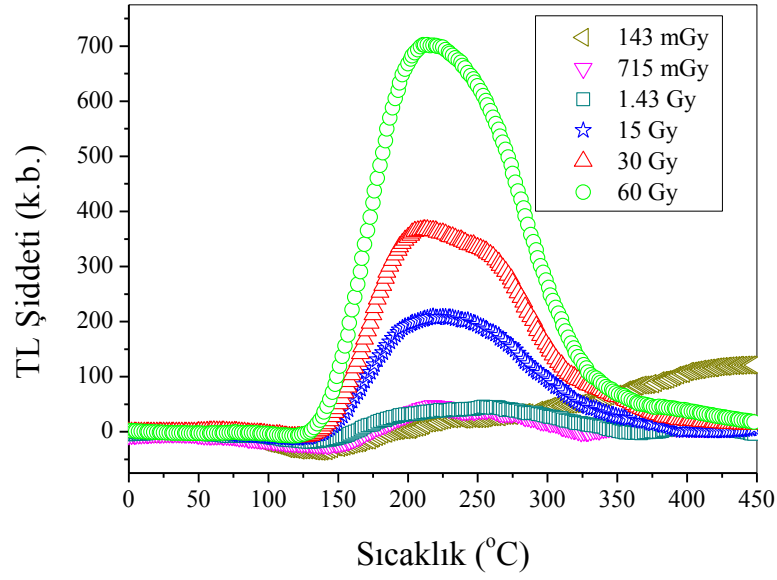
| Örnek Kodu | | T_{max} (°C,±15°C) | I_{max} (30Gy) | I_{max} (60Gy) | $I_{max}^{60}/I_{max}^{30}$ |
|------------|-------|-------------------------|------------------|------------------|-----------------------------|
| B1 | 1.pik | 220 | 445 | 869 | 2.0 |
| B2 | 1.pik | 210 | 447 | 801 | 1.8 |
| B3 | 1.pik | 195 | 237 | 472 | 2.0 |
| | 2.pik | 340 | 129 | 200 | 1.6 |
| B4 | 1.pik | 180 | 551 | 1110 | 2.0 |
| B5 | 1.pik | 200 | 473 | 1021 | 2.2 |



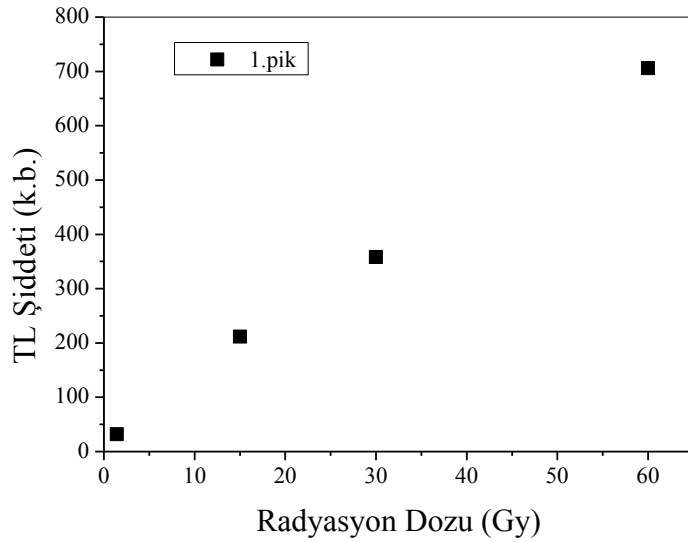
Şekil 4.32. Pellet yapılmamış $Zn_{0.99}Gd_{0.01}O$ örneğine $300\text{ }^{\circ}C$ 'de 5 saat kalsinasyon ve $600\text{ }^{\circ}C$ 'de 4 saat sinterleme işlemi yapıldıktan sonra farklı radyasyon dozlarına bağlı olarak alınan ışımaya eğrileri



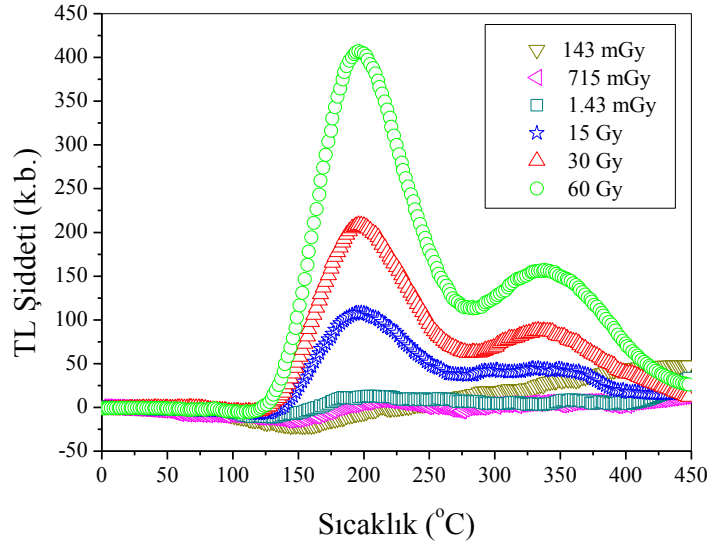
Şekil 4.33. Pellet yapılmamış $Zn_{0.99}Gd_{0.01}O$ örneğine $300\text{ }^{\circ}C$ 'de 5 saat kalsinasyon ve $600\text{ }^{\circ}C$ 'de 4 saat sinterleme işlemi yapıldıktan sonra farklı radyasyon doz miktarlarına göre alınan TL şiddetindeki değişim



