

**KATKISIZ Ve La İle KATKILANMIŞ ÇİNKO BORATLARIN
TERMOLÜMİNESANS (TL) ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ ve
DOZİMETRİK UYGULAMALARDA KULLANILABİLİRLİĞİNİN
ARAŞTIRILMASI**

Merve ÇAKIR



T.C.
ULUDAĞ ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**KATKISIZ Ve La İle KATKILANMIŞ ÇİNKO BORATLARIN
TERMOLÜMİNESANS (TL) ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ ve
DOZİMETRİK UYGULAMALARDA KULLANILABİLİRLİĞİNİN
ARAŞTIRILMASI**

Merve ÇAKIR

Yrd. Doç. Dr. Nil KÜÇÜK
(Danışman)

YÜKSEK LİSANS TEZİ
FİZİK ANABİLİM DALI

BURSA-2012

Her Hakkı Saklıdır

TEZ ONAYI

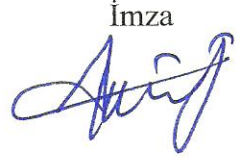
Merve ÇAKIR tarafından hazırlanan “Katkısız Ve La İle Katkılanmış Çinko Boratların Termolüminesans (TL) Özelliklerinin İncelenmesi ve Dozimetrik Uygulamalarda Kullanılabilirliğinin Araştırılması”adlı tez çalışması aşağıdaki jüri tarafından oy birliği/oy çokluğu ile Uludağ Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Fizik Anabilim Dalı’nda **YÜKSEK LİSANS TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Nil KÜÇÜK

Başkan: Yrd. Doç. Dr. Nil KÜÇÜK
Uludağ Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi,
Fizik Anabilim Dalı

İmza


Üye: Doç. Dr. Ahmet PEKSÖZ
Uludağ Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi,
Fizik Anabilim Dalı

İmza


Üye: Yrd. Doç. Dr. M. Suat AKSOY
Uludağ Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi,
Kimya Anabilim Dalı

İmza


Yukarıdaki sonucu onaylarım


Prof. Dr. Kadri ARSLAN

Enstitü Müdürü

12/10/2012


U.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada;

- tez içindeki bütün bilgi ve belgeleri akademik kurallar çerçevesinde elde ettiğimi,
 - görsel, işitsel ve yazılı tüm bilgi ve sonuçları bilimsel ahlak kurallarına uygun olarak sunduğumu,
 - başkalarının eserlerinden yararlanılması durumunda ilgili eserlere bilimsel normlara uygun olarak atıfta bulunduğumu,
 - atıfta bulunduğum eserlerin tümünü kaynak olarak gösterdiğimi,
 - kullanılan verilerde herhangi bir tahrifat yapmadığımı,
 - ve bu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya başka bir üniversitede başka bir tez çalışması olarak sunmadığımı
- beyan ederim.**

12/10/2012

İmza

Merve Çakır



ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

KATKISIZ Ve La İle KATKILANMIŞ ÇİNKO BORATLARIN TERMOLÜMINESANS (TL) ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ ve DOZİMETRİK UYGULAMALARDA KULLANILABİLİRLİĞİNİN ARAŞTIRILMASI

Merve ÇAKIR

Uludağ Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Fizik Anabilim Dalı

Danışman: Yrd. Doç. Dr. Nil KÜÇÜK

Son yıllarda Termolüminesans dozimetreler (TLD) uygun malzemelerin bulunması ile radyasyonla çalışılan hemen hemen tüm sektörlerde (ağırlıklı olarak da tıp alanında) yaygın olarak kullanılmaya başlanmıştır. Dozimetre malzemesi olarak özellikle bor tabanlı fosforlar, doku eşdeğeri olmaları nedeniyle ($Z_{etkin} = 7,4$) personel ve medikal dozimetri alanında büyük önem taşırlar.

Bu çalışmada, katkısız ve % 1, % 2, % 3, % 4, % 5 ve % 10 oranlarında Lantan katkılanmış çinko borat bileşiklerinin (ZnB_2O_4) termolüminesans (TL) tekniğiyle radyasyon dozuna bağımlılığı incelenmiştir. Toz örnekler nitrik asit yöntemiyle sentezlenmiş ve sentezleme işleminin tam olarak gerçekleşip gerçekleşmediğini görebilmek için XRD analizi yapılmıştır. Sentezlenen çinko borat örneklerinin TL özellikleri, Risø TL/OSL DA-20 okuyucu sisteminde bulunan 40 mCi'lik aktiviteye sahip $^{90}Sr/^{90}Y$ beta kaynağıyla, 143 mGy - 60 Gy arasında yapılan ışınlanmalar ile belirlenmiştir. Tüm örneklerin ölçümünde, 140 °C ve 2 °C/s ısıtma hızında ön-ısıtma işlemi, 450 °C ve 5 °C/s ısıtma hızında okuma işlemi kullanılmıştır. Işıma eğrileri, düşük ve yüksek radyasyon dozları için ayrı ayrı çizilmiştir. La katkılı örneklerin ışına eğrilerinde, dozimetrik piklerin yaklaşık 200 °C'lerde olduğu görülmüştür. Farklı beta dozlarında ışınlanan toz örneklerin artan doz-cevap eğrilerinin lineer olduğu gözlenmiştir. Örneklerin artan radyasyon dozları için doz cevapları, minimum ölçülebilir doz değerleri (Minimum Detectable Dose, MDD) belirlenmiştir. Örneklerin lüminesans şiddetlerinin düşük radyasyon dozlarında kullanılabilme olasılığının olduğu gösterilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Çinko borat, TLD, Nitrik asit yöntemi.

2012, viii + 73 sayfa

ABSTRACT

MSc Thesis

INVESTIGATION THERMOLUMINESCENCE (TL) PROPERTIES and USAGE OF DOSIMETRIC APPLICATIONS OF UNDOPED and La DOPED ZINC BORATES

Merve ÇAKIR

Uludag University
Graduate School of Natural and Applied Science
Department of Physics

Supervisor: Asst. Prof. Dr. Nil KÜÇÜK

In recent years, the presence of suitable materials, thermoluminescence dosimeters (TLD) has been used widespread in almost all radiation-studied sectors (mainly the medical field). As dosimeter materials especially boron-based phosphorus, due to tissue equivalent ($Z_{\text{eff}} = 7,4$), have taken a greater importance in personal and medical dosimeter .

In this study, undoped and % 1, % 2, % 3, % 4, % 5, % 10 rates of lanthanum doped zinc borate compounds (ZnB_2O_4) TL technique were investigated in the dependence of the dose of radiation. Powder samples were synthesized by the method of nitric acid and XRD analysis was conducted to see if the synthesis process occurred. TL properties the ZnB_2O_4 , Risø TL / OSL DA-20 reader system with the 40 mCi $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ beta source activity, irradiation doses between (143 mGy - 60 Gy) were determined. TL properties of the ZnB_2O_4 samples were determined on Risø TL / OSL DA-20 reader system with the 40 mCi $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ beta source activity, by irradiation doses between (143 mGy - 60 Gy). At measurements of all samples, were pre-heated at 140 °C for the heating rate of 2 °C/s and the reading process at 450 °C for the heating rate of 5 °C/s was used. Glow curves are plotted separately for low and high radiation doses (143 mGy - 60 Gy). For the glow curves of La doped samples, it was observed to have a dosimetric peak on approximately 200 °C. Increased dose-response curves of powder samples which irradiated on different beta doses observed as linear. Dose responses for increasing radiation doses of samples, the minimum measurable dose values (Minimum Detectable Dose, MDD) were determined. Luminescence intensities of the samples demonstrated that there is the possibility of using a low radiation dose.

Keywords: Zinc borate, TLD, Nitric acid method.

2012, viii + 73 pages

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans eğitimim süresince araştırmalarımın her aşamasında bilgi, öneri ve fikirleriyle beni geliştiren ve ufkumu açan değerli danışman hocam, Sayın Yrd. Doç. Dr. Nil KÜÇÜK'e sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Bu çalışma, Uludağ Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonu tarafından desteklenmiştir. Proje No: UAP(F)-2010/28.

Katkılarından dolayı Sayın Doç. Dr. İlker KÜÇÜK'e teşekkürlerimi sunarım.

TL ölçümleri için, Ankara Üniversitesi Nükleer Bilimler Enstitüsüne başta Prof. Dr. H. Yeter GÖKSU ve Uzman Şule KAYA KELEŞ'e çok teşekkürler.

XRD analizleri için ODTÜ Merkez Laboratuvarına teşekkürler.

Manevi desteklerinden dolayı bölümdeki hocalarıma ve arkadaşlarıma, Sayın Ruşen MUTLU'ya, maddi ve manevi destekleriyle her zaman yanımda olan aileme teşekkürler.

Merve Çakır

12 / 10 / 2012

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ÖZET	i
ABSTRACT	ii
TEŞEKKÜR	iii
SİMGE ve KISALTMALAR DİZİNİ	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ	x
1. GİRİŞ	1
2. KURAMSAL TEMELLER.....	5
2.1. Lüminesans	5
2.2. Termolüminesans	7
2.2.1. İlk basamak: ışınlama	8
2.2.2. İkinci basamak: ısıtma	8
2.2.3. Birinci, ikinci ve genel mertebeden TL kinetiği	9
2.3. Termolüminesans Dozimetre (TLD).....	10
2.3.1. Işıma eğrisi.....	11
2.3.2. Doz-cevap eğrisi	12
2.3.3. İyi bir TL dozimetresinin (TLD) özellikleri	13
2.4. Termolüminesans İle İlgili Önceki Çalışmalar	15
3. MATERYAL ve YÖNTEM	17
3.1. Örnek Hazırlamada Kullanılan Materyaller	17
3.1.1. Yüksek sıcaklık fırını	17
3.1.2. Hassas terazi	17
3.1.3. Manyetik karıştırıcı	18
3.1.4. Ağat havan	19
3.1.5. Hidrolik press.....	19
3.1.6. Elekler.....	20
3.2. Termolüminesans (TL) Ölçüm Sistemi	20
3.2.1. TL okuyucusu	20
3.2.2. Risø TL/OSL lüminesans okuyucu: model TL/OSL-DA-20.....	21
3.2.3. Fotoçoğaltıcı tüp (PMT).....	23
3.2.3. Beta (β) Radyasyonu	24
3.2.4. Isısal uyarılma sistemi	25
3.3. Örnek Hazırlanması ve Deneysel Aşamalar	26
3.3.1. Örneklerin hazırlanma aşamaları	26
3.3.2. Deneysel aşamalar	30
4. BULGULAR	33
4.1. X-Işını Kırınım (XRD) Analiz Sonuçları	33
4.2. TL Işıma Eğrileri.....	34
4.2.1. Düşük beta dozunda (143 mGy-15 Gy) TL ışıma eğrileri	36
4.2.2. Yüksek beta dozunda (60 Gy) TL ışıma eğrileri	41
4.3. Radyasyon Doz-Cevap Eğrileri	55
4.4. Farklı Katkılama Oranlarının TL Şiddetine Etkisi.....	67
4.5. Farklı Katkılama Oranlarının Artan Radyasyon Dozuna Etkisi	68
5. TARTIŞMA ve SONUÇ	69
KAYNAKLAR.....	71

ÖZGEÇMİŞ.....	73
---------------	----

SİMGELER ve KISALTMALAR DİZİNİ

Simgeler	Açıklama
$Sr_2Mg(BO_3)_2:Dy$	Disprosyum katkılı stronsiyum magnezyum borat
$Bi_2ZnB_2O_7:Sm$	Samaryum katkılı bizmut çinko borat
$LiSr_4(BO_3)_3:Ce$	Seryum katkılı lityum stronsiyum borat
$Zn(BO_2)_2:Tb$	Terbiyum katkılı çinko borat
$Zn(BO_2)_2:Dy$	Disprosyum katkılı çinko borat
$Zn(BO_2)_2:Eu$	Öropyum katkılı çinko borat
LiF	Lityum florür
BeO	Berilyum oksit
CsSb	Sezyum antimon
La_2O_3	Lantan oksit
Na	Sodyum
Tm	Tulyum
Sr	Stronsiyum
PMT	Photon Multiple Tube (Foton çoğaltıcı tüp)
eV	Elektron Volt
MeV	Mega elektron Volt
Gy	Gray
mGy	mili Gray
mCi	mili Cruie
GBq	Giga Becquerel
β	Beta
K	Kelvin
T_m	Tepe sıcaklığı
Å	Angstrom
Z_{etkin}	Etkin atom numarası
UV	Morötesi
IR	Kızılötesi
k.b.	keyfi birim
a.u.	Arbitrary Units (keyfi birim)
RE	Rare Earth (Nadir toprak elementi)
MPa	Mega Pascal
μm	Mikrometre
kW	Kilo Watt
rpm	Dakikadaki dönüş sayısı
pH	Bir çözeltinin asitlik veya bazlık derecesi
θ	Teta açısı
nm	Nanometre
mA	miliamper

Kısaltmalar**Açıklama**

TLD	Termolüminesans Dozimetre
XRD	X-Işını Kırınımı
TL	Termolüminesans
OSL	Optik uyarmalı lüminesans
MDD	Minimum ölçülebilir doz
LED	L ight E mitting D iode (Işık Yayan Diyot)

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 2.1.	Floresans olayı.....	6
Şekil 2.2.	Fosforesans olayı.....	6
Şekil 2.3.	Bir kristalde radyasyona maruz kalma sonucu elektron tuzaklanması ...	8
Şekil 2.4.	Bir kristalin lüminesans mekanizması.....	9
Şekil 2.5.	Dozimetre türleri.....	11
Şekil 2.6.	Bir TL fosforunun örnek doz-cevap eğrisi.....	12
Şekil 3.1.	Yüksek sıcaklık fırını.....	17
Şekil 3.2.	Hassas terazi.....	18
Şekil 3.3.	Manyetik karıştırıcı.....	18
Şekil 3.4.	Agat havan.....	19
Şekil 3.5.	Hidrolik pres.....	19
Şekil 3.6.	Elekler.....	20
Şekil 3.7.	Risø TL/OSL okuyucunun şematik gösterimi.....	21
Şekil 3.8.	Risø TL/OSL ölçüm sistemi.....	22
Şekil 3.9.	Risø TL/OSL okuyucunun şematik şablonu.....	23
Şekil 3.10.	TL okuyucu sisteminde bulunan filtreler.....	24
Şekil 3.11.	⁹⁰ Sr / ⁹⁰ Y beta ışınlayıcının şematik diyagramı.....	25
Şekil 3.12.	a) Isıtıcının ölçüm pozisyonundaki resmi, b) Örnek karuselinde yerleştirildiği ile aynı ısıtıcının resmi.....	26
Şekil 3.13.	Örneklerin hazırlanma aşamaları.....	28
Şekil 3.14.	Ölçüm işlemine hazırlama aşamaları.....	31
Şekil 4.1.	Katkısız ve %1, %5 ve % 10 La katkılı çinko borat örneklerinin XRD analiz sonuçları (700 °C).....	33
Şekil 4.2.	Katkısız ve(%1 - %10) La katkılı çinko borat örneklerinin XRD analiz sonuçları (800 °C).....	34
Şekil 4.3.	Katkısız ve(%1 - %10) La katkılı çinko borat örneklerinin XRD analiz sonuçları (900 °C).....	35
Şekil 4.4.	% 1 La katkılı örneğin düşük doz aralığındaki TL ışımaya eğrisi (900 °C).....	36
Şekil 4.5.	% 2 La katkılı örneğin düşük doz aralığındaki TL ışımaya eğrisi (800 °C).....	37
Şekil 4.6.	% 2 La katkılı örneğin düşük doz aralığındaki TL ışımaya eğrisi (900 °C).....	37
Şekil 4.7.	% 3 La katkılı örneğin düşük doz aralığındaki TL ışımaya eğrisi (900 °C).....	38
Şekil 4.8.	% 4 La katkılı örneğin düşük doz aralığındaki TL ışımaya eğrisi (800 °C).....	38
Şekil 4.9.	% 4 La katkılı örneğin düşük doz aralığındaki TL ışımaya eğrisi (900 °C).....	39
Şekil 4.10.	% 4 La katkılı örneğin düşük doz aralığındaki TL ışımaya eğrisi (950 °C).....	39
Şekil 4.11.	% 5 La katkılı örneğin düşük doz aralığındaki TL ışımaya eğrisi (900 °C).....	40
Şekil 4.12.	% 10 La katkılı örneğin düşük doz aralığındaki TL ışımaya eğrisi (900 °C).....	40
Şekil 4.13.	Katkısız çinko borat örneğinin TL ışımaya eğrisi.....	42
Şekil 4.14.	Katkısız çinko borat örneğinin TL ışımaya eğrisi (700 °C).....	43
Şekil 4.15.	Katkısız çinko borat örneğinin TL ışımaya eğrisi (800 °C).....	43
Şekil 4.16.	Katkısız çinko borat örneğinin TL ışımaya eğrisi (900 °C).....	44
Şekil 4.17.	% 1 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışımaya eğrisi.....	44
Şekil 4.18.	% 1 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışımaya eğrisi (700 °C).....	45
Şekil 4.19.	% 1 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışımaya eğrisi (800 °C).....	45
Şekil 4.20.	% 1 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışımaya eğrisi (900 °C).....	46