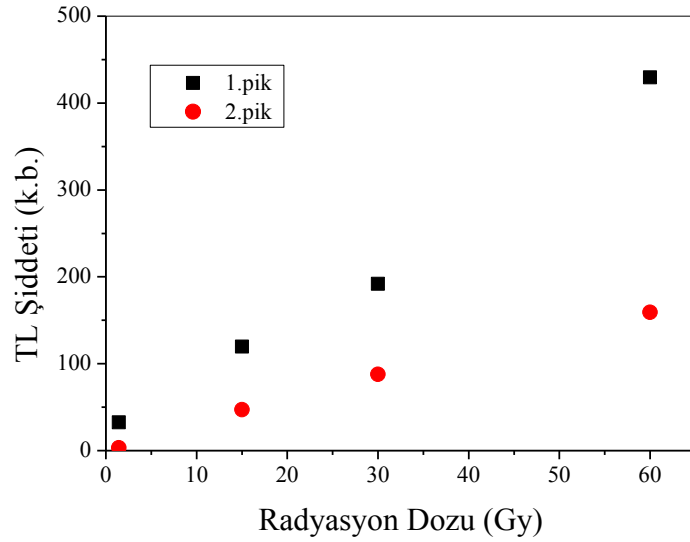
Şekil 4.34. Pellet yapılmamış $Zn_{0.99}Gd_{0.01}O$ örneğine $300\text{ }^{\circ}C$ 'de 5 saat kalsinasyon ve $800\text{ }^{\circ}C$ 'de 4 saat sinterleme işlemi yapıldıktan sonra farklı radyasyon dozlarına bağlı olarak alınan ışımaya eğrileri



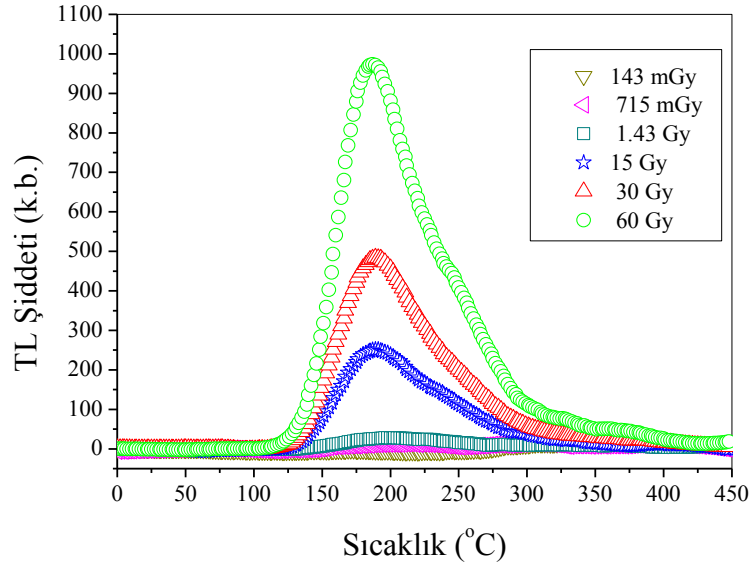
Şekil 4.35. Pellet yapılmamış $Zn_{0.99}Gd_{0.01}O$ örneğine $300\text{ }^{\circ}C$ 'de 5 saat kalsinasyon ve $800\text{ }^{\circ}C$ 'de 4 saat sinterleme işlemi yapıldıktan sonra farklı radyasyon doz miktarlarına göre alınan TL şiddetindeki değişim



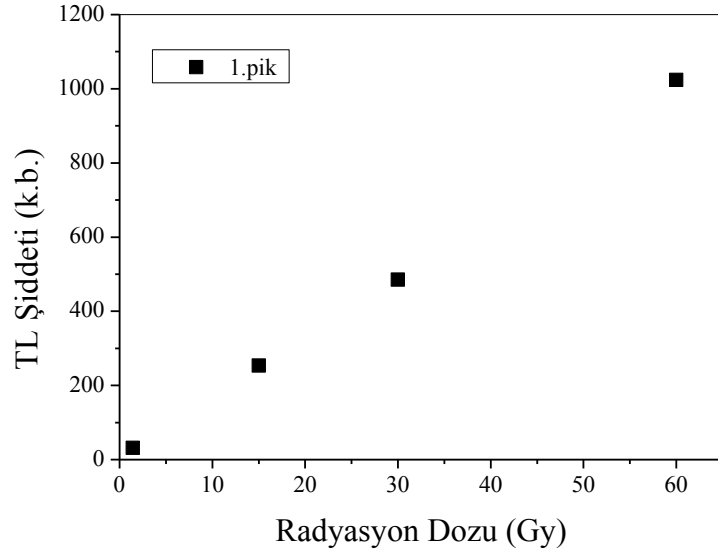
Şekil 4.36. Pellet yapılmamış $Zn_{0.99}Gd_{0.01}O$ örneğine 300 °C’de 5 saat kalsinasyon ve 900 °C’de 4 saat sinterleme işlemi yapıldıktan sonra farklı radyasyon dozlarına bağlı olarak alınan ışımaya eğrileri



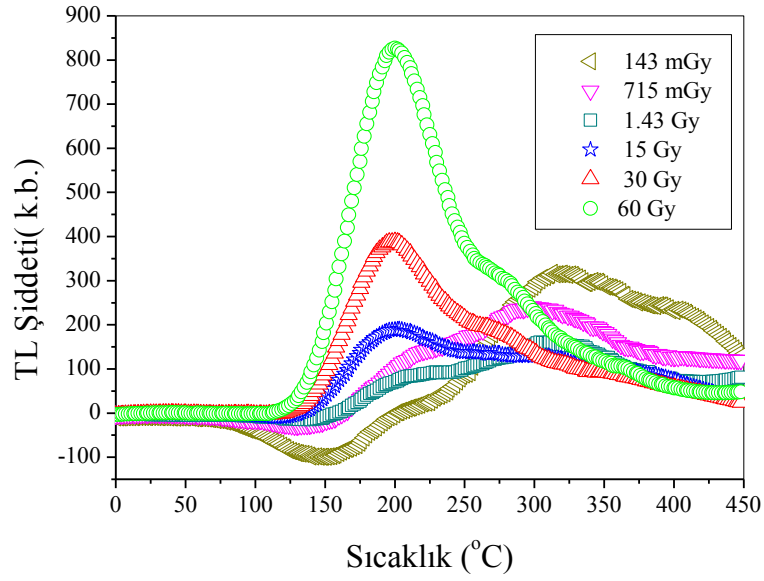
Şekil 4.37. Pellet yapılmamış $Zn_{0.99}Gd_{0.01}O$ örneğine 300 °C’de 5 saat kalsinasyon ve 900 °C’de 4 saat sinterleme işlemi yapıldıktan sonra farklı radyasyon doz miktarlarına göre alınan TL şiddetindeki değişim



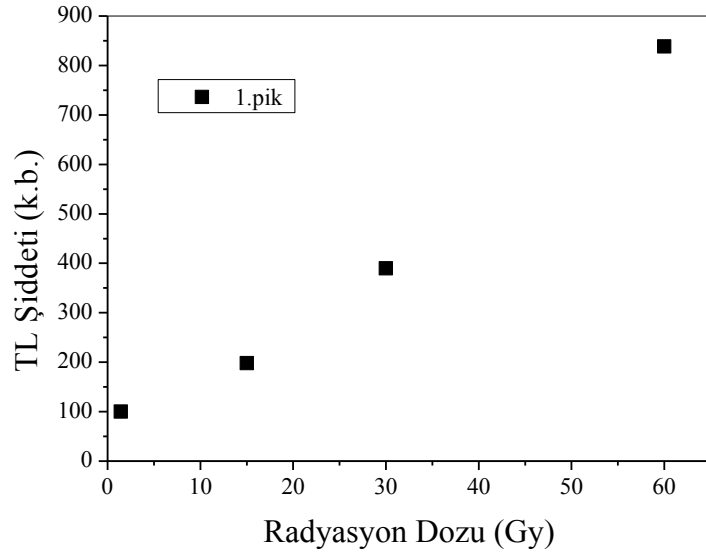
Şekil 4.38. Pellet yapılmamış $Zn_{0.97}Gd_{0.03}O$ örneğine $300\text{ }^{\circ}C$ 'de 5 saat kalsinasyon ve $600\text{ }^{\circ}C$ 'de 4 saat sinterleme işlemi yapıldıktan sonra farklı radyasyon dozlarına bağlı olarak alınan ışımaya eğrileri



Şekil 4.39. Pellet yapılmamış $Zn_{0.97}Gd_{0.03}O$ örneğine $300\text{ }^{\circ}C$ 'de 5 saat kalsinasyon ve $600\text{ }^{\circ}C$ 'de 4 saat sinterleme işlemi yapıldıktan sonra farklı radyasyon doz miktarlarına göre alınan TL şiddetindeki değişim



Şekil 4.40. Pellet yapılmamış $Zn_{0.97}Gd_{0.03}O$ örneğine 300 °C’de 5 saat kalsinasyon ve 800 °C’de 4 saat sinterleme işlemi yapıldıktan sonra farklı radyasyon dozlarına bağlı olarak alınan ışımaya eğrileri

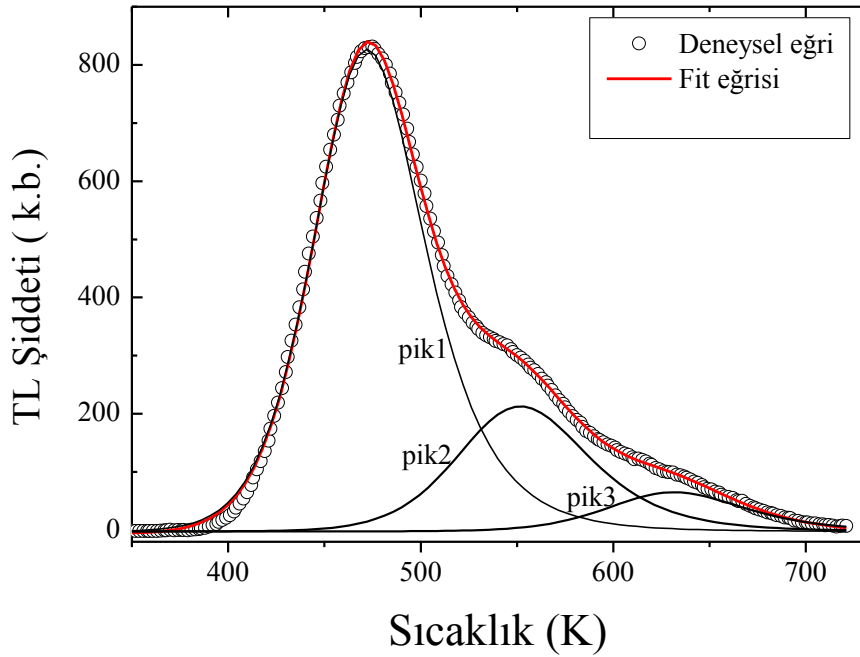


Şekil 4.41. Pellet yapılmamış $Zn_{0.97}Gd_{0.03}O$ örneğine 300 °C’de 5 saat kalsinasyon ve 800 °C’de 4 saat sinterleme işlemi yapıldıktan sonra farklı radyasyon doz miktarlarına göre alınan TL şiddetindeki değişim

4.2.5. Termoluminesans Işıma Eğrilerinin Analizi

Denklem (2.14)' ün çözümünün 3 pik ile Orjin 8.0 programı kullanılarak Şekil 4.40'daki ışıma eğrisinin fit edilmesiyle Şekil 4.42' de görülen pikler elde edilmiştir. Buradan üç tuzak merkezine ait aktivasyon enerjileri ve frekans faktörleri ilk artış yöntemi ve ışıma eğrisinin şekline dayanan yöntem kullanılarak hesaplanmıştır. Bu değerler Tablo 4.4'de verilmiştir.

Şekil 4.42'de; boş daireler deneysel eğriyi, kırmızı çizgi teorik fit eğrisini ve siyah çizgiler fit edilmiş eğrinin ayrıştırılması sonucu elde edilmiş eğrileri göstermektedir.