Şekil 4.21. % 2 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışımaya eğrisi	46
Şekil 4.22. % 2 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışımaya eğrisi (800 °C).....	47
Şekil 4.23. % 2 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışımaya eğrisi (900 °C).....	47
Şekil 4.24. % 3 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışımaya eğrisi	48
Şekil 4.25. % 3 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışımaya eğrisi (800 °C).....	48
Şekil 4.26. % 3 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışımaya eğrisi (900 °C).....	49
Şekil 4.27. % 4 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışımaya eğrisi	49
Şekil 4.28. % 4 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışımaya eğrisi (800 °C).....	50
Şekil 4.29. % 4 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışımaya eğrisi (900 °C).....	50
Şekil 4.30. % 4 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışımaya eğrisi (950 °C).....	51
Şekil 4.31. % 5 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışımaya eğrisi (700 °C).....	51
Şekil 4.32.% 5 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışımaya eğrisi (800 °C).....	52
Şekil 4.33. % 5 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışımaya eğrisi (900 °C).....	52
Şekil 4.34. % 5 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışımaya eğrisi (950 °C).....	53
Şekil 4.35. % 10 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışımaya eğrisi (700 °C).....	53
Şekil 4.36. % 10 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışımaya eğrisi (800 °C).....	54
Şekil 4.37. % 10 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışımaya eğrisi (900 °C).....	54
Şekil 4.38. Katkısız çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri.....	55
Şekil 4.39.Katkısız çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri (700 °C).....	55
Şekil 4.40. Katkısız çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri (800 °C).....	54
Şekil 4.41. Katkısız çinko borat örneğinin doz-cevap eğrisi (900 °C)	55
Şekil 4.42. % 1 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri.....	57
Şekil 4.43. % 1 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri (700 °C).....	57
Şekil 4.44. % 1 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri (800 °C).....	58
Şekil 4.45. % 1 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri (900 °C).....	58
Şekil 4.46. % 2 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri.....	59
Şekil 4.47. % 2 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri (800 °C).....	59
Şekil 4.48. % 2 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri (900 °C).....	60
Şekil 4.49. % 3 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri.....	60
Şekil 4.50. % 3 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri (800 °C).....	61
Şekil 4.51. % 3 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri (900 °C).....	61
Şekil 4.52.% 4 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri.....	62
Şekil 4.53. % 4 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrisi (800 °C).	62
Şekil 4.54. % 4 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrisi (900 °C).	63
Şekil 4.55. % 4 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrisi (950 °C).	63
Şekil 4.56. % 5 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri (700 °C).....	64
Şekil 4.57. % 5 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri (800 °C).....	64
Şekil 4.58. % 5 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri (900 °C).....	65
Şekil 4.59. % 5 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrisi (950 °C)..	65
Şekil 4.60. % 10 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri (700 °C).....	66
Şekil 4.61. % 10 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri (800 °C).....	66
Şekil 4.62. % 10 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri (900 °C).....	67
Şekil 4.63. Katkı miktarlarıyla (% 1-% 10)TL şiddeti arasındaki ilişki	67
Şekil 4.64. Katkı miktarlarıyla (% 1-% 10) artan doz oranları arasındaki ilişki	68

ÇİZELGELER DİZİNİ

	Sayfa
Çizelge 3.1. Örneklerin hazırlanma sıralaması	26
Çizelge 3.2. Sentezlenen tüm örneklerin hazırlama aşamaları	29
Çizelge 3.3. Örnek listesi ve laboratuvar kodları	30
Çizelge 3.4. TL ölçümü sırasında uygulanan deneysel analiz işlemleri.....	32

1. GİRİŞ

Termolüminesans (TL) ya da termal olarak uyarılmış lüminesans önceden radyasyonla uyarılan katı örnekten (yalıtkan ya da yarıiletken) yayımlanan ışık yayılımıdır. Bu durum, ısıtıldığında ışıldayan bir maddenin kendiliğinden yayımlanan ışıkla karıştırılmamalıdır. Isıtıldığında uyarma yoluyla ışık yayan numunenin basitçe soğutulmasıyla ve tekrar ısıtılmasıyla yeniden ışımaya yapamaması, TL'nin önemli bir özelliğidir.

Dünden bugüne araştırmacılar termolüminesans konusunda detaylı incelemeler yapmışlardır. TL'nin nasıl ortaya çıktığına göz atılırsa; Ortaçağ simyagerlerinin minerallerin ısıtıldığı zaman karanlıkta hafif ışıldadığının farkına varmasıyla ilk keşifler ortaya çıkmıştır. Bununla birlikte TL incelemesinde, ilk bilimsel kayıt 1663 yılında Robert Boyle tarafından sunulmuştur (Boyle 1663). Boyle, karanlık bir odada elinde ısıttığı elmasın parladığını keşfetmiştir. Bu olaya takiben Elsholz (1676), benzer etkiyi florit mineralinde gözlemlemiştir. Du Fay (1728)'in doğal kuvars üzerindeki TL deneyleri, ısıtılan malzemenin tekrar ışık yayabileceği yönündeydi (Mc Keever 1983). 1904 yılında Marie Curie tarafından radyasyon uyarmalı TL çalışmalarına başlanmıştır. 1940-1950 yılları arasında Randall ve Wilkins ile Garlick ve Gibson'ın çalışmalarıyla termolüminesans uygulamalarında artış gözlemlenmiştir. Daniels ve arkadaşlarına göre (1950) radyasyon dozimetresinin tanımı, "TL materyalinin radyasyon soğurulması sonucu oluşan ışımaya şiddetini ölçer" şeklindedir.

Radyasyon ve radyasyonla ilgili uygulamaların, başta sağlık sektörü olmak üzere, günlük hayatımızdaki yeri gün geçtikçe artmakta ve buna bağlı olarak radyasyonla çalışan kişilerin maruz kaldığı radyasyon dozunun, doğrudan ya da dolaylı olarak ölçülmesi önemli bir yere sahiptir. Bu nedenle, maruz kalınan radyasyon dozunun yüksek doğrulukla ölçülmesi için geliştirilen Termolüminesans Dozimetrelerin (TLD) kullanımı ve test edilmesi önemlidir. TLD, ilk defa 1953 yılında atomik silahların test aşamasında radyasyon ölçümü için kullanılmıştır. Devamında yapılan çalışmalar, yeni TLD malzemelerinin keşfine yol açmıştır. Özellikle bor tabanlı fosforlar, doku eşdeğeri olmaları nedeniyle ($Z_{etkin} = 7,4$) personel ve medikal dozimetri alanında büyük önem taşırlar (Furetta ve ark. 2001).

Dünya bor rezervlerinin önemli bir bölümünün Türkiye’de yer almasından dolayı, ileri teknoloji malzemelerinin hammaddesi olan bor bileşikleri üzerinde daha fazla çalışma yapılmasını gerektirmektedir. Bor bileşiklerine yeni kullanım alanları ya da mevcut kullanım alanlarına yeni bor bileşikleri geliştirerek, bor bileşiklerinin kullanımının yaygın hale getirilmesi ve bor bileşikleri için araştırmalar yapılması gerekliliği kaçınılmaz olmuştur.

Bor, periyodik tabloda IIIA grubunda yer alan, B simgesi ile gösterilen, atom numarası 5, atom ağırlığı 10,811 olan, iki kararlı izotop; ^{10}B (% 19,8) ve ^{11}B (% 80,2)’den oluşan, metalle ametal arası yarıiletken özelliğe sahip bir elementtir. Tabiatta hiçbir zaman serbest halde bulunmaz. Doğada yaklaşık 230 çeşit bor minerali olduğu bilinmektedir. Atomik çapı 1,17 Å, yoğunluğu 2,34 gr/cm³, ergime noktası 2300 °C ve kaynama noktası 4002 °C olan bor minerali genellikle başka elementlerle bileşikler halinde bulunur. Oksijenle bağ yapmaya yatkın olması sebebiyle pek çok değişik bor-oksijen bileşimi bulunmaktadır. Bor-oksijen bileşimlerinin genel adı **borattır**.

Bor’un çeşitli metal veya ametal elementlerle yaptığı bileşiklerin gösterdiği farklı özellikler, bor bileşiklerinin birçok endüstride kullanılmasına olanak sağlamaktadır. Bor, bileşiklerinde metal dışı bileşikler gibi davranır, ancak farklı olarak saf bor, karbon gibi elektrik iletkenidir. Kristalize bor, görünüm ve optik özellikleri açısından elmasa benzer ve neredeyse elmas kadar serttir. Borun saf elementi ilk kez 1808 yılında J. L. Gay-Lussac ve Baron L. J. Thenard ile H. Davy tarafından elde edilmiştir.

Bor mineralleri ve bileşikleri çok çeşitli endüstri dallarında çok farklı malzeme ve ürünlerin üretiminde kullanılmaktadır. Başlıca kullanım alanları, cam endüstrisi, yangına dirençli malzemeler, sabun ve deterjanlar, kâğıt hamuru, gübre ve tarımsal ilaçlar, metalürji, manyetik malzemeler ve nükleer uygulamalardır. Nükleer alandaki uygulamalarından örnek verecek olunursa, atom reaktörlerinde borlu çelikler, bor karbürler ve titan bor alaşımlarıdır. Yaklaşık her bir bor atomunun bir nötron soğurmasından dolayı paslanmaz borlu çelik, nötron soğurucu olarak tercih edilmektedir. Bu nedenle, atom reaktörlerinin kontrol sistemleri, soğutma havuzları ve reaktörün alarm ile kapatılmasında bor kullanılmaktadır (Altun 2005).

Çinko borat, son yıllarda alev geciktirici olarak kullanılan bir bor bileşiğidir. Teorik birleşimi, % 42,05 bor oksit (B_2O_3), % 37,45 çinko oksit (ZnO) ve % 14,50 kristal su (H_2O) biçimindedir. Çinko borat, beyaz renkli ve nem çekmeyen, toz bir üründür. 550°C civarında ergime noktasına sahip, 8-20 µm parçacık boyutlu ve 7,6 pH'lı malzemelerdir. Çinko boratların çok geniş kullanım alanları vardır. Kullanılan yüzeyde daha ileri yanmayı engelleyici yüzey tabakası oluşturarak malzemenin yanarak kömürleşmesini yavaşlatma özelliği nedeniyle alev geciktirici, duman bastırıcı, korozyon geciktirici olarak polimerlerde ve kaplamalarda kullanılır.

Çinko borat bileşiğine katkı maddesi olarak nadir toprak elementlerinden Lantan (La) seçilmiştir. Çünkü nadir toprak elementlerinin bir malzemenin lüminesans özelliklerini geliştirdiği bilinmektedir. Lantan, periyodik sistemin III'ncü yan grubunda yer alır, atom numarası 57 ve +3 değerlidir. Elektron değişimi 5 ve 6'ncı yörüngelerde olmayıp sadece 4'üncü yörüngeye elektron katılması ile oluştuğundan kimyasal karakter bakımından lantanitler birbirine çok benzerler (Baykut 1993).

Bu çalışmada, katkısız ve La katkılı çinko boratların TL özellikleri ve radyasyon dozimetresinde kullanılabilirliği incelenmektedir. Boratların TL özellikleri üzerinde, 1960 yıllarından itibaren çalışmalar devam etmekte olup, özellikle son yıllarda uygun malzemelerin bulunması ile TL dozimetreler radyasyonla çalışılan hemen hemen tüm sektörlerde (ağırlıklı olarak da tıp alanında) yaygın olarak kullanılmaya başlanmıştır.

Katkısız ve % 1, % 2, % 3, % 4, % 5 ve % 10 oranlarında La katkılanmış çinko borat toz örnekleri (ZnB_2O_4), nispeten kolay ve ucuz olan nitrik asit yöntemiyle sentezlendi. Bu yöntemde başlangıç oksitleri çinko oksit (ZnO, 1 M), borik asit (H_3BO_3 , 1 M) ve katkılanacak elementin oksidi (La_2O_3) belli bir sıcaklıkta nitrik asit buharlaşmaya kadar karıştırıldı. İstenilen katkılanmış ZnB_2O_4 'ın oluşması için elde edilen toz örnek farklı sıcaklıklarda tavlansak en uygun tavlama sıcaklığı belirlendi. Sentezlenen örneklerin TL özellikleri, Risø TL/OSL DA-20 okuyucu sisteminde bulunan 40 mCi'lik aktiviteye sahip $^{90}Sr/^{90}Y$ beta kaynağıyla 143 mGy - 60 Gy arasında yapılan ışınlanmalarla belirlenmiştir. Tüm örneklere, 140 °C ve 2 °C/s ısıtma hızında ön-ısıtma işlemi, 450 °C ve 5 °C/s ısıtma hızında okuma işlemi yapılmıştır. Işıma eğrileri, düşük ve yüksek radyasyon dozları (143 mGy – 60 Gy arasında) için ayrı ayrı çizilmiştir.

La katkılı çinko borat toz örneklerin ışıma eğrilerinde, yaklaşık 200 °C'de (180 °C- 250 °C) dozimetrik pike sahip olduğu görülmüştür. Farklı beta dozlarında ışınlanan toz örneklerin artan doz-cevap eğrilerinin lineer olduğu gözlenmiş ve artan radyasyon dozları için doz cevapları, minimum ölçülebilir doz değerleri (Minimum Detectable Dose, MDD) belirlenmiştir. MDD değerleri % 1, % 2, % 3, % 4, % 5 ve % 10 La katkılı çinko borat toz örneklerde sırasıyla 10 mGy, 50 mGy, 10 mGy, 10 mGy, 30 mGy ve 4 mGy olarak bulunmuştur. Örneklerin lüminesans şiddetlerinin düşük radyasyon dozlarında kullanılabilme olasılığının olduğu gösterilmiştir.

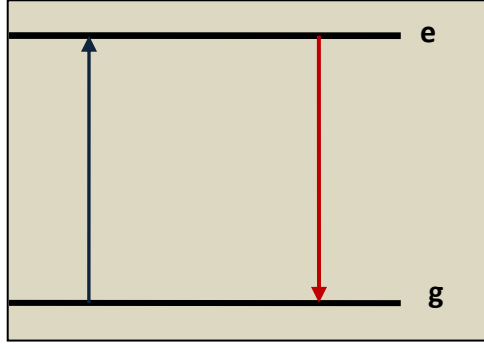
2. KURAMSAL TEMELLER

2.1. Lüminesans

Herhangi bir ışık yayımı, öncelikle atom ya da molekülün düşük enerji seviyesinden yüksek enerji seviyesine uyarılmasına bağlıdır. Bu uyarılma enerjisi akkor teldeki gibi ısısal, ya da flüoresan tüpteki gibi ısısal olmayan bir kaynaktan gelebilir. Bir maddenin enerji soğurmasıyla uyarılan ve kararsız hale geçen atom veya molekülleri, kazandıkları bu enerjiyi vererek temel hale dönmek isterler. Bu enerji seviyesine dönerken de fazla enerjinin bir kısmını ışık (genellikle görünür ışık, fakat UV ve IR'de olabilir) şeklinde dışarıya verirler. Işık açığa çıkarılmasıyla oluşan bu olaya “lüminesans” denir. Yayınlanan ışığın dalga boyu, gelen radyasyonun değil lüminesans maddenin karakteristiğidir.

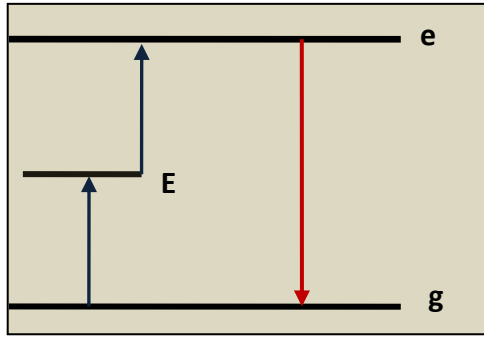
Lüminesans çeşitleri, uyarıcı etkene göre adlandırılırlar. Örneğin, uyarma radyoaktif ışınlarla oluşuyorsa radyolüminesans, katot ışınlarıyla oluşuyorsa katodalüminesans, katıları ısıtarak uyarma yolu ile ortaya çıkan ışık yayılmasıyla oluşuyorsa termolüminesans denir. Eğer lüminesans ışınması, uyarımla başlayıp uyarma zamanı olan 10^{-8} s boyunca devam ederse floresans, uyarma kesildikten sonra (10^{-8} s'den sonra) lüminesans ışınma bir müddet daha devam ederse fosforesans olayı gerçekleşir (Chen ve McKeever 1997). Yukarıda belirtilen son üç lüminesans olayı, ışık yayılımının meydana geldiği zaman ölçeği bakımından birbirinden ayrılır.

Floresans, maddenin radyasyon soğurmasından sonra 10^{-8} saniyeden daha az bir sürede ışığın yayıldığı yerdeki lüminesans olayı olarak tanımlanabilir. Floresans olayı, yalnızca madde üzerindeki uyarılma işlemi devam ettirildiği sürece gerçekleşir. Aksi takdirde floresans olayı durur. Floresans olayının bitme zamanı sıcaklıktan bağımsızdır. Floresansın bitiş zamanı, uyarılmış bir (e) enerji seviyesinden (g) taban enerji durumuna geçiş olasılığı ile belirlenir. Floresans olayı, enerji band modeli ile açıklanabilir ve sıcaklığa bağlı değildir (Fonda 1939). Floresans olayı Şekil 2.1'de gösterilmektedir.



Şekil 2.1. Floresans olayı

Fosforesans olayı, 10^{-8} saniyeden daha uzun bir sürede meydana gelir. Bu olay, uyarıcı kaynak uzaklaştırıldıktan sonra da gözlemlenebilir. Bitiş zamanı sıcaklığa bağlıdır. Fosforesans olayı bir elektron, taban enerji durumundan E elektron tuzağına (yarı kararlı durum) uyarıldığında gözlemlenebilir. Taban enerji durumundan uyarılmış enerji seviyesine doğrudan bir geçiş yoktur. Bir elektron uyarıldığında E'den uyarılmış enerji seviyesine geçerek buradan taban enerji seviyesine dönerken bir foton yayar. Böylece fosforesans olayı gerçekleşmiş olur. Bu yayılım tuzak durumunda hiçbir yük kalmayınca kadar azalan bir yoğunlukla devam edecektir. Fosforesans olayı Şekil 2.2'de gösterilmektedir.



Şekil 2.2. Fosforesans olayı

Kısa bir gecikme zamanı için (10^{-4} 'den daha az bir sürede) floresans ve fosforesans arasındaki farkı ayırt etmek zordur. Eğer sistem daha yüksek bir sıcaklığa yükseltirse E'den uyarılmış seviye'ye geçiş, artan bir oranda meydana gelecektir. Sonuçta fosforesans daha parlak olacaktır ve tuzak durumunun daha hızlı azalmasından dolayı fosforesansın bitiş zamanı daha hızlı olacaktır. Bu nedenle, artık fosforesans termoluminesans olarak adlandırılır (Mc Keever 1983).

2.2. Termolüminesans (TL)

Termolüminesans maddesi, radyasyona (iyonlaştırıcı, görünür ışık, UV vs.) maruz kalma süresince enerjiyi soğurur ve ısıtılana kadar bu enerjiyi depo eder. TL'nin teorik açıklaması elektron band teorisine dayanır ve TL maddeleri kristal yapılı yalıtkanlar ya da yarıiletkenlerdir. En basit modele göre (bir tuzak-bir merkez modeli) ideal bir kristalde elektronlar iletkenlik bandından yasak band aralığıyla ayrılan valans bantlarını işgal ederler. Gerçek bir kristalde çeşitli kusurlar iyonlaştırıcı radyasyonun ya da örgüdeki safsızlıkların sonucu olarak meydana gelir. Her iki durumda da elektronlar "yasak" enerjilere sahip olabilirler. Elektronların valans bandından iletkenlik bandına uyarılması, valans bandında holler kalırken, ışınlama sonucu olarak meydana gelebilir. Bazı holler ve elektronlar ışık yayımıyla tekrar birleşebilir (radyolüminesans).

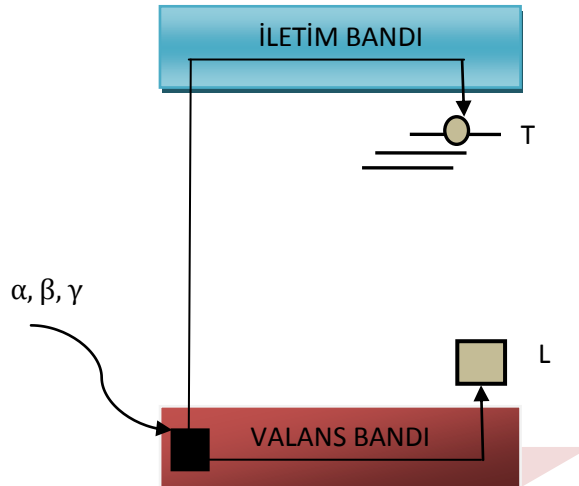
TL metodu, tuzak ve lüminesans merkezi içerdiği için karmaşıktır. Yalıtkan ya da yarıiletken oda sıcaklığında ya da düşük sıcaklıklarda iyonlaştırıcı radyasyona maruz kaldığı zaman, elektron valans bandından iletkenlik bandına geçer. Bu valans bandında bir boşluk bırakır. Her iki çeşit taşıyıcı tekrar yeniden birleşene ya da katı kristaldeki örgü kusurlarında tuzaklanana kadar kendi bantlarında hareketli hale gelir. Bu örgü kusurları TL yönteminde çok kritik bir rol oynar. Tuzaklanmış elektronlar, oda sıcaklığında depolandığı zaman uzun bir süre oldukları gibi kalırlar. Bunlar kristal ısıtıldığı zaman elektrona verilen yeterli enerjiden dolayı serbest kalabilirler. Bu elektronlar hol içeren uygun yeniden birleşme merkezleriyle ışık yayımıyla birlikte tekrar birleşene kadar kristal katıda hareket edebilirler. Işınlamadan sonra kristalden uyarılmayla bu ışık yayımı yöntemi "termal olarak uyarılmış yöntem" ya da kısaca "termolüminesans" adını alır. Bu açıklamada TL'nin üretimi için üç ana madde bulunabilir.

İlk olarak madde yalıtkan ya da yarıiletken olmalıdır. Metaller lüminesans özellik sergilemezler. İkinci olarak madde radyasyona maruz kalma süresince belirli bir süre enerjiyi soğurmalıdır. Üçüncü olarak lüminesans yayımı maddeyi ısıtarak sağlanmalıdır. Ek olarak bu ifadelerden çıkarılamayan, şu an mevcut olan TL'nin bir önemli özelliği daha vardır. Işık yayımını sağlamak için madde ısıtıldığı zaman, örneği basitçe soğuttuğumuzda ve tekrar ısıttığımızda maddede tekrar ışımaya olmaz.

Tekrar lüminesans özellik göstermesi için madde tekrar radyasyona maruz bırakılmalıdır. Böylece sıcaklığı yükseltmek tekrar ışık yayımı üretecektir (Tugay 2008).

2.2.1. İlk basamak: ışınlama

İyonlaştırıcı radyasyona maruz kalan kristalin valans bandındaki elektron uyarılarak iletkenlik bandına geçer. İletkenlik bandında çok kısa bir süre kalıp iki band arasındaki yasak bölgede bulunan tuzaklar tarafından hapsolür. Bu tuzaklarda hapsedilmiş elektronlar eğer kristalin sıcaklığı sabit kalır ya da azalırsa bu tuzaklardan kurtulamaz ve uzun süre burada kalabilir. Radyasyona maruz kalan elektronun tuzaklanması Şekil 2.3'te görülmektedir.

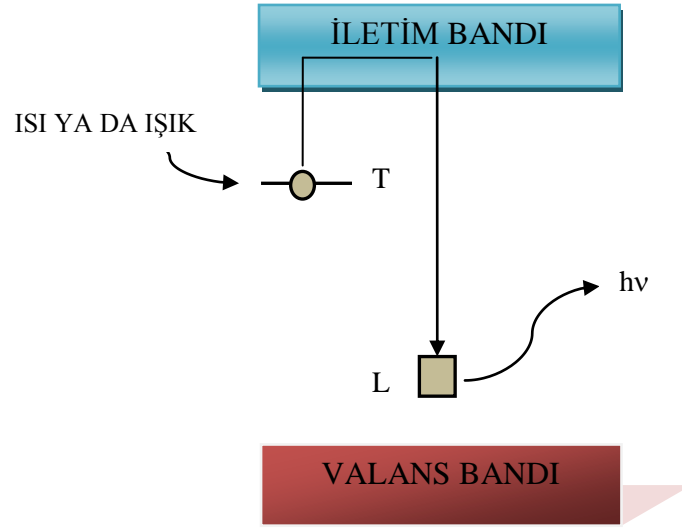


Şekil 2.3.Bir kristalde radyasyona maruz kalma sonucu elektron tuzaklanması

Yasak bölgede bulunan bu tuzaklar ya kristalin kendi yapısından kaynaklanan hatalardır ya da sonradan kristale sokulan safsızlıklardan kaynaklanır. Bu tuzaklarda hapsedilmiş elektronlar, tutulu kaldığı sürece depolanmış olan radyasyonu temsil eder (Keser 2005).

2.2.2. İkinci basamak: ısıtma

Eğer kristal ısıtılırsa, tuzaklarda tutulan elektronlar tuzaklardan kurtularak iletkenlik bandına oradan da valans bandına (ilk konumuna) dönerken ışık yayılımı yaparlar. (Keser, 2005). Bir kristalin lüminesans mekanizması Şekil 2.4'te görülmektedir.



Şekil 2.4. Bir kristalin lüminesans mekanizması

2.2.3. Birinci, ikinci ve genel mertebeden TL kinetiği

Birinci derece kinetik: Randall ve Wilkins'e göre bir kristalde elektronların tuzaklardan kaçma olasılığı matematiksel olasılık teorilerindeki bağıntılarla ifade edilebilmektedir.

Bu varsayımlar,

- Elektronlar serbest kalmasın diye, yeteri kadar düşük bir sıcaklıkta fosforun radyasyona tutulması.
- Sabit bir sıcaklık oranında yükselen ısıtma.
- Tuzaktan kurtulan elektronlar tekrar aynı tuzaklara yakalanmadan yeniden birleşirler.

Randall ve Wilkins, tuzaklardan kurtulan elektronların tekrar tuzaklanmadığı birinci mertebe ışımayı (tek moleküler model) dikkate alan termolüminesans teorisini kurmuşlardır. TL teorisini belirleyen eşitlik, denklem 2.1'de verilmiştir.

$$I(t) = - \frac{dn}{dt} = nse^{-\frac{E}{kT}} \quad (2.1)$$

Burada E,aktivasyon enerjisi veya tuzak derinliği (eV); k, Boltzmann sabiti (eV K⁻¹); T, mutlak sıcaklık (K); s, frekans faktörü (s⁻¹) ve n, belli bir t zamanda tuzaklanan elektronların konsantrasyonu (m⁻³)'dur.

İkinci derece kinetik: Tuzaklardan çıkan elektronların yeniden birleşme olasılığını, tekrar tuzaklanma olasılığına eşit olduğu varsayımından yola çıkan Garlick ve Gibson (1948), Randall ve Wilkins modelinde enerji ve frekans faktörü belirleme yönteminden farklı yöntemler izleyerek hesaplamışlardır. Aşağıda denklem 2.2’de verilen ikinci dereceden kinetik ifadesi, yeniden tuzaklanmanın baskın olduğu bir durumu tanımlamak için kullanılır.

$$I(t) = - \frac{dn}{dt} = \frac{n^2}{N} s e^{-\frac{E}{kT}} \quad (2.2)$$

Burada N, toplam tuzak konsantrasyonudur.

Genel mertebe kinetik: Deneysel yöntemle çalışan ve genel mertebe kinetiği adı verilen TL teorisi, birinci ve ikinci mertebe teorik çalışma eğrilerine deneysel ışım piklerinin uymadığı durumlarda kullanılmak üzere geliştirilmiştir. Genel mertebeden kinetikte, tuzakların enerji seviyelerinin tek olduğu düşüncesi ele alınır (Habiboğlu 2008). Genel mertebe kinetik ifadesi denklem 2.3’te verilmiştir.