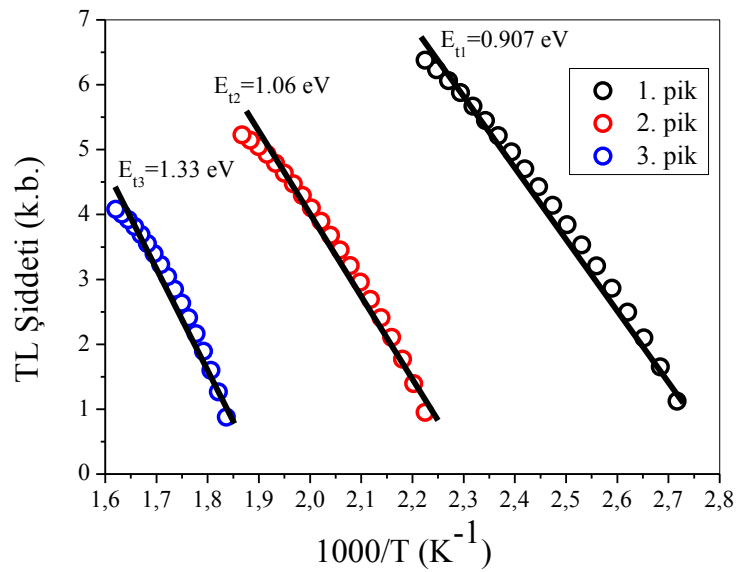
Şekil 4.42. Pellet yapılmamış $Zn_{0.97}Gd_{0.03}O$ örneğine 300 °C'de 5 saat kalsinasyon, 800 °C'de 4 saat sinterleme işlemi yapılarak 5K/s ısıtma hızıyla 60 Gy β ışınlanmasından sonra alınan TL ışıma eğrisi

Tablo 4.4. Pellet yapılmamış $Zn_{0.97}Gd_{0.03}O$ örneğine 300 °C’de 5 saat kalsinasyon, 800 °C’de 4 saat sinterleme işlemi yapılarak hazırlanan örneğe ait aktivasyon enerjisi ve frekans faktörü değerleri

| | $T_{max}(^{\circ}C)$ | İlk artış yöntemi | | Işıma eğrisinin şekline dayanan yöntem | |
|-------|----------------------|--------------------------|------------------------------|----------------------------------------|------------------------------|
| | | Aktivasyon Enerjisi (eV) | Frekans faktörü (s^{-1}) | Aktivasyon Enerjisi (eV) | Frekans faktörü (s^{-1}) |
| Pik 1 | 199.1 | 0.91 | 4.52×10^8 | 0.91 | 4.52×10^8 |
| Pik 2 | 278.8 | 1.06 | 3.57×10^8 | 1.15 | 2.59×10^9 |
| Pik 3 | 358.4 | 1.33 | 2.94×10^9 | 1.37 | 6.39×10^9 |

4.2.5.1. İlk Artış Yöntemi

Şekil 4.42’deki ışıma eğrisinde görülen piklerin başlangıç bölgesindeki verilerinin $\ln(I)-1000/T$ yarı logaritmik grafiği çizilerek elde edilen doğrusal grafiklerin eğiminden her bir pik için E değerleri bulundu. Yapılan fit işlemi Şekil 4.43’ de bulunan aktivasyon enerjileri ve frekans faktörlerinin değerleri Tablo 4.4.’de gösterilmiştir.



Şekil 4.43. Şekil 4.42’ de verilen piklere ait aktivasyon enerjileri

4.2.5.2. Işıma Eğrisinin Şekline Dayanan Yöntem (Pik Şekli Yöntemi)

Chen tarafından önerilen bu yöntemde, kinetik parametreler E , s ve b 'nin belirlenmesi için ışıma eğrisinin şekli kullanılır. Chen, kinetik parametreleri hesaplamak için genel ifadeler de türetti: $\omega = T_2 - T_1$, $\tau = T_2 - T_M$, $\delta = T_M - T_1$. Burada T_M maksimum sıcaklıktır. T_1 ve T_2 ise sırasıyla T_M 'nin yarı şiddetinde her iki yanındaki sıcaklık değerleridir. Elde edilen ω , τ , δ değerleri kullanılarak simetri faktörü μ_g hesaplanarak kinetik merteye b hesaplanabilir.

Eğri fit yöntemiyle elde edilen pik parametreleri, Chen'in pik şekli yöntemi kullanılarak da elde edilebilir. Bu ışıma eğrisine daha önce Bölüm 2'de verilen denklemler kullanılarak hesaplamalar yapılırsa μ_g değeri bulunur. Bu değer bulunması için gerekli hesaplamalar yapılmış ve tüm eğrilerin ikinci derece kinetik olduğu bulunmuştur. Tablo 4.5'de hesaplanan E , s ve b parametreleri görülmektedir.

Tablo 4.5. B1-B5 örneklerinin maksimum TL şiddetinin sıcaklığına dayanan yöntem ve ışıma eğrisinin şekline dayanan (pik şekli) yöntemle göre hesaplanan kinetik parametreleri

| | | | | Maksimum TL şiddetindeki sıcaklığa dayanan yöntem | Işıma eğrisinin şekline dayanan yöntem | |
|------------|-------|----------------------|-------------------|---------------------------------------------------|----------------------------------------|-----------------------|
| Örnek Kodu | | $T_{max}(^{\circ}C)$ | Kinetik derece(b) | E_1 (eV) | E_2 (eV) | s_2 (s^{-1}) |
| B1 | 1.pik | 216 | 2 | 0,97 | 0,60 | $7,77 \times 10^4$ |
| B2 | 1.pik | 211 | 2 | 0,96 | 0,51 | $8,96 \times 10^3$ |
| B3 | 1.pik | 196 | 2 | 0,93 | 0,90 | $4,09 \times 10^8$ |
| | 2.pik | 338 | 2 | 1,21 | 2,03 | $6,65 \times 10^{15}$ |
| B4 | 1.pik | 187 | 2 | 0,91 | 0,64 | $6,41 \times 10^5$ |
| B5 | 1.pik | 200 | 2 | 0,94 | 0,77 | $1,16 \times 10^7$ |

4.2.5.3. Maksimum TL Şiddetindeki Sıcaklığa Dayanan Yöntem

TL ışıma eğrilerinin maksimum tepe noktalarına bakılarak bunlara karşılık gelen sıcaklık değerleri belirlendi. Urbach tarafından önerilen (2.28) denklemi (Urbach'a göre frekans faktörü $s=10^9 \text{ s}^{-1}$) kullanılarak E aktivasyon enerjisi hesaplandı. Bu yöntemden hesaplanan E değerleri Tablo 4.5'de verildi.