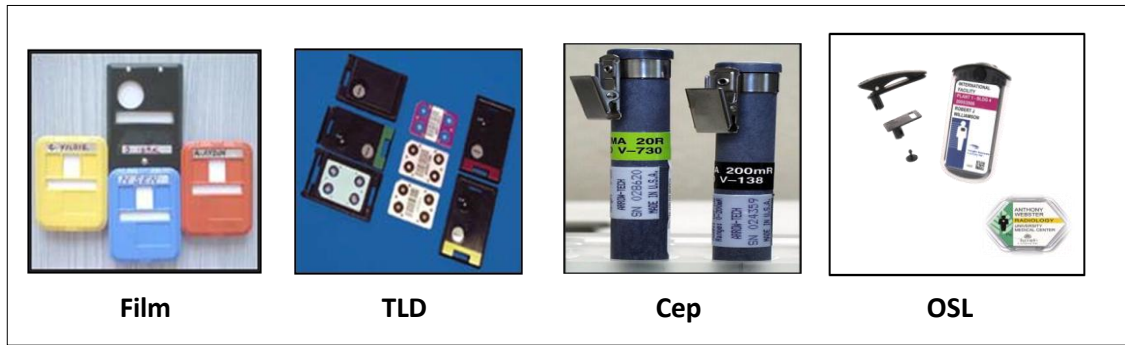
$$I(t) = - \frac{dn}{dt} = n^b s' e^{-\frac{E}{kT}} \quad (2.3)$$

Burada b, kinetik mertebe; s', genel mertebe kinetiği için etkin ön-eksponansiyel faktördür.

2.3. Termoluminesans Dozimetre (TLD)

Çalışırken veya tedavi esnasında radyasyona maruz kalan kişilerin ne kadar radyasyona maruz kaldıklarının belirlenmesinde kullanılan cihazlara dozimetre denir. Dozimetreler, tüm radyasyon uygulama işlemlerinde doz ve doz hızının belirlenmesi amacıyla kullanılmaktadır. Çeşitli radyasyonlardan dokuların soğurduğu enerjiyi ve dozu hesaplamak oldukça güçtür. Ancak maruz kalınan X veya gama dozunun yaklaşık bir değeri ölçülebilmektedir. Genelde bu amaçla radyasyonun iyonlaştırıcı özelliğinden yararlanılarak yapılmış çeşitli dozimetreler kullanılır.

Bu cihazların bir kısmı kişinin aldığı radyasyon dozlarını doğrudan doğruya okumayı mümkün kılarken; diğer bir kısmı doz okumaları ek bir cihaza ihtiyaç gösteren, belirli bir zaman aralığında alınan toplam radyasyon dozunu ölçen cihazlardır. Termoluminesans dozimetreler son zamanlarda gittikçe gelişen önemli dozimetre türlerindedir. TLD'ler, uzun bir doz menziline sahiptir. Doza orantılı cevaplar verirler ve tekrar tekrar kullanılabilirler. Hacimce küçük olmaları nedeniyle kolay değerlendirilebilirler. Sakıncalarından bazıları ise, okuma işlemi detektör üzerindeki doz etkisini sileceğinden her doz bir kez okunur. Bu nedenle, detektörlerin her doz ölçüm periyodu öncesi sıfırlanması gereklidir. Ayrıca sıcaklık, nem ve ışığa duyarlıdır. Diğer dozimetre türleri olarak, film dozimetresi, cep dozimetresi ve OSL (Optik uyarmalı lüminesans) dozimetresi sıralanabilir. Radyasyon dozimetresinde kullanılan başlıca dozimetre çeşitleri Şekil 2.5'te gösterilmektedir.



Şekil 2.5. Dozimetre türleri

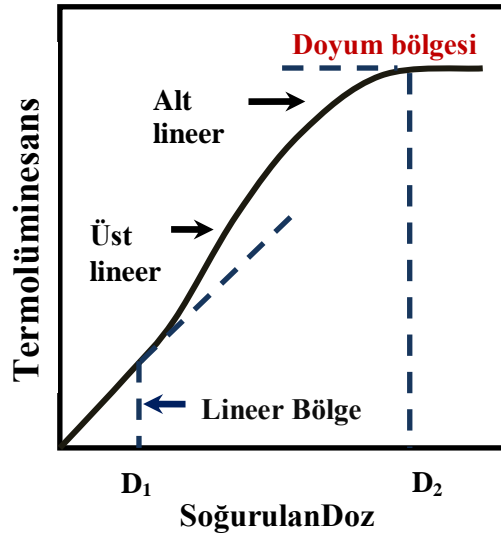
2.3.1. Işıma eğrisi

Katı bir malzeme, genellikle yalıtkan, düşük bir sıcaklıkta iyonize radyasyonla karakteristik olarak uyarılmaktadır. Bu aşamanın sonunda örnek, lineer bir ısıtma hızıyla ısıtılır. Bu süreç “okuma (readout)” aşamasıdır. Bu aşamada sıcaklık, derece derece arttırılmaktadır ve sıcaklığın bir fonksiyonu olarak ışık salınımı, ışığa duyarlı bir fotoçoğaltıcı tüp kullanılarak kaydedilir. Sıcaklığın fonksiyonu olarak salınan bu ışık, “TL ışımaya eğrisini (glow curve)” ortaya çıkarır. Işıma eğrisinin altında kalan alan, tuzaklardan boşalan elektronların sayısı yani başlangıçta uygulanan radyasyon miktarı ile orantılıdır. Işıma eğrisinin şekli, bazıları üst üste binebilen bir veya daha fazla pikten oluşur (Akın 2009).

2.3.2. Doz-cevap eğrisi

Dozimetrik malzemeler genellikle bir ya da birden fazla ışımaya eğrisi verebilmektedir. Işıma eğrilerindeki bu doruk noktaları ana yapıdan ve içine katılan safsızlıklardan kaynaklanmaktadır. Doz cevabı, bir TL fosforun maruz kaldığı radyasyon miktarı (doz) ile TL çıktısı (pik yüksekliği veya ışımaya eğrisi altında kalan alan) arasındaki ilişkidir (Vij 1998). İyi bir TLD'nin, alınan doz ile onu takip eden TL çıktısı arasında lineerlik sergilemesi gerekir.

Dozimetre aynı zamanda ilgilenilen doz aralığında çok duyarlı olmalı ve bu aralık içinde herhangi bir doyum (saturasyon) belirtisi göstermemelidir. Genellikle ışımaya eğrilerinde pek çok pik sergileyen TL malzemeler, dozla lineer altı'lıktan ziyade lineer üstü bir davranış gösterirler, oysa tek pike sahip ışımaya eğrilerinin doz cevabı, doz aralığının ortasına kadar hemen hemen lineer fakat büyük doz aralığında lineer altı olur. Doygunluğa yaklaşan hem lineer üstü hem de lineer altı'lık durum, sırasıyla gereğinden az veya fazla dozun verilmesinden kaynaklanabilir (Akın 2009). Bir TL fosforunun örnek doz-cevap eğrisi Şekil 2.6'te gösterilmektedir.



Şekil 2.6. Bir TL fosforunun örnek doz-cevap eğrisi

Radyasyonun soğurulmasını takip eden TL şiddetindeki artış, pek çok TL fosforu tarafından gösterilmektedir ve lineer üstülük ile yakından ilgilidir.

Duyarlılık ve lineer üstülük gibi problemlerin üstesinden gelmek için, her ısıtılamadan sonra fosforun tavlama (sabit yüksek sıcaklıkta ısıtma işlemi) gerekir. Kusur kararlılığı tavlama olmadan sonra tekrar elde edilir ve böylece malzeme yeniden kullanım için hazır hale gelir. Tavlama olmadan sonra gerçekleştirilen soğutma işlemi (soğutma hızı) önemli bir değişkendir (Akın 2009).

2.3.3. İyi bir TL dozimetresinin (TLD) özellikleri

Bir fosforun iyi bir termoluminesans dozimetresi olarak kullanılabilmesi için aşağıda sıralanan özelliklere sahip olması gerekir (Kaya 2009):

- ❖ Basit ışıma eğrisi: Işıma eğrisi, lüminesans şiddetinin sıcaklığa bağlı olarak değişimini gösteren bir grafikdir. Işıma eğrisinin altında kalan alan, tuzaklardan boşalan elektronların sayısı yani başlangıçta uygulanan radyasyon miktarı ile orantılıdır. Dozimetre olarak kullanılacak bir fosforun tek bir tepeye sahip olması ışıma eğrisinin analizini kolaylaştırdığı gibi, ön ısıtma ve tavlama işlemlerini de sadeleştirdiği için tercih edilir.
- ❖ Basit tavlama (fırlama) ve ön ısıtma işlemi: Fosforun tüm tuzaklarının boşaltılması amacıyla yapılan fırlama (yüksek sıcaklıklara kadar ısıtma) işleminin, özellikle rutin çalışmalarda, fosforun TL özelliğini değiştirmeyecek bir sıcaklıkta ve kısa sürede gerçekleştirilmesi gerekmektedir.
- ❖ Radyasyon verimi: Kullanılan fosforun foton kaynağı ile ısılanması sonucunda elde edilen TL şiddetinin ne kadar yüksek olduğunun bir göstergesidir. Bir fosforun yüksek foton hassasiyetine sahip olması, onun düşük radyasyon dozlarında yüksek TL şiddeti elde etmesi ve böylece daha düşük radyasyon dozlarının ölçülebilmesi anlamını taşır. TL ölçümlerinde kullanılan fosforun hassasiyetinin tavlama ve ön-doğ işlemleri ile artırılabilmesi gözlenmiştir (Horowitz 1984, Göksu ve Hübner 1997).
- ❖ Lineer doz bağımlılığı: Bir fosforun ışıma şiddetinin radyasyon dozuna bağlı olarak değişiminin her bölgede lineer olmadığı bilinmektedir (Aitken 1985).

Bu nedenle çalışmada kullanılacak fosforun radyasyon dozuna bağımlılığı incelenmeli ve bu bağımlılığın lineer olduğu kısımda çalışılmalıdır.

- ❖ Tekrar edilebilirlik: Termoluminesans'ta kullanılan fosforların hassasiyeti, tekrarlanan ısıtma ve radyasyon dozu uygulamalarında değişim, bu nedenle bu uygulamalar karşısında fosfordaki hassasiyet artışı minimum olmalıdır. Bu, aynı zamanda çalışmanın doğruluğunun kontrolünü ve karşılaşılabilecek sorunlarda tekrarını sağlayacaktır.
- ❖ Foton enerji-doz bağımlılığı: Işınlamada kullanılan fotonun enerjisine bağlı olarak belirli bir doz değeri için TL şiddetinde gözlenen farklılık o maddenin enerji bağımlılığı olarak tanımlanır. TLD'lerin en yaygın kullanıldığı medikal fizik uygulamalarında, bir dokuda soğurulan toplam doz değeri söz konusu olduğundan kullanılacak fosforun da etkin atom numarasının (Z_{etkin}) dokuya eşdeğer olması gerekir. LiF veya BeO gibi fosforların etkin atom numaraları dokuya eşdeğer ($Z_{etkin}= 7,4$) oldukları için tercih edilirler (Horowitz 1984, Furetta 2003, McKeever 1995).
- ❖ Gün ışığına karşı duyarsızlık: Bazı maddelerde ışığın, elektronları tuzaklardan boşalttığı veya daha az derin tuzaklara taşıdığı bilinmektedir. Kullanılacak fosforun gün ışığına karşı duyarsız olması ya da bu duyarlılığın dozimetrenin doğru ölçümünü engellemeyecek kadar düşük olması gerekmektedir.
- ❖ TL sönüme uğramadan oda sıcaklığında en az birkaç ay depolanabilmesi: Bir TL fosforunda özellikle sığ tuzaklarda bulunan elektronlar oda sıcaklığında sönüme uğrayabilir. Bu durumda, fosforda depolanan radyasyon dozunda bir azalma meydana gelir. Bu etkinin azaltılması için fosfora kullanımdan önce ön ısıtma işlemi uygulanabilir veya ışımaya eğrilerinin daha kararlı bölgeleri dozimetrik ölçüm için kullanılabilir.
- ❖ Kullanım uygunluğu: TL fosforları, radyasyon dozu ölçülecek olan örnek üzerine kolayca yerleştirilmesi, ısıtıldığında sıcaklığın homojen olarak yayılması veya dozimetrenin alt seviyelerinden çıkan TL ışımalarının foton çoğaltıcı tüpe ulaşması gibi nedenlerle küçük boyutlu yapılardır.

2.4. Termolüminesans İle İlgili Önceki Çalışmalar

Borlu bileşiklerin termolüminesans özelliklerinin incelenmesine, ilk Schulman ve arkadaşlarının çalışmasıyla 1967'de başlanmıştır (Schulman ve ark. 1967). Daha sonra özellikle lityum ve magnezyum borlu bileşikler üzerine ayrıntılı TL incelemeleri günümüze kadar sürmüştür.

Furetta ve arkadaşları (1999), Dy ve Na ile katkılandırılmış magnezyum boratın bazı TL özelliklerini incelemişlerdir. Bu materyal için TL cevabının soğurulan dozla çok iyi bir lineerlik gösterdiğini gözlemişlerdir (Furetta ve ark. 1999). Liu ve arkadaşları (2006), aktivatör olarak Tm^{3+} , Tb^{3+} ve Dy^{3+} ile katkılanmış $Sr_2Mg(BO_3)_2$ fosforlarını yüksek sıcaklıkta katı-hal reaksiyon metoduyla hazırlamışlardır. Fosforların tüm TL eğrilerinin iki ayrı pikten oluştuğu ve Dy^{3+} ile katkılandırılmış örneğin en güçlü TL şiddeti sergilediği vurgulanmıştır. $Sr_2Mg(BO_3)_2$: 0,04 Dy fosforunun TL kinetik parametreleri hesaplanmış ve iyonize radyasyon dozimetre materyali olarak kullanılabilmesi önerilmiştir (Liu ve ark. 2006). Jiang ve arkadaşları (2007), Ce^{3+} katkılı $LiSr_4(BO_3)_3$ 'ün TL ve bazı dozimetrik karakterlerini rapor etmişlerdir. Oda sıcaklığı ile $500^\circ C$ arasında yaklaşık $209^\circ C$ 'de sadece bir pik oluştuğunu ve 1 mGy ile 1 Gy doz aralığında ise TL doz cevabının lineer olduğunu belirtmişlerdir (Jiang ve ark. 2007). Jiang ve arkadaşları (2010), $LiSrBO_3$: RE^{3+} ($RE = Dy, Tb, Tm$ ve Ce) polikristal örneklerini yüksek sıcaklıkta katı-hal reaksiyon metoduyla sentezlemişlerdir. Farklı nadir toprak elementi katkılanmanın $LiSrBO_3$ fosforunun termolüminesansı üzerine etkisini tartışmışlardır. Aynı zamanda $LiSrBO_3$: Tm^{3+} fosforunun bazı dozimetrik özelliklerini ve TL karakterlerini ayrıntılı bir şekilde araştırmışlardır. TL ve dozimetrik özelliklerinden bu fosforun, kişisel dozimetri alanında gamma-ışını TL materyali olarak kullanılabilmesi vurgulanmıştır (Jiang ve ark. 2010).

Literatüre bakıldığında, lityum borat, magnezyum borat ve diğer metal boratlarla ilgili pek çok çalışma bulunmaktadır. Malzemelerin hazırlanmasında genellikle katı-hal reaksiyon metodu kullanılmıştır. Fakat çinko boratların lüminesans özelliklerinin incelenmesiyle ilgili literatürde az çalışma bulunmakta olup nitrik asit yöntemiyle sentezlenmiş örneklerine rastlanamamıştır.

Çinko boratların lüminesans özelliklerinin incelenmesi ile ilgili çalışmalar şunlardır; Qihong ve arkadaşları (2006), % 1, % 3, % 5, % 7 ve % 9 oranlarında Sm^{3+} katkılanmış $\text{Bi}_2\text{ZnB}_2\text{O}_7$ fosforlarını katı-hal reaksiyonu metoduyla sentezlemişlerdir. Lüminesans özellikleri ile sönmüleme konsantrasyonlarını, ısısız sönmülemeyi ve yaşam süresini incelemişlerdir. Li ve arkadaşları (2007), Tb katkılı $\text{Zn}(\text{BO}_2)_2$ toz örneklerini katı-hal reaksiyon metoduyla hazırlamışlardır. Bu fosforların ^{60}Co gamma kaynağıyla ışınlandıktan sonra fotolüminesansı, üç boyutlu TL emisyon spektrumu ve dozimetrik karakteristikleri incelenmiştir. Deneysel sonuçlardan $\text{Zn}(\text{BO}_2)_2:\text{Tb}$ örneğinin klinik dozimetre için gamma-ışını termolüminesans dozimetre (TLD) materyali olarak kullanılabilceğini belirtilmişlerdir. Juan ve arkadaşları (2008), Dy katkılı $\text{Zn}(\text{BO}_2)_2$ fosforların toz örneklerini yüksek sıcaklıkta havada katı-hal reaksiyon metoduyla hazırlamışlar ve lüminesans özellikleri ile dozimetrik karakteristiklerini IR, fotolüminesans ve TL yayılım spektrumları yardımıyla rapor etmişlerdir. Deneysel sonuçlardan $\text{Zn}(\text{BO}_2)_2:\text{Dy}$ fosforunun klinik dozimetri için gamma-ışını TLD materyali olarak kullanılabilceğini belirtmişlerdir. Son olarak da, Zheng ve arkadaşları (2009), Eu^{3+} ile katkılanmış ($\text{Zn}(\text{BO}_2)_2$) nanokristal tozlarını birlikte çöktürme metoduyla hazırlamışlardır. Hazırlanan örneklerin X- ışını lüminesans spektrumlarına bakılmıştır. Sonuçlar incelendiğinde, Eu^{3+} katkısının lüminesans şiddetini önemli ölçüde yükselttiğini belirtmişlerdir.

3. MATERYAL ve YÖNTEM

3.1. Örnek Hazırlamada Kullanılan Materyaller

3.1.1. Yüksek sıcaklık fırını

Katkısız ve La ile katkılanmış çinko boratların sentezlenmesinde kullanılmak üzere ısıtma işlemleri, Protherm marka PLF 14/50/450 model elektrikli fırınla yapılmıştır. Fırın, Kanthal APM ve Kanthal A-1 kalite rezistans teller içermektedir. Isıtma işlemi sırasında sürekli olarak fırının sıcaklığı dijital olarak okunabilmekte ve maksimum 1400 °C sıcaklığa kadar çıkabilmektedir. Sıcaklık hassasiyeti ± 2 °C, gücü 3,85 kW ve tek faza sahiptir. İstenilen maksimum sıcaklık ve ayarlanan sıcaklıktaki bekleme süresi programlanabilmektedir. Isıtma işlemleri için kullanılan yüksek sıcaklık fırını Şekil 3.1'de gösterilmektedir.



Şekil 3.1. Yüksek sıcaklık fırını

3.1.2. Hassas terazi

Toz örneklerin tartım işlemi için AND marka hassas terazi kullanılmıştır. Terazi minimum 10 mg, maksimum 210 mg hassaslığa sahiptir. Tam otomatik kalibrasyonu sayesinde, açıldığında kendisini kalibre edebilmektedir.

Deneysel çalışmada her bir toz örnek karışımı 5 g olacak şekilde tartıldı. Cihazın hassasiyeti ve tekrarlanabilirliği 0,0001 g 'dır. Tartım işlemi için kullanılan hassas terazi Şekil 3.2'de gösterilmektedir.



Şekil 3.2. Hassas terazi

3.1.3. Manyetik karıştırıcı

Hazırlanan çinko borat toz karışımının içine 80 mL nitrik asit çözeltisi eklenerek manüel işletimli Cleaver marka ısıtıcılı manyetik karıştırıcıda kaynatıldı. Karıştırıcı 5-380 °C'ye kadar örneği ısıtabilme ve 60-1500 rpm'ye kadar örneği karıştırma hızına sahiptir. Yüksek ısı rezistansı sayesinde, paslanmaz çelik tabanıyla güçlü asit ve baza karşı kimyasal rezistansı yüksektir. Örneklerin hazırlanmasında kullanılan manyetik karıştırıcı Şekil 3.3'de gösterilmektedir.



Şekil 3.3. Manyetik karıştırıcı

3.1.4. Agat havan

Çinko borat örneklerinin toz hale getirilmesi için agat havan kullanılmıştır. Bu havan çok sert bir malzemedendir yapıldığından (moh skalasına göre 6,5 sertliğinde) örneklerin öğütülmesi aşamasında bulaşmayı minimuma indirmektedir. Aksi halde öğütme işlemi sırasında kullanılan malzemelerin örneğe karışma ihtimali söz konusu olabilmektedir. Örnekleri toz hale getirmek için kullanılan agat havan Şekil 3.4'te gösterilmektedir.



Şekil 3.4. Agat havan

3.1.5. Hidrolik pres

Agat havanda ezilen toz örnekler, Specac marka hidrolik pres (max 15 MPa) ile pellet yapılarak 700 °C, 800 °C, 900 °C'lik tavlama işlemlerine maruz bırakıldı. Örnekleri pellet yapmak için kullanılan hidrolik pres Şekil 3.5'de gösterilmektedir.



Şekil 3.5. Hidrolik pres

3.1.6. Elekler

Sentezlenen katkısız ve farklı oranlarda katkılanmış çinko borat toz örneklerinin TL ölçüm işlemine geçmeden önce farklı tanecik boyutlarına ayrılmasında Retsch marka test elekleri kullanıldı. Eleklerin boyutları 45 µm ile 250 µm arasındadır. Deneysel işlemlerde kullanılan elekler Şekil 3.6'da gösterilmektedir.



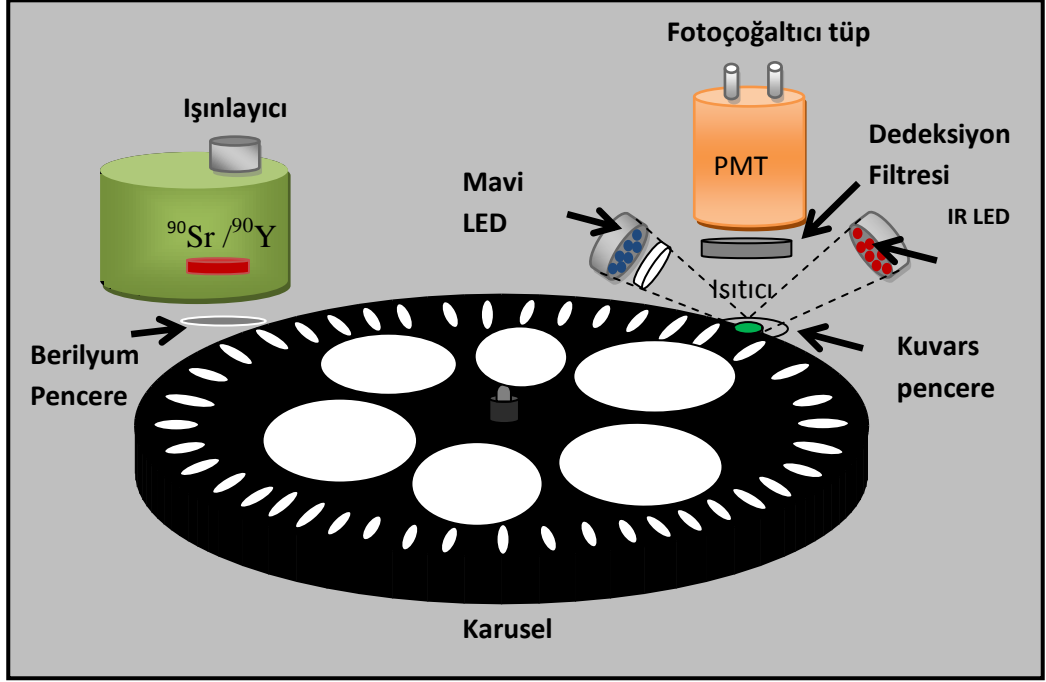
Şekil 3.6. Elekler

3.2. Termoluminesans (TL) Ölçüm Sistemi

3.2.1. TL okuyucusu

TL okuyucularının temelinde, örneğin ısıtıldığı ısıtma süresince meydana gelen ışımının belirlenip toplandığı elektronik olarak ışımaya verilerinin aktarıldığı ve görüntülenerek kaydedildiği kısımlar bulunur. Ölçme sistemi, foton çoğaltıcı tüp (PMT) ile elektronik sayıcıdan oluşur. Okuma sisteminde kristalle PMT'nin fotokatodu oldukça yakın alınmıştır. Aksi takdirde ışık şiddeti uzaklığın karesiyle ters orantılı olarak azaldığından ışık verimi azalır. TL okuyucusunun en önemli kısmı PMT olup ışımının akıma dönüşmesini sağlamaktır (Habiboğlu 2008).

Sentezlenen çinko borat toz örneklerinin ölçümleri, Ankara Üniversitesi, Nükleer Bilimler Enstitüsünde bulunan Risø TL/OSL okuyucu ile gerçekleştirildi. Risø TL/OSL cihazını oluşturan parçalar Şekil 3.7' de şematik olarak gösterilmektedir.



Şekil 3.7. Risø TL/OSL okuyucunun şematik gösterimi

3.2.2. Risø TL/OSL lüminesans okuyucu: model TL/OSL-DA-20

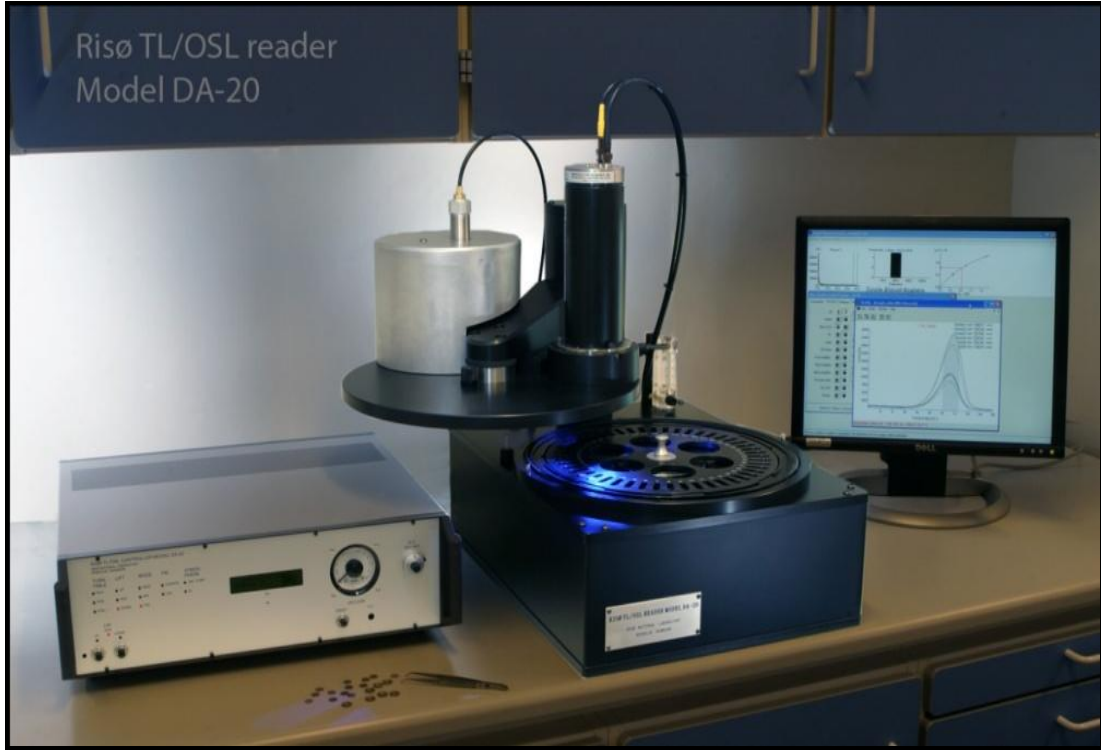
Risø TL/OSL cihazı tamamen bilgisayar kontrollüdür. Bu kontrolün sağlanabilmesi ve elde edilen ölçüm sonuçlarının analiz edilebilmesi için sırasıyla “Sequence” ve “Analyst” adı verilen iki program kullanılmaktadır. Otomatik ölçüm sistemi, 48 örneğin aynı anda oda sıcaklığından 0,1’den 10 K/s’ye kadar ayarlanabilen sabit ısıtma hızlarında 700 °C’ye kadar ısıtabilir. Risø TL/OSL okuyucunun resmi Şekil 3.8’de görülmektedir.

Sistemin ana bileşenleri

- Işık dedeeksiyon sistemi,
- Lüminesans uyarım sistemi (termal ve optik),
- Işınlama kaynağıdır.

Risø TL/OSL otomatik ölçüm sistemi ile hem TL hem de OSL ölçümleri yapılabilmektedir. Işık dedeeksiyon sistemi, PMT ve uygun optik dedeeksiyon filtresinden oluşmaktadır. Lüminesans uyarım sisteminde, optik uyarım ve ısıtma bileşenleri bulunur. Bu iki bileşen birlikte veya ayrı ayrı kullanılabilir. Sistemde birde dâhili $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ beta ışınlama kaynağı bulunmaktadır.

Sistemde bulunan örnek taşıyıcıya 48 tane örnek yerleştirilebilmekte ve örnek yerleştirme konumlarının arası 17 mm'dir. Uygulama programı kullanılarak her örnek için farklı ışınlama, okuma prosedürü kullanılabilir. TL ölçümleri saf azot akımı altında yapıldığı gibi, vakumlu ortamda da alınabilir.

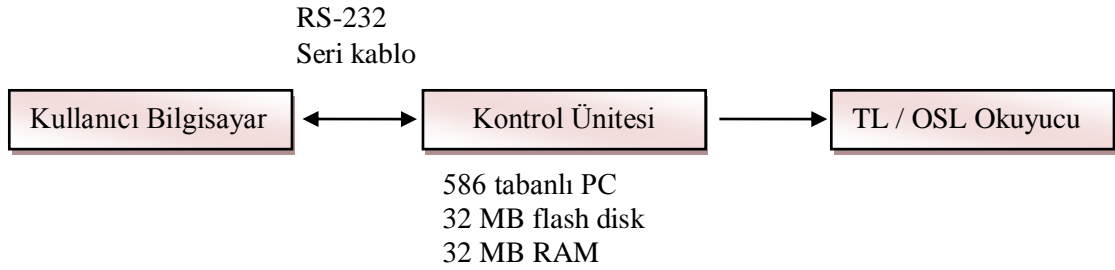


Şekil 3.8.Risø TL/OSL ölçüm sistemi

Risø TL/OSL Sistemi iki üniteden oluşur.

- 1) Okuyucu (Reader) Ünitesi: Örneklerin yerleştirildiği, termal ve optik olarak uyarıldığı, dedekte edildiği ve radyasyon kaynağı ile ışınlandığı ünitedir.
- 2) Kontrol (Controller) Ünitesi: Sistemin elektronik kontrol kısmını oluşturur. Programlar ile okuyucu arasında köprü görevi görür ve örnekler için hazırlanan ölçüm parametrelerinin uygulanmasını sağlar. Yüksek voltajın uygulanması, vakum ortamının sağlanması, örnek taşıyıcısının açılması ve kapanması kontrol ünitesi tarafından yapılmaktadır.

Sistem, standart bir bilgisayara kurulan iki program ile çalışır. İlk program, cihazın basit testlerinin yapılmasını sağlayan “Kontrol (Control) Programı”, diğer program ise ölçüm parametrelerinin her örnek için ayrı ayrı girilebildiği “Sequence Editor” programlarıdır (Şekil 3.9).