5.BÖLÜM

TARTIŞMA SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışmada, sol-jel yöntemiyle ZnO nanokristaller sentezlenmiştir. Şu ana kadar yapılan nanoyapı sentezleme çalışmalarında pek çok yöntem denenmiş olup, bunlar arasında sol-jel yöntemi kullanılarak büyütmede verimli sonuçlar alınmıştır. Sol-jel yöntemi ile 60 °C'de ZnO nanokristallerin büyütülebildiği bulunmuştur. X-ışını kırınımı piklerinin ZnO'ya ait düzlemlerden geldiği belirlendi. Scherrer formülü kullanılarak ZnO kristallerin tanecik büyüklüğü ~15 nm olarak hesaplanmıştır [52-53,80]. XRD analizi sonucu hegzagonal wurtzit yapıda, örgü sabitleri $a=3.253 \text{ \AA}$, $c=5.214 \text{ \AA}$ olan saf ZnO nanokristaller elde edilmiştir.

SEM görüntülerinde ZnO kristallerinin nano boyutta büyümüş olduğu ve ZnO kristallerinin kümelenildiği, bu kümelerin yaklaşık boyutunun 80-100 nm, kümeleri oluşturan parçaların ise 25-40 nm aralığında olduğu görüldü. SEM resimlerindeki bu görünüm, literatürde de yer alan, ZnO' e ait elde edilen tipik bir şekil yapısıdır. Tanecik boyutunun hesaplanan değerle uyumlu olduğu söylenebilir.

% 3 Gd katkılanmış ZnO'in 300 °C'de 5 saat kalsinasyon ve 600 °C'de 2 saat sinterleme işlemi yapıldıktan sonra alınan TEM görüntüsü sonucunda katkılanan bu nano boyuttaki kristallerin tanecik boyutlarının 17 nm ile 28 nm arasında değiştiği görülmektedir.

X-ışını kırınım analizlerinde sentezlenen ZnO, 500 °C'de tavllanmış ZnO ve Gd katkılanmış ZnO örneklerine ait x-ışını kırınım desenleri incelendi. Katkılanmamış ZnO'e ait XRD şiddetine göre 500 °C'de tavllanmış ZnO'in pik şiddeti daha yüksektir. Bu da sıcaklık arttıkça XRD pik şiddetinin arttığını göstermektedir. Ancak Gd katkılanmış ZnO nanokristallerin XRD pik şiddetleri Şekil 4.6, 4.7 ve 4.8'de görüldüğü gibi ZnO içindeki Gd konsantrasyonunun artmasıyla azalmakta ve pikler keskinleşmektedir. Böylece, maksimum pikin yarı genişliğinin daralması ile tanecik

büyüklüğü ve kristalleşme artmaktadır. Sentezlenen katkısız ZnO nanokristallerin tavlama ile kırınım piki şiddetlerinde artış gözlenirken ve maksimum pik yarı genişliklerinin (FWHM) de azaldığı dolayısıyla tanecik boyutunun arttığı görülmüştür (Şekil 4.6-4.8.a,b). Scherr denkleminde tanecik boyutları; sentezlenen ZnO nanokristali için 18.33 nm ve 500 °C'de tavllanmış ZnO nanokristali için 24.66 nm olarak hesaplanmıştır. Gd katkılanmış örnekler için Scherr denkleminde hesaplanan tanecik boyutları; %1 Gd katkılanarak 300 °C'de kalsinasyon yapılmış ZnO nanokristali için 54.98 nm, ;%3 Gd katkılanarak 600 °C'de sinterlenmiş ZnO nanokristali için 55.02 nm ve ;%1 Gd katkılanarak 800 °C'de sinterlenmiş ZnO nanokristali için ~55 nm olarak hesaplanmıştır. Şekil 4.6 ve 4.7'de görülen Gd piklerinde ikincil bir fazın oluştuğu ve katkılamanın kısmen gerçekleştiği söylenebilir. Şekil 4.8' de ise Gd katkısına ait pikler görülmemektedir. Bundan dolayı %1 oranında Gd katkılanarak pellet yapılan, 800 °C'de sinterlenmiş örnek için Gd katkısının yapıya girmiş olduğu söylenebilir.

TL pik şiddetinin sıcaklığa bağlı değişimini gösteren grafikler Şekil 4.10-4.21 ve Gd katkı konsantrasyonuna bağlı değişimi gösteren grafikler de Şekil 4.22-4.30'da verilmiştir. % 1 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline 50 Gy ve 100 Gy radyasyon dozu verilmesi durumunda, pellet yapılmadan 600 °C ve 800 °C'de sinterlenmiş örneklerin TL pik şiddetlerinin, pellet yapılanlara oranla yüksek olduğu gözlenmiştir. % 3 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline 50 Gy ve 100 Gy radyasyon dozu verilmesi durumunda, 600 °C'de pellet yapılarak sinterlenmiş örneklerin TL pik şiddetlerinin, pellet yapılmayanlara oranla yüksek olduğu, pellet yapılmadan 800 °C'de sinterlenmiş örneklerin ise TL pik şiddetlerinin, pellet yapılanlara oranla daha yüksek olduğu gözlenmiştir. % 5 Gd katkılanmış ZnO nanokristaline 50 Gy ve 100 Gy radyasyon dozu verilmesi durumunda, pellet yapılarak 600 °C'de sinterlenmiş örneklerin maksimum TL şiddetinin pellet yapılmayanlara oranla düşük olduğu, pellet yapılmadan 800 °C'de sinterlenmiş örneklerin TL pik şiddetlerinin pellet yapılanlara oranla yüksek olduğu bulunmuştur.

Tablo 4.2'deki A2 ve A3 örnekleriyle A7 ve A8 örneklerinde görülen sinterleme sıcaklığının artmasıyla artan TL pik şiddeti nedeniyle sinterleme süresi arttırılarak bu örnekler yeniden ısıtılma tabi tutularak TL ışımaya eğrileri yeniden incelenmiştir.

Sonuç olarak kristal yapının daha kararlı hale geldiği, fakat TL pik şiddetlerinin azaldığı görülmüştür (Tablo 4.3).