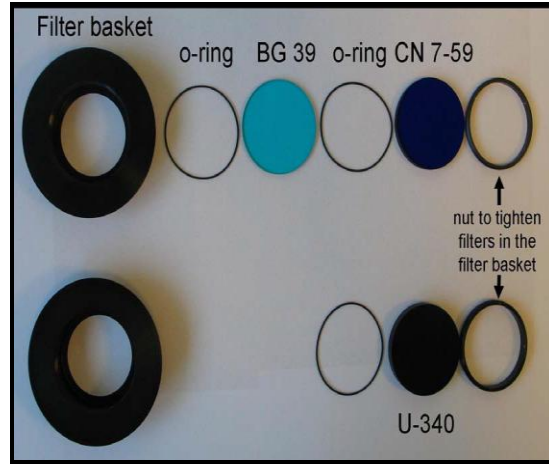
Şekil 3.9. Risø TL/OSL okuyucunun şematik şablonu

3.2.3. Foton çoğaltıcı tüp (PMT)

Lüminesans yayılımı, foton çoğaltıcı tüp(PMT) ile dedekte edilir. PMT'deki ışığa hassas olan kısım katottur. Katot, genellikle foto-yayıcı madde olan CsSb ve diğer bialkali karışımlardan oluşur. Fotokatotta az sayıda (gelen foton sayısından az) yayımlanan elektronlar dinot denilen bir dizi elektrotla çoğaltılır ve odaklanırlar. Dinotlar, bir yüksek voltaj kaynağı tarafından üretilen bir voltaj zinciri ve bir dizi voltaj bölücüleriyle birleştirilmiştir. Katottan salınan elektronlar birinci dinota çekilir ve çoğaltılır. Birbirini takip eden her dinot bir öncekinden daha yüksek potansiyelindedir. Tipik bir tüpte 10 veya 14 tane dinot vardır. Komşu dinotlar arasındaki tipik potansiyel farkı yaklaşık 100 V'dir ve böylece elektronlar dinotlara 100 eV'lik enerji ile çarparlar. Dinotlar ikincil elektron yayımlanmasının yüksek olasılıklı olduğu bir maddeden yapılır; bir elektron salınması için 2-3 eV yeterli olabilir, böylece elektron sayısında 30-50 çarpanı kadar bir kazanç sağlanabilir. Ancak elektronlar, madde içinde rastgele doğrultularda yayımlandıkları için yüzeyde az sayıda elektron yayımlanacaktır. Her dinotdaki artış, voltaj farkına bağlı olduğu için yüksek voltajdaki herhangi bir değişme çıkış pulslarındaki değişimlere neden olacaktır; bu yüzden yüksek voltaj kaynağının kararlı olması gereklidir (Krane 2006).

Risø TL/OSL okuyucu içindeki standart PMT'lerde, bialkali EMI 9235QB tüp kullanılır. Maksimum dedeksiyon verimi 200 nm ile 400 nm arasındadır.

Sistemde, örnek ile katot arasındaki mesafe 55 mm'dir ve dedeksiyon katı açısı yaklaşık 0,4 steradyandır. PMT'nin ışık dedeksiyon sistemi, uygun algılama filtrelerini içerir. Işık dedeksiyon sisteminin ana bileşenleri PMT ve uygun optik filtrelerdir. Bu filtrelerin kullanım amacı, saçılan ışığın PMT'ye ulaşmasını engellemek ve spektral dedeksiyon penceresi oluşturmaktır. Uyarma ışığının şiddeti yayılan ışığın şiddetinden yaklaşık 10^{18} kat daha büyüktür. Bu nedenle yayılan lüminesansın ölçülebilmesi için, uyarımda kullanılan ışığın PMT'ye ulaşımının uygun optik filtrelerle engellenmesi gerekir. Risø TL/OSL okuyucuda, aşağıdaki üç tip filtre bulunmaktadır. Bu filtreler Şekil 3.10'da gösterilmektedir.



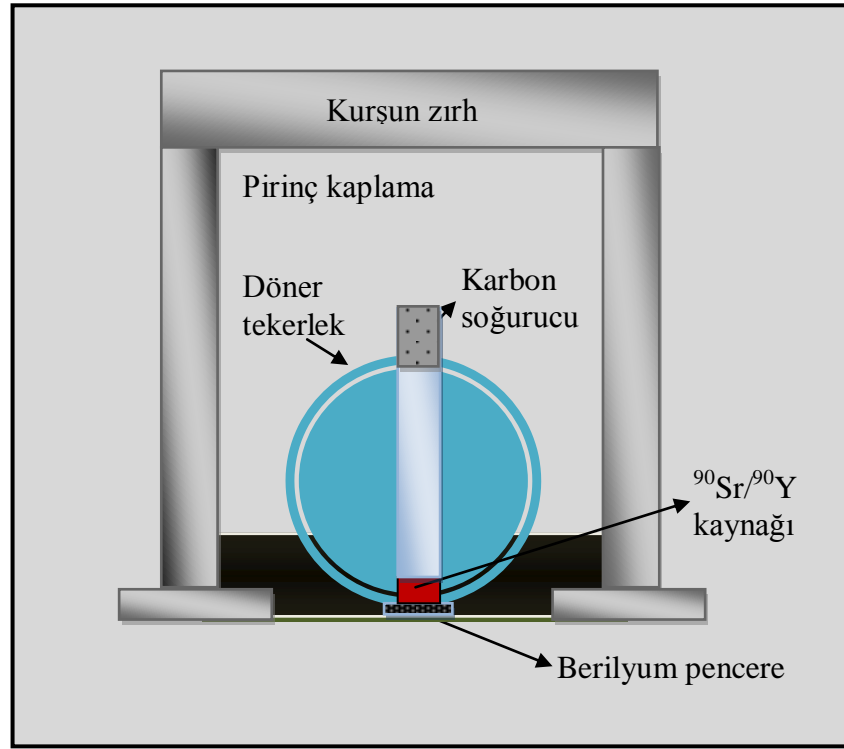
Şekil 3.10. TL okuyucu sisteminde bulunan filtreler

1. Hoya U-340 (7,5 mm kalınlığında, $\varnothing = 45$ mm)
2. Schott BG 39 (2 mm kalınlığında, $\varnothing = 45$ mm)
3. Corning 7-59 (4 mm kalınlığında, $\varnothing = 45$ mm)

3.2.4. Beta (β) radyasyon kaynağı

$^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ beta ışınlayıcı, örnek karuselinin üzerinde yer alır. Işınlayıcı, pirinç malzemeden yapılmıştır ve dış çapı 10 mm'dir. İki tarafından 20 mm'lik ve üzerinden 40 mm'lik kurşun zırhla çevrelenmiştir. Dış çapı 222 mm olan bir alüminyum emniyet başlığı, ışınlayıcıyı ve kurşun zırhı örter. Kaynak şiddeti, genellikle yaklaşık olarak 1,48 GBq'dir. Kaynak maksimum enerjisi 2,27 MeV olan beta parçacıkları yayar. Yarı-ömrü 30 yıl ve aktivitesi ise 1,48 GBq (40 mCi)'dir. Kaynağın altında 7 mm mesafede tutulan bir kuvars örneğinin aldığı doz saniyede 143 mGy'dir.

0,125 mm'lik bir berilyum penceresi ışınlayıcıyla örnek odası arasına yerleştirilmiştir. Bu pencere vakum ara yüzeyi olarak işlev görmektedir. $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ beta kaynağı pnömomatik (hava basıncıyla çalışan) bir kapağa sahip kurşun blok içine yerleştirilmiştir. Kaynak basınçlı havayla kontrol edilen dönen bir paslanmaz çelik tekerin içine yerleştirilmiştir. Bu düzenek aracılığı ile kaynağı kapalı pozisyondan açık pozisyona getirmek 0,11 s sürmektedir (Markey ve ark. 1997). Kaynak kapalı olduğu zaman tekerlek 180 °C döner, böylece kaynak ucu direkt karbon soğurucuya yönelir. Bu sistem ile örnek, en az 1 saniye süresince ışınlanabilmektedir. Beta kaynağının şematik görüntüsü Şekil 3.11'de verilmektedir. 48 örneklilik numune tablasındaki iki komşu örneğin merkezleri arasındaki mesafe 17 mm'dir. Bu yakın konumlanma, bir örneğin ışınlanması sırasında komşu örneklerin de belli bir miktar doz soğurmalarına yol açmaktadır. Bu olay ışınlama çapraz-etkisi olarak adlandırılır ve TL ölçümüne çok az etkisi vardır.



Şekil 3.11. $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ beta ışınlayıcının şematik görüntüsü

3.2.5. Isısal uyarılma sistemi

Isıtıcı ve kaldırma mekanizması PMT altında yer alır. Isıtıcının iki fonksiyonu vardır; birincisi örneği ısıtmak, ikincisi ise örneği ölçüm pozisyonuna getirmektir.

Bu sayede LED'lerden (**L**ight **E**mitting **D**iode kelimelerinin kısaltılmış halidir ve "ışık yayan diyot" anlamına gelir) gelen ışık, örneği aydınlatırken daha az dağılmaya uğramakta ve örnekten çıkan lüminesans ışığı da daha az kayıpla PMT'ye ulaşmaktadır. Isıtıcı azot gazı kullanılarak soğutulur ve aynı zamanda azot akışı ısıtıcıyı yüksek sıcaklıklarda oksitlenmeden de korumaktadır. Çünkü hızlı soğumanın gerçekleşmediği durumda örneklerin TL hassasiyetinde bir azalma meydana gelmektedir.



Şekil 3.12.a) Isıtıcının ölçüm pozisyonundaki resmi, b) Karuselinde yerleştirildiği a) ile aynı ısıtıcının resmi

3.3. Örnek Hazırlanması ve Deneysel Aşamalar

3.3.1. Örnek hazırlama aşamaları

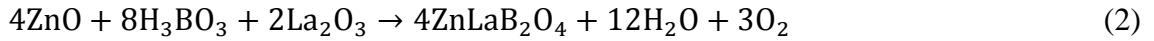
Çinko borat toz örneklerinin sentezlenme işlemi, Uludağ Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, Termoluminesans Araştırma Laboratuvarında (TL-Lab.) hazırlandı. Katkılama işlemi için yüksek değerlikli nadir toprak elementlerinden Lantan seçildi. Çünkü nadir toprak elementlerinin bir malzemenin TL özelliklerini geliştirdiği bilinmektedir. Çizelge 3.1'de, örneklerin hazırlanma işleminde kullanılan aşamalar görülmektedir.

Çizelge 3.1. Örneklerin hazırlanma sıralaması

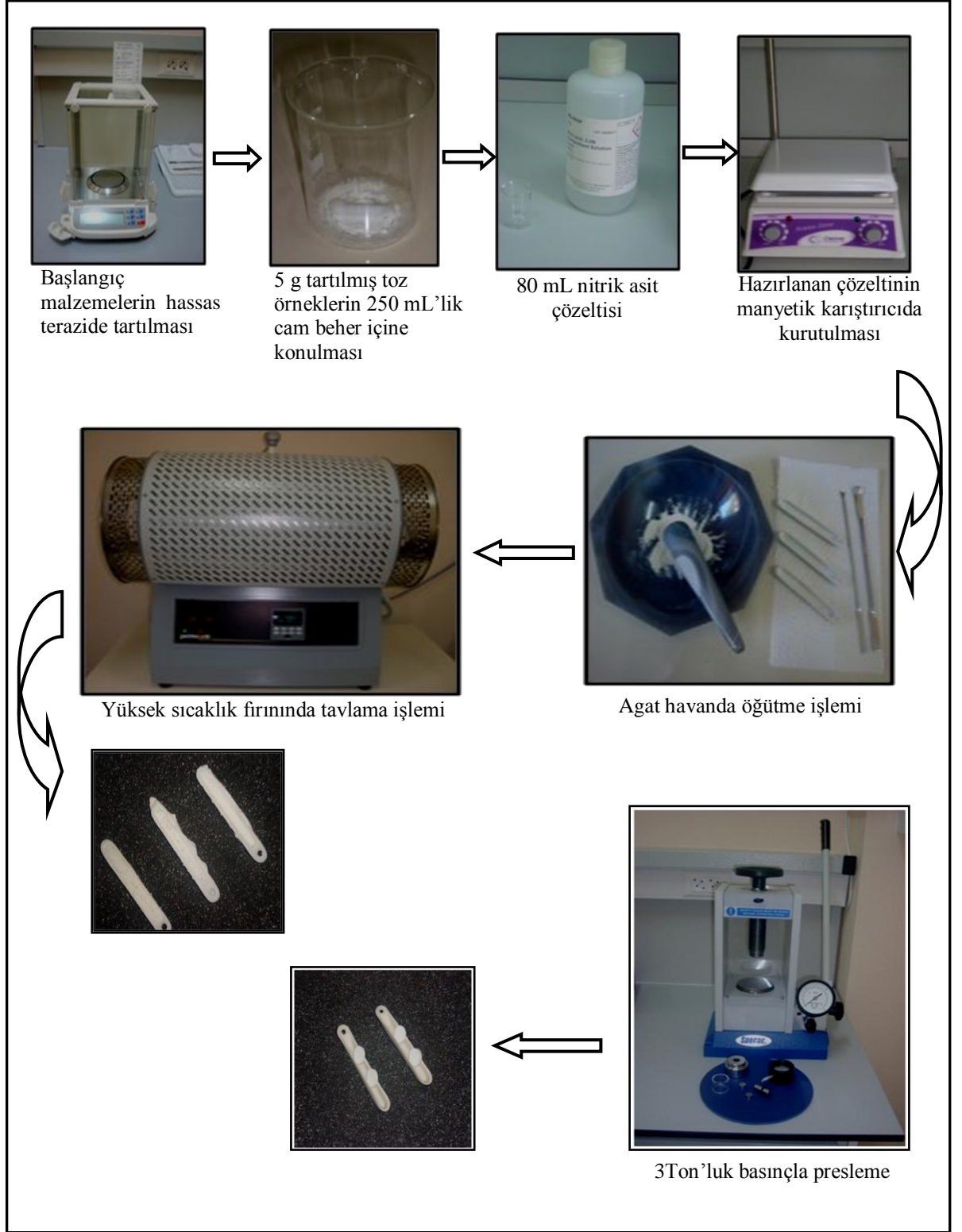
-
- ◆ Çözelti hazırlama (80 mL nitrik asit)
 - ◆ Kurutma (80 °C, ~ 6-7 sa)
 - ◆ Tavlama (450 °C)
 - ◆ Pellet yapma (3 Ton)
 - ◆ Sinterleme (700 °C, 800 °C, 900 °C)
-

Katkısız ve (% 1 - % 10) oranlarında La katkılanmış çinko borat bileşikleri nitrik asit yöntemiyle sentezlendi. Borlu bileşiklerle ilgili önceki araştırmalar incelendiğinde genellikle katı-hal tepkime yöntemiyle sentezlendiği görülmüştür. Yapılan çalışmada kullanılan nitrik asit yöntemi, çinko borat bileşiklerinin oluşturulmasında ilk kez kullanılmıştır.

Katkısız ve La katkılanmış çinko borat toz örneklerinin hazırlanmasında aşağıdaki kimyasal reaksiyonlar sırasıyla kullanılmıştır.