Sıcaklığa ve katkı oranına bağlı olarak elde edilen grafiklerin değerlendirilmesi sonucunda % 1 ve % 3 oranında Gd katkılanarak pellet yapılmamış örneklerin TL pik şiddetleri pellet yapılanlarla karşılaştırıldığında, pik şiddetlerinin oldukça yüksek olduğu görüldü. Bundan dolayı aynı katkılama oranlarında pellet yapılmadan 600 °C, 800 °C ve 900 °C’de 4 saat sinterleme işlemi yapılarak hazırlanan örnekler, 143 mGy-60 Gy arasında beta ışınlamasından sonra alınan TL ışımaya eğrileri Şekil 4.32, 4.34, 4.46, 4.38 ve 4.40’da verildi. 143 mGy ve 715 mGy radyasyon dozlarında düzgün eğriler elde edilemezken, 1.43-60 Gy radyasyon dozlarına bağlı TL ışımaya eğrilerinin orantılı bir şekilde arttığı görüldü. TL ışımaya eğrilerinin maksimum TL şiddetlerine bakılarak radyasyon dozuna bağlı lineerliğini incelemek amacıyla alınan grafikler Şekil 4.33, 4.35, 4.37, 4.39 ve 4.41’de verildi. TL ışımaya pik şiddetlerinin artan radyasyon doz oranı ile 1.43-60 Gy’lik beta doz aralığında doğrusal olarak arttığı, mikrodozimetride kullanılabilirliği için 1.43 Gy doz miktarının altındaki doz değerlerinde örneklerin ışımaya eğrileri elde edilememiştir. Yüksek doz değerlerinde Şekil 4.33, 4.35 ve 4.39’un lineer değişim gösterdiği görülmektedir.

Tuzak parametrelerinin belirlenmesinde kullanılan ışımaya eğrisinin şekline dayanan yöntem, bütün örneklerin ana ışımaya pikini oluşturan piklerin ikinci derece kinetiklere uyduğunu göstermektedir.

Pellet yapılmamış $Zn_{0.97}Gd_{0.03}O$ örneğine 300 °C’de 5 saat kalsinasyon, 800 °C’de 4 saat sinterleme işlemi yapılarak 60 Gy radyasyon dozu verildikten sonra elde edilen TL ışımaya eğrisi, eğri fit etme yöntemiyle piklere ayrıştırılarak çizildi. Buradan üç tuzak merkezine ait aktivasyon enerjileri ve frekans faktörleri ilk artış yöntemi ve pik şekli yöntemi kullanılarak hesaplandı. Işımaya neden olan tuzak merkezlerinin aktivasyon enerjilerinin 0.91 eV, 1.06 eV ve 1.33 eV olduğu hesaplandı. Işımaya eğrisinin şekline dayanan yöntem (pik şekli) ve ilk artış yöntemleriyle elde edilen sonuçların birbiri ile uyumlu olduğu görülmüştür.

Kullandığımız yöntemlerden, farklı malzemelerin hazırlanmasında ve termolüminesans özelliklerle birlikte dozimetrik uygulamalarda kullanılabilirliğinin araştırılmasında yararlanılabilir.

KAYNAKLAR

- [1]. Kundakçı, M., In_2S_3 , CdS ve $\text{In}_{1-x}\text{Cd}_x\text{S}$ Yarıiletken İnce Filmlerinin Sırlar Metodu İle Büyütülmesi ve Karakterizasyonu, Doktora Tezi, Atatürk Üniversitesi, Erzurum, 2007.
- [2]. Bunn, C.W., The lattice –dimensions of zinc oxide, Proc.phys.Soc., London, 47(5), 835-842, 1935.
- [3]. Damen, T.C., Porto, S.P.S., Tell, B., Raman effect in zinc oxide, Phys.Rev., 142, 570-574, 1966.
- [4]. Mollwo, E., Angev, Z., Dispersion, absorption and thermal emission of zinc oxide crystals, Phys., 6, 257, 1954.
- [5]. Kuzucu, A., Eriyik ve Buhar Tekniği ile Büyütülen Yüksek Kalite ZnO Kristallerinin Optiksel Özellikleri, Yüksek Lisans Tezi, Balıkesir Üniversitesi, Balıkesir, 2007.
- [6]. Norton D.P., et al., ZnO: growth, doping and processing, Materials Today, 7, 34-40, 2004.
- [7]. Chopra, K.L., Major, S., Pandya, D.K., Transparent Conductors-A Status Review, Thin Solid Films 102, 1-46, 1983.
- [8]. Dayan, N.J, et al., Formulation and Characterization of ZnO: Sb Thick Film Gas Sensors, Thin Solid Films, 325, 254-258, 1998.
- [9]. Kiriakidis, G., Katsarakis, N., Photon Sensitive High-index Metal Oxides Films, Journal of Physics:Condensed Matter, 16, 3757-3768, 2004.
- [10]. Chen, R., McKeever, S.W.S., Theory of Thermoluminescence and Related Phenomena, World Scientific, Singapore, 1997.
- [11]. McKeever, S.W.S., Moscovitch, M., Townsend, P.D., Thermoluminescence Dosimetry Materials: Properties and Uses, Nuclear Technology Publishing, Ashford, 1995.
- [12]. De Muer, D., Maenhout-Van der Vorst, W., Thermoluminescence of ZnO Powder, Physica, 39(1), 123-132, 1968.
- [13]. Diwan, D., Bhushan, S., Kathuria, S.P., Thermoluminescence of ZnO:Cu, La under UV and γ -ray irradiation, Crystal Research and Technology, 19 (9), 1265-1269, 1984.