Toz şeklindeki çinko oksit (ZnO) ve borik asit (H₃BO₃), malzemenin 5 g için sırasıyla 1,9846 g ve 3,0154 g ağırlığında stokiometrik oranlarda hassas terazi aracılığıyla tartıldı. Toz karışım 250 mL'lik bir cam beher içerisine koyuldu ve üzerine 80 mL nitrik asit eklendi. Bu çözelti nitrik asit buharlaşmaya kadar 80 °C'ye ayarlanmış manyetik karıştırıcıda ısıtılarak karıştırıldı. Kuru bir ön madde elde edilene kadar karıştırma devam edildi. Elde edilen bu madde, etil alkolle birlikte nispeten ince bir toz elde edinceye kadar yaklaşık 15 dk agat havanda öğütüldü. Bu toz porselen potalara konularak, olası organik bileşenleri arındırmak için 5 saat süreyle yüksek sıcaklık fırınında 450 °C'de tavlandı. Tavlanan toz örnekler tekrar agat havanda ezilip, hidrolik preste 3 Ton'luk basınç altında pellet haline getirildi. Pelletler ayrı ayrı porselen potalara yerleştirilerek, önce 700 °C'de 2 saat sinterlendi ve sonra oda sıcaklığına kadar soğumaya bırakıldı. Soğuyan pelletler fırından çıkarılıp agat havanda tekrar öğütülerek plastik tüplere yerleştirildi. Aynı işlemler diğer potalara koyduğumuz pelletler için sırasıyla 800 °C ve 900 °C'de tekrarlandı. Kullanılan deneysel yöntemin resimlerle anlatımı Şekil 3.13'te verilmektedir. % 1, % 2, % 3, % 4, % 5 ve % 10 La katkılı çinko borat toz örnekleri de benzer şekilde, uygun oranda başlangıç materyali olarak ve karışıma % 1 mol La₂O₃ eklenerek hazırlandı. Laboratuvarında üretilen tüm örneklerin hazırlanma aşamaları Çizelge 3.2'de tablo halinde gösterilmektedir.



Şekil 3.13.Örneklerin hazırlanma aşamaları

Çizelge 3.2.Sentezlenen tüm örneklerin hazırlanma aşamaları

Kod Adı	Katkılanan Bileşik	Tavlama sıcaklığı (°C)	Tavlama süresi (sa)	Pellet basıncı (Ton)	Sinterleme sıcaklığı (°C)	Sinterleme süresi (sa)
ZnB1	ZnB ₂ O ₄	450	5	-	-	-
ZnB2	ZnB ₂ O ₄	450	5	3	700	2
ZnB3	ZnB ₂ O ₄	450	5	3	800	2
ZnB4	ZnB ₂ O ₄	450	5	3	900	2
ZnLa1	ZnLa ₁ B ₁	450	5	-	-	-
ZnLa17	ZnLa ₁₇ B ₁	450	5	3	700	2
ZnLa18	ZnLa ₁₈ B ₁	450	5	3	800	2
ZnLa19	ZnLa ₁₉ B ₁	450	5	3	900	2
ZnLa2	ZnLa ₂ B ₁	450	5	-	-	-
ZnLa28	ZnLa ₂₈ B ₁	450	5	3	800	2
ZnLa29	ZnLa ₂₉ B ₁	450	5	3	900	2
ZnLa3	ZnLa ₃ B ₁	450	5	-	-	-
ZnLa38	ZnLa ₃₈ B ₁	450	5	3	800	2
ZnLa39	ZnLa ₃₉ B ₁	450	5	3	900	2
ZnLa4	ZnLa ₄ B ₁	450	5	-	-	-
ZnLa48	ZnLa ₄₈ B ₁	450	5	3	800	2
ZnLa49	ZnLa ₄₉ B ₁	450	5	3	900	2
ZnLa495	ZnLa ₄₉₅ B ₁	450	5	3	950	2
ZnLa57	ZnLa ₅₇ B ₁	450	5	3	700	2
ZnLa58	ZnLa ₅₈ B ₁	450	5	3	800	2
ZnLa59	ZnLa ₅₉ B ₁	450	5	3	900	2
ZnLa595	ZnLa ₅₉₅ B ₁	450	5	3	950	2
ZnLa107	ZnLa ₁₀ B ₁₇	450	5	3	700	2
ZnLa108	ZnLa ₁₀ B ₁₈	450	5	3	800	2
ZnLa109	ZnLa ₁₀ B ₁₉	450	5	3	900	2

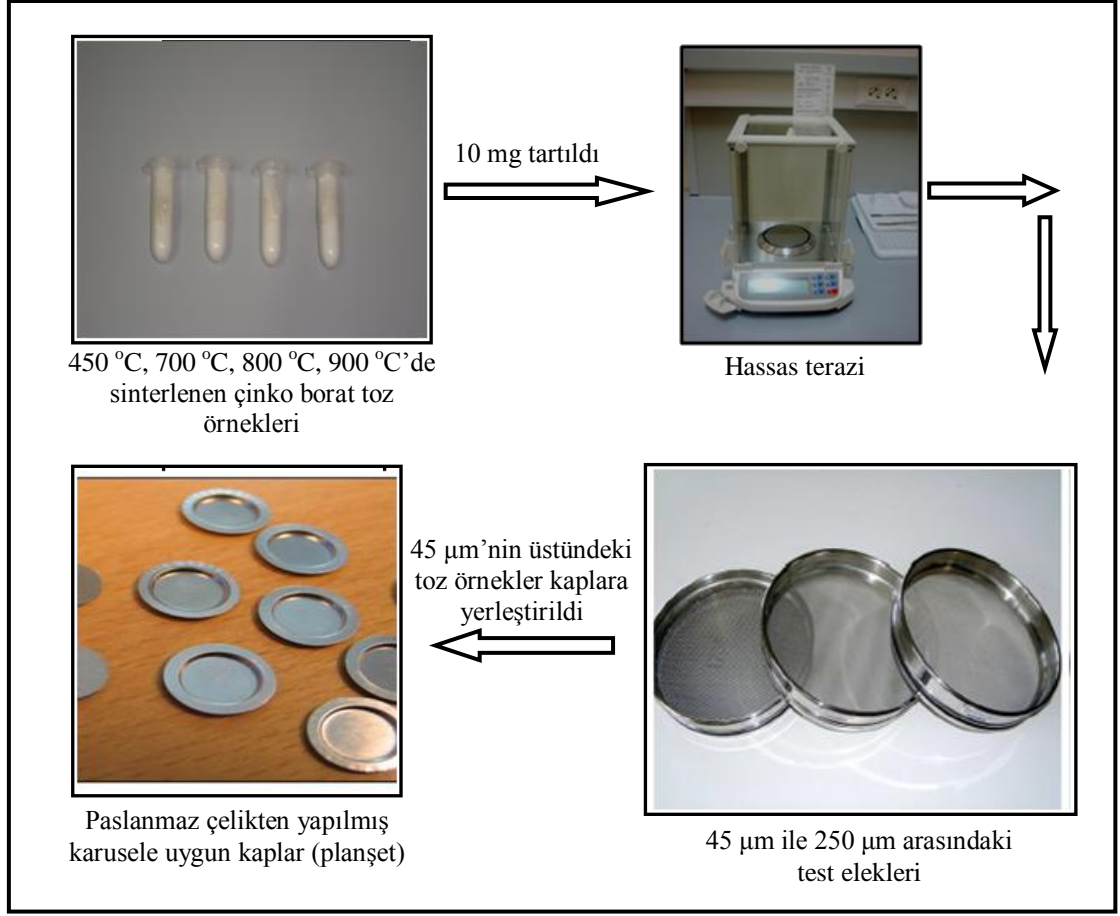
Deneysel aşamaların takibini kolaylaştırmak için her bir örnek, hazırlanma prosedürüne göre kodlandırıldı. Çizelge 3.3'te, hazırlanan 25 örneğin listesi ve laboratuvar kodları verilmektedir.

Çizelge 3.3.Örneklerin listesi ve laboratuvar kodları

Kod Adı	Açıklama
ZnB1	Katkısız çinko borat toz örneği
ZnB2	700 °C’de sinterlenmiş katkısız çinko borat örneği
ZnB3	800 °C’de sinterlenmiş katkısız çinko borat örneği
ZnB4	900 °C’de sinterlenmiş katkısız çinko borat örneği
ZnLa1	% 1 La katkılı çinko borat toz örneği
ZnLa17	700 °C’de sinterlenmiş % 1 La katkılı çinko borat örneği
ZnLa18	800 °C’de sinterlenmiş % 1 La katkılı çinko borat örneği
ZnLa19	900 °C’de sinterlenmiş % 1 La katkılı çinko borat örneği
ZnLa2	% 2 La katkılı çinko borat toz örneği
ZnLa28	800 °C’de sinterlenmiş % 2 La katkılı çinko borat örneği
ZnLa29	900 °C’de sinterlenmiş % 2 La katkılı çinko borat örneği
ZnLa3	% 3 La katkılı çinko borat toz örneği
ZnLa38	800 °C’de sinterlenmiş % 3 La katkılı çinko borat örneği
ZnLa39	900 °C’de sinterlenmiş % 3 La katkılı çinko borat örneği
ZnLa4	% 4 La katkılı çinko borat toz örneği
ZnLa48	800 °C’de sinterlenmiş % 4 La katkılı çinko borat örneği
ZnLa49	900 °C’de sinterlenmiş % 4 La katkılı çinko borat örneği
ZnLa495	950 °C’de sinterlenmiş % 4 La katkılı çinko borat örneği
ZnLa57	700 °C’de sinterlenmiş % 5 La katkılı çinko borat örneği
ZnLa58	800 °C’de sinterlenmiş % 5 La katkılı çinko borat örneği
ZnLa59	900 °C’de sinterlenmiş % 5 La katkılı çinko borat örneği
ZnLa595	950 °C’de sinterlenmiş % 5 La katkılı çinko borat örneği
ZnLa107	700 °C’de sinterlenmiş % 10 La katkılı çinko borat örneği
ZnLa108	800 °C’de sinterlenmiş % 10 La katkılı çinko borat örneği
ZnLa109	900 °C’de sinterlenmiş % 10 La katkılı çinko borat örneği

3.3.2. Deneysel aşamalar

Sentezlenen çinko borat toz örnekler, iri tanecik (coarse grain)yöntemiyle TL ölçümüne hazırlandı. Toz örnekler 10 mg olacak şekilde tartıldı ve 45 µm – 250 µm boyutlarındaki test elekleri yardımıyla elendi. Çalışmada 45 µm’den büyük olan toz örnekler kullanıldı. Elenen toz örnekler, ölçümde kullanılan paslanmaz çelikten yapılmış karusele uygun çelik kapların (plânşet) üzerine yerleştirildi. Kapların üzerindeki toz tanecikleri homojen olarak dağıtıldı. Hazırlanan çelik kapların üzerindeki örnekler ölçüm için 48 örnek alabilen karusele konuldu. Örneklerin TL ölçümüne hazırlama aşamaları Şekil 3.14’te gösterilmiştir.



Şekil 3.14. Ölçüm işlemine hazırlama aşamaları

Ölçüm işleminde kullanılan deneysel parametreler aşağıda liste halinde verilmektedir:

- Beta kaynağı doz hızı: 143 mGy.s^{-1}
- Kullanılan optik filtreler: BG-39, CN 7-59
- Ön-ısıtma sıcaklığı: $140 \text{ }^{\circ}\text{C}$, $2 \text{ }^{\circ}\text{C/s}$
- TL okumaları: $450 \text{ }^{\circ}\text{C}$, $5 \text{ }^{\circ}\text{C/s}$.
- Işınlanan radyasyon doz değerleri: 143 mGy , 715 mGy , $(1,43 \text{ Gy})$, $(14,3 \text{ Gy})$, (15 Gy) , (30 Gy) , (60 Gy) .

TL ölçümü sırasında programın uyguladığı tüm deneysel analiz işlemleri tablo halinde Çizelge 3.4'te verilmektedir.

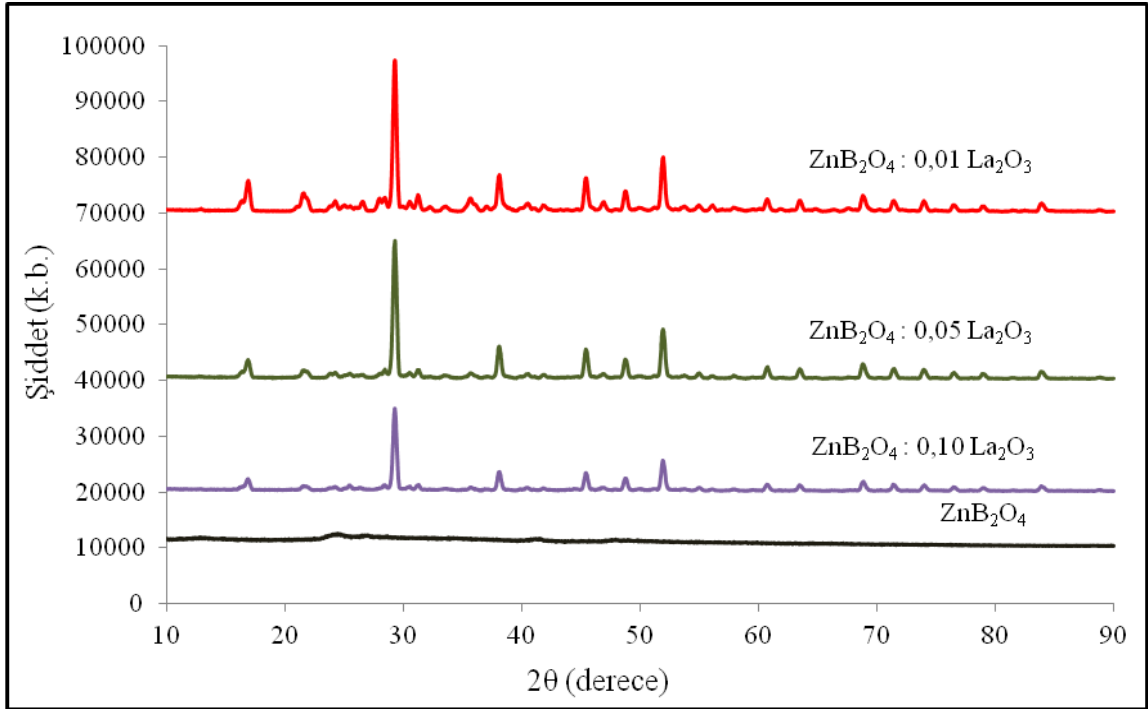
Çizelge 3.4. TL ölçümü sırasında uygulanan deneysel analiz işlemleri

ÖRNEK No	Akış No	Uygulanan İşlemler
1-25	1	Doğal Doz, TL, 450 °C, 5 °C/s
1-25	3	1 s beta, TL, 140 °C, 2 °C (ön-ısıtma)
1-25	4	TL, 450 °C, 5 °C/s
1-25	6	5 s beta, TL, 140 °C, 2 °C (ön-ısıtma)
1-25	7	TL, 450 °C, 5 °C/s
1-25	9	10 s beta, TL, 140 °C, 2 °C (ön-ısıtma)
1-25	10	TL, 450 °C, 5 °C/s
1-25	12	105 s beta, TL, 140 °C, 2 °C (ön-ısıtma)
1-25	13	TL, 450 °C, 5 °C/s
1-25	15	210 s beta, TL, 140 °C, 2 °C (ön-ısıtma)
1-25	16	TL, 450 °C, 5 °C/s
1-25	18	420 s beta, TL, 140 °C, 2 °C (ön-ısıtma)
1-25	19	TL, 450 °C, 5 °C/s