- [14]. Bhushan S., Diwan D., Kathuria S. P., Thermoluminescence of ZnO:Pr and ZnO:Gd under UV, β - and γ -ray irradiations, *Physica Status Solidi A* 83 (2), 605-611, 16 June 1984.
- [15]. Coşkun, C., et al., Radiation hardness of ZnO at low temperatures, *Semicond. Sci. Technol.* 19, 752–754, 2004.
- [16]. McKeever, S.W.S., *Thermoluminescence of Solids*, Cambridge University Press, London, 1985.
- [17]. Kurt, K., Nadir Toprak Elementi Katkılı Zirkon Kristallerinin Lüminesans Özelliklerinin Çalışılması, Doktora Tezi, Çukurova Üniversitesi, Adana, 2003.
- [18]. Milman, I. I., Kortov, V.S., Nikiforov, S.V., An Interactive Process in the Mechanism of the Thermally Stimulated Luminescence of Anion-Defective α -Al₂O₃ Crystals, *Radiation Measurements* 29, 3(4), 401–410, 1998.
- [19]. Kulkarni, M. S., et al., An Alternative Method of Preparation of Dosimetric Grade α -Al₂O₃:C by Vacuum-Assisted Post-Growth Thermal Impurification Technique, *Radiation Measurements*, 39, 277–282, 2005.
- [20]. Uzun, E., Yıldız Yarar, Y., Modelling Of Thermoluminescence Trap Energy Levels Of Seydişehir Alumuna, *Sigma* 29, 25-34, 2011.
- [21]. Chen, R., ve Lockwood, D. J., Developments in Luminescence and Display Materials Over the Last 100 Years as Reflected in Electrochemical Society Publications, *Journal of The Electrochemical Society*, 149 (9), 69–78, 2002.
- [22]. Türkler, L., Farklı Termolüminesans Malzemelerin Kinetik Parametrelerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Celal Bayar Üniversitesi, Manisa, 2010.
- [23]. Dikici, M., Katihal Fiziğine Giriş, Ondokuz Mayıs Üniversitesi Yayınları, Samsun, 1993.
- [24]. Öznülür, T., Yeni Bir Elektrokimyasal Kodepozisyon Yöntemi ile Au(111) Elektrodu Üzerinde PbS, PbSe ve PbTe ince Filmlerinin Sentezi ve Karakterizasyonu, Doktora Tezi, Atatürk Üniversitesi, Erzurum, 2007.
- [25]. Caferov, T., Yarıiletken Fiziği -1, Yıldız Teknik Üniversitesi Basımı, İstanbul, 1998.
- [26]. Demirci, B., İndiyum Katkılı ZnO İnce Filmlerinin Bazı Fiziksel Özellikleri, Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi, Eskişehir, 2006.
- [27]. Rosenberg, H.M., *The Solid State*, Oxford University Press, 316 p, New York, USA, 2000.

- [28]. Gür, E., Çinko Oksit Yarıiletkeninin Yapısal, Optik ve Elektriksel Karakterizasyon Teknikleriyle İncelenmesi, Doktora Tezi, Atatürk Üniversitesi, Erzurum, 2007.
- [29]. Türemiş, M., İyon Aşılınmış ZnO Kristalinin Termoluminesans Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Celal Bayar Üniversitesi, Manisa, 2011.
- [30]. Beiser, A., Modern Fiziğin Kavramları, McGraw-Hill, Inc., pp. 334-336, 1995.
- [31]. Çetin, A. Farklı Metalik iyonlarla Bombalanan ZnO Örneklerinin Fiziksel ve Yapısal Özelliklerinin Nükleer, Lüminesans ve Diğer Teknikler Kullanılarak İncelenmesi, Doktora Tezi, Ege Üniversitesi, İzmir, 2007.
- [32]. Katı, M.İ., Kalsit Mineralinin Termoluminesans Özelliklerinin İncelenmesi, Lisans Tezi, Celal Bayar Üniversitesi, Manisa, 2009.
- [33]. Vij, D.R., Luminescence of Solids, Plenum Press, New York, 1998.
- [34]. Cruz-Vázquez, C., et al., Thermoluminescence properties of new ZnO nanophosphors exposed to beta irradiation, Optical Materials, 27, 1235–1239, 2005.
- [35]. Garlick, G.F.J., and Gibson, A.F., The electron trap mechanisms of luminescence in sulphide and silicate phosphors, Proceedings of the Physical Society, 60, 574-590, 1948.
- [36]. 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(999), 365- 389, 1945a.
- [37]. Randall, J. T., Wilkins, M. H. F, Phosphorescence and Electron Traps. II. The Interpretation of long-period Phosphorescence, Proceedings of the Royal Society of London, Series A, Mathematical and Physical Sciences, 184, 390-407, 1945b
- [38]. Curie, D., Luminescence in Crystals, Methuen, London, 1960.
- [39]. Burgh, W. M., Thermoluminescence, Low Radiation Dosage and Black – Body Radiation, Physics in Medicine and Biology, 12(4), 523-530, 1967.
- [40]. Levy, P.W., Thermoluminescence kinetics in materials exposed to the low doses applicable to dating and dosimetry, Nuclear Tracks Radiation Measurements, 10, 547-556, 1985.
- [41]. Levy, P.W., in the Encyclopedia of physics, R.G.,Lerner and G.L.Trigg, editors, 2nd. Edition, VCH Publishers Inc., New York, 1991, 1264.
- [42]. May, C.E., Partridge, J.A, Thermoluminescent Kinetics of Alpha-Irradiated

- Alkali Halides, Journal of Chemical Physics, 40(5), 1401-1409, 1964.
- [43]. Uzun, E., Seydişehir Alüminasının Termoluminesans Özelliklerinin Karakterizasyonu ve Dozcevap Özelliklerinin Araştırılması, Doktora Tezi, Yıldız Teknik Üniversitesi, İstanbul, 2008.
- [44]. Pagonis, V., Kitis, G., Furetta, C., Numerical and Practical Exercises in Thermoluminescence, Springer, New York, 2006.
- [45]. Grossweiner, L.I., A note on the analysis of first-order glow curves, Journal of Applied Physics, 24, 1306-1307, 1953.
- [46]. Chen, R., On the Calculation of Activation Energies and Frequency Factors from Glow Curves, Journal of Applied Physics, 40(2), 570-585, 1969.
- [47]. Lushihik, L.I., The investigation of trapping centers in crystals by the method of thermal bleaching, Soviet Phys. JEPT 3, 390-399, 1956.
- [48]. Urbach, F., Zur Luminescenz der Alkali Halogenide, Wiener Berichte Iia, 139, 363-372, 1930.
- [49]. Hook, J. R., Hall, H. E., Katıhal Fiziği (Çeviri: Köksal F.), Literatür Yayıncılık, 1999.
- [50]. Fang, G., Li, D., Yao, B-L., Vacuum Surface Engineering, Surface Instrumentation&Vacuum Technology, 68, 363-372, 2003.
- [51]. Patil, L.A., et al., Effect of aerosol carriers on ultrasonically prepared nanocrystalline ZnO powders, Advanced Powder Technology, 22(6), 722-727, 2011.
- [52]. Azam, A., et al., Formation and characterization of ZnO nanopowder synthesized by sol-gel method, Journal of Alloy and Compounds, 496, 399-402, 2010.
- [53]. Lee, Y. C., et al., Structural and optical properties of ZnO nanopowder prepared by microwave-assisted synthesis, Journal of Luminescence, 130, 1756-1759, 2010.
- [54]. Karakız, M., Farklı Çözeltiler Kullanılarak Üretilen ZnO İnce Filmlerin Yapısal ve Optik Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Kırıkkale Üniversitesi, Kırıkkale, 2008.
- [55]. Kınıkoğlu N., Malzeme Bilimi ve Mühendisliği, Litaretür yayıncılık, 2001
- [56]. <http://kubtal.kku.edu.tr/>, Ekim 2012.

- [57]. Lin, B., Jia, Y., Fu, Z., Green Luminescent Center in Undoped Zinc Oxide Films Deposited on Silicon Substrated, *Applied Physics Letter*, 79, 943-945, 2001.
- [58]. Carlsson, J.M., A First-Principles Study of Interface Systems: Electronics Properties of Metal Quantum Wells and Varistor Materials, PhD.Thesis, Göteborg Universty, Gothenburg, 2002.
- [59]. Akkoyunlu, O., Çinko oksit Yarıiletken Bileşiğın Elektriksel ve Optik Özellikleri, Yüksek Lisans Tezi, Anadolu Üniversitesi, Eskişehir, 2000.
- [60]. De Muer D, Development of a Universal Method for Calculating The Thermoluminescence Parameters, *Physica*, 48(1), 1-12, 1970.
- [61]. Seitz, M. A., Pinter, W. F., Hirthe, W. M., Thermoluminescence of ZnO, *Materials Research Bulletin*, 6, 275-282, 1971.
- [62]. Mollwo, E., Zwingel, D., ESR and luminescence of trapped hole centers in ZnO and SnO₂, *Journal of Luminescence*, 12–13, 441-445, 1976.
- [63]. Diwan, D., et al., Thermoluminescence of ZnO:Cu, La under UV and γ -ray irradiation, *Crystal Research Technology*, 19 (9), 1265-1269, 1984.
- [64]. Secu, C.E., S., Mariana, Photoluminescence and thermoluminescence of ZnO nano-needle arrays and films, *Optical Materials* 31, 876–880, 2009.
- [65]. Srivastava, A.K., et al., Induced Thermoluminescence of X-ray irradiated Nanostructured Zinc Oxide, *Optical Materials* 32, 410–413, 2009.
- [66]. Sahu D., et al., Probing the surface states in nano ZnO powder synthesized by sonication method: Photo and Thermo-luminescence Studies, *Journal of Luminescence*, 130, 1371–1378, 2010.
- [67]. Mazhdi M., Hossein Khani, P., Chitsazan Moghadam, M., Effect of Mn low concentration on the optical properties of ZnO nanocrystals, *International Journal of Nano Dimension*, 2(2), 117-123, 2011.
- [68]. Reddy, J.A., et al., EPR, Thermo and Photoluminescence Properties of ZnO Nanopowders, *Spectrochimica Acta Part A*, 81, 59–63, 2011.
- [69]. Cruz-Vázquez, C., et al., Thermoluminescence properties of new ZnO nanophosphors exposed to beta irradiation, *Optical Materials*, 27, 1235-1239, 2005.
- [70]. Klein, L. C., *Sol-Gel Technology for Thin Films, Fibers, Preforms, Electronics and Specialty Shapes*, Noyes Publications, 1988.

- [71]. Bilgen, Y., Sol-gel Yöntemiyle Üretilen Nanokristal ZnO:Ga İnce Filmlerinin Optik ve Mikroyapısal Özelliklerinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Gebze Yüksek Teknoloji Enstitüsü, Kocaeli, 2008.
- [72]. Smart, L. E., Moore, E. A., Solid state chemistry: an introduction, 3rd edition, Taylor & Francis CRC Press., 2005.
- [73]. <http://www.risoe.dtu.dk>, Ekim 2012.
- [74]. Wahab, R., et al., The role of pH variation on the growth of zinc oxide nanostructures, Applied Surface Science, 255, 4891-4896, 2009.
- [75]. Zimmerman, D W, Thermoluminescent Dating Using Fine Grains From Pottery, Archaeometry,13, 29-52, 1971.
- [76]. Mondal, S., Kanta, K. P., Mitra, P., Preparation of Al-doped ZnO (AZO) Thin Film by SILAR, Journal of Physical Sciences, 12, 221-229, 2008.
- [77]. Petersen, J., et al., Optical properties of ZnO thin films prepared by sol-gel process, Microelectronics Journal, 40, 239-241, 2009.
- [78]. Maensiri, S., Laokul, P., Promarak, V., Synthesis and optical properties of nanocrystalline ZnO powders by a simple method using zinc acetate dihydrate and poly(vinyl pyrrolidone), Journal of Crystal Growth, 289, 102-106, 2006.
- [79]. Catti, M., Noel, Y., Dovesi, R., Full piezoelectric tensors of wurtzite and zinc blende ZnO and ZnS by first-principles calculations, Journal of Physics and Chemistry of Solids, 64, 2183-2190, 2003.
- [80]. Zhang, R., et al., Photoluminescence and Raman scattering of ZnO nanorods, Solid State Science, 11, 865-869, 2009.
- [81]. Guentert, O.J., Mozzi, R. L., The monoclinic modification of gadolinium sesquioxide Gd₂O₃, Acta Crystallographica,11(10), 746, 1958.
- [82]. Bogatov, Y.E., et al., Interaction of Rare-Earth Oxides with Titanium(III) Oxide, Russ. Journal Inorganic Chemistry, 39, 211-216, 1994.

ÖZGEÇMİŞ

Melek GÜNER 1981 yılında Batman'da doğdu. İlk, orta ve lise öğrenimini Batman'da tamamladı. 2004 yılında Harran Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü'nü kazandı. 2010 yılında Nevşehir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalında yüksek lisansa başladı.

Mail: mgunermelek@gmail.com