4. BULGULAR

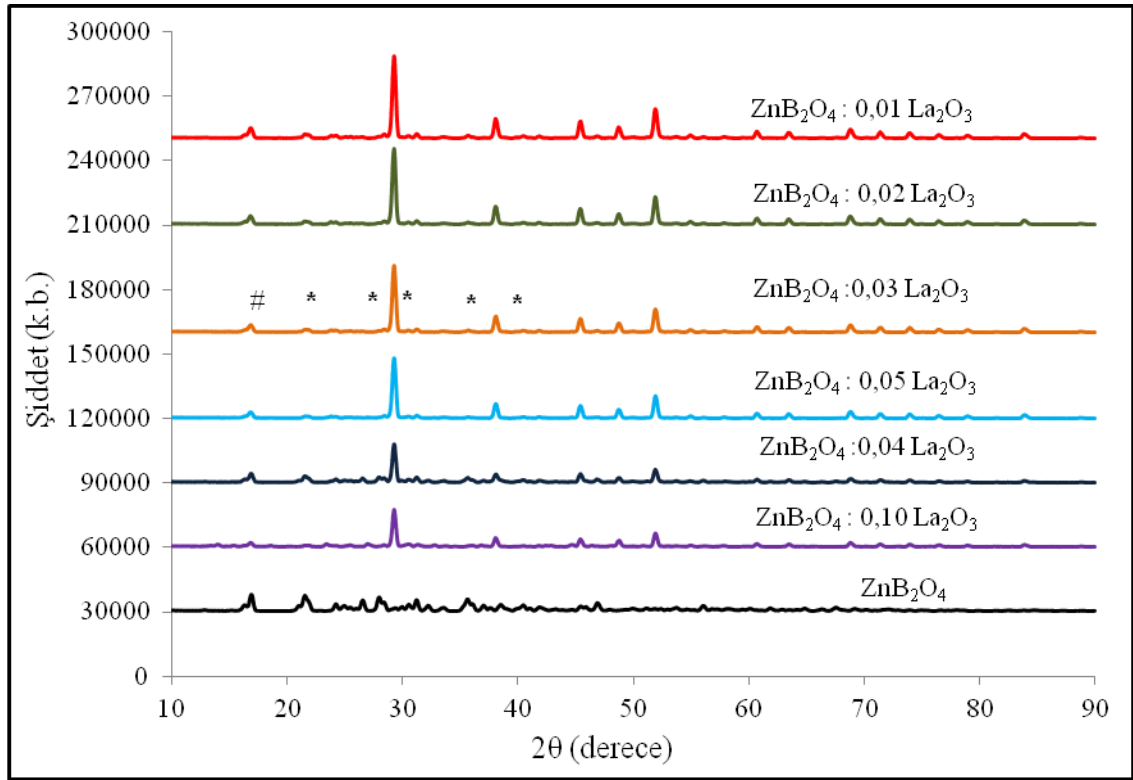
4.1.XRD Analiz Sonuçları

X-Işını Kırınım yöntemi (XRD), her bir kristal fazın kendine özgü atomik dizilimlerine bağlı olarak, X-ışınlarını karakteristik bir düzen içerisinde kırması esasına dayanır. Çinko borat örneklerinin tam olarak sentezlenip sentezlenmediğinin anlaşılması için, ODTÜ Merkez Laboratuvarında bulunan Rigaku Ultima IV X-Işını Difraktometresiyle (Cu K_{α} 40 kV, 30mA, $\lambda=1,54050 \text{ \AA}$) XRD analizleri yapıldı. Taramalar $10^{\circ} < 2\theta < 90^{\circ}$ aralığında 0,02 derecelik adımlarla kaydedildi. Şekil 4.1'de katkısız ve 700 °C'de sinterlenen % 1, % 5 ve % 10 oranlarında La katkılı çinko borat toz örneklerinin, Şekil 4.2 ve Şekil 4.3'de ise sırasıyla 800 °C ve 900 °C'de sinterlenen, katkısız ve % 1 - % 10 oranlarında La katkılı çinko borat toz örneklerinin XRD analiz sonuçları verilmektedir.



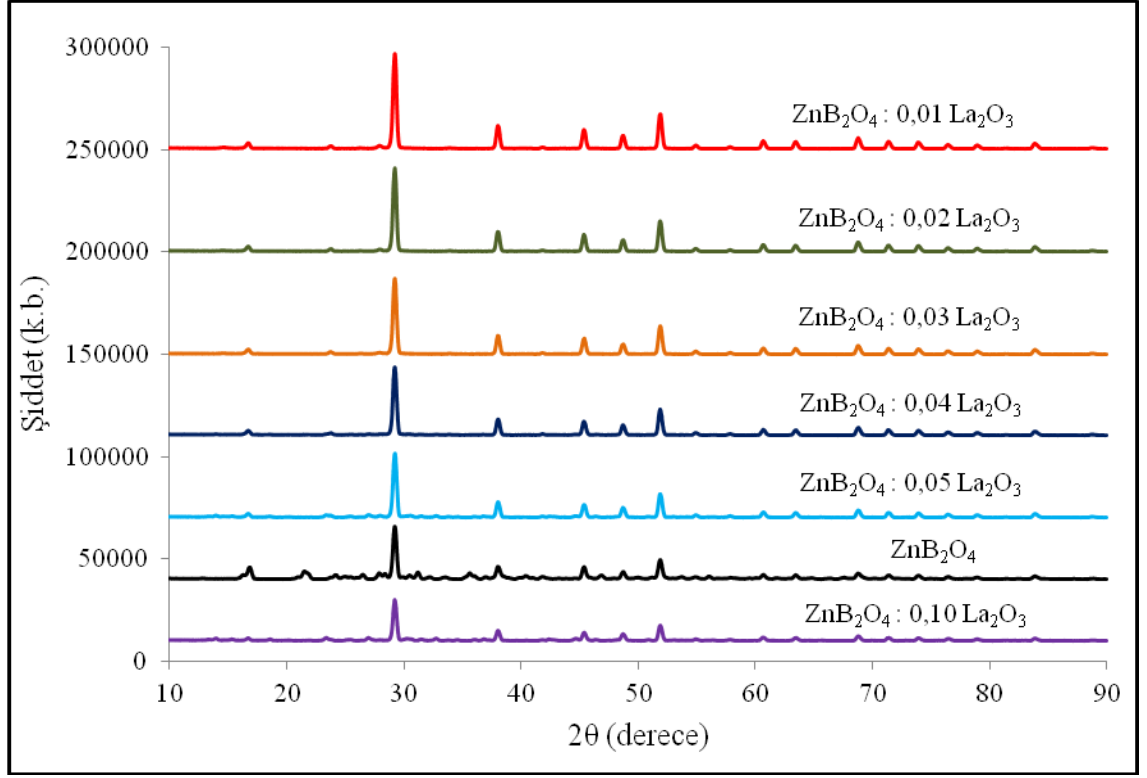
Şekil 4.1. Katkısız ve % 1, % 5 ve % 10 La katkılı çinko borat örneklerinin XRD analiz sonuçları (700 °C)

700°C'de katkısız çinko borat toz örneğinde belirli bir kristal piki gözükmemektedir. XRD analiz sonucunda keskin kırınım pikleri ölçülmüş dolayısıyla karışımda kristal yapının oluştuğu gözlenmektedir. En keskin pikler % 1 La katkılı çinko borat örneğinde gözlenmekte, daha sonra % 10 ve % 5 La katkısında net pikler belli olmaktadır.



Şekil 4.2. Katkısız ve (%1 - %10) La katkılı çinko borat örneklerinin XRD analiz sonuçları (800 °C), (*) H_3BO_3 , (#) B_2O_3

Sıcaklık artışı, daha düzgün bir kristal yapı oluşmasını sağladığından 800 °C’de katkısız çinko borat örneğine sahip piklerin, 700 °C’ye göre biraz daha belirginleştiği ve de sırasıyla, % 10, % 4, % 5, % 3 % 2, % 1 La katkılı çinko borat örneklerinin piklerinin gittikçe belirginleştiği söylenebilir.



Şekil 4.3. Katkısız ve (% 1 - % 10) katkılanma oranlarına sahip çinko borat örneğinin XRD analiz sonuçları (900 °C).

900 °C sıcaklık için, katkısız çinko borat piklerinin tam olarak belirginleştiği görülmektedir. Sonuçlara göre, sıcaklık arttıkça kristal yapı yeniden düzenlenerek daha mükemmel bir yapıya dönüşmektedir. Sırasıyla pikler incelendiğinde %10, katkısız, %5, %4, %3, %2 ve %1 La katkılı örneklere sahip piklerin şiddetleri giderek artmaktadır. La katkısı arttıkça piklerin şiddeti azalmakta dolayısıyla kristal yapıdan uzaklaşmaktadır. En az görünen pikler % 10 La katkılı örnekte, en belirgin piklere ise % 1 La katkılı çinko borat örneğinde rastlanmaktadır. Böylece kristal yapının en iyi olduğu örneğin, % 1 La katkılı çinko borat olduğu söylenebilir.

XRD desenlerindeki piklerin çözümlenmeleri, Li ve arkadaşlarının 2007 yılında yapmış oldukları yayın çalışmasından yararlanılarak gösterilmiştir(Li ve ark. 2007).

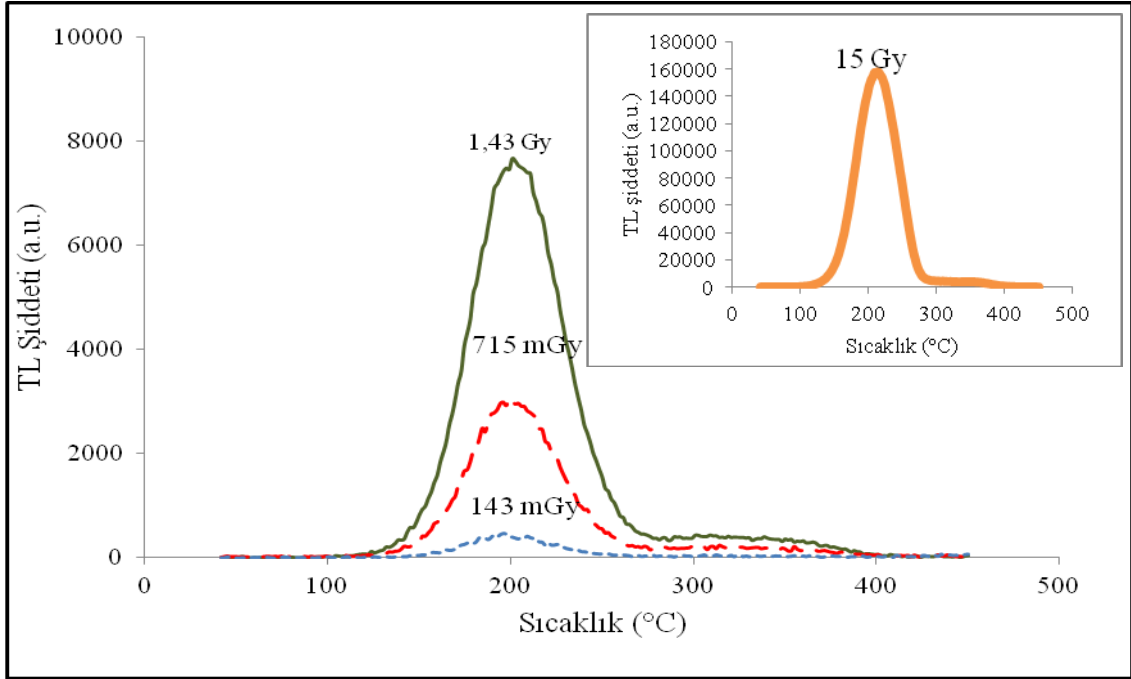
4.2. TL Işıma Eğrileri

Hazırlanan katkısız ve % 1, %2 , % 3, % 4, % 5 ve % 10 oranlarda La katkılı çinko borat toz örneklerinin TL ışına eğrileri, ⁹⁰Sr beta kaynağı kullanılarak 143 mGy ile 60 Gy arasında radyasyon dozu verilerek incelenmiştir.

140 °C'ye 2 °C/s ısıtma hızı ile ön-ısıtma işlemi yapılmış ve 450 °C'ye 5 °C/s ısıtma hızı ile ısıtılarak ışımaya eğrileri elde edilmiştir. Öncelikle düşük beta dozlarında (143 mGy-15 Gy) daha sonra yüksek beta dozunda (60 Gy) TL ışımaya eğrileri incelenmiştir.

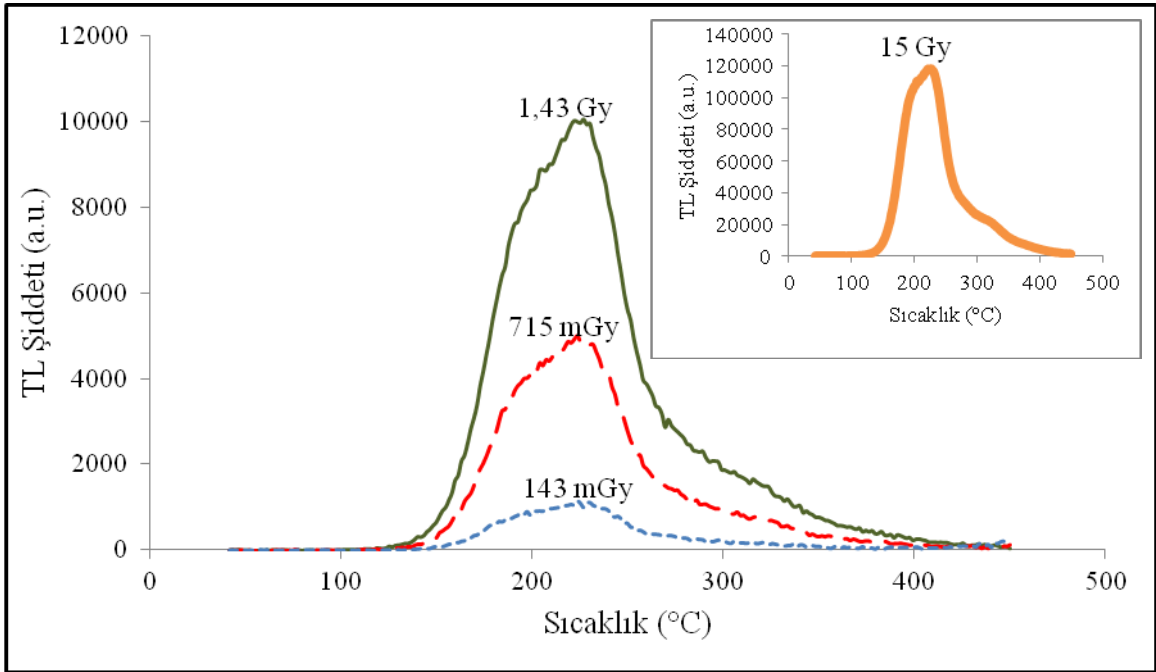
4.2.1. Düşük beta dozunda (143 mGy-15 Gy) TL ışımaya eğrileri

Tüm örnekler için 143 mGy, 715 mGy, 1,43 Gy, 14,3 Gy ve 15 Gy beta radyasyon dozlarında 140 °C'ye 2 °C/s ile ön-ısıtma işlemi yapılmış ve 450 °C'ye 5 °C/s ısıtılarak ışımaya eğrileri elde edilmiştir. Aşağıda sırasıyla katkısız ve % 1 - % 10 oranlarında La katkılı çinko borat toz örneklerinin düşük dozlardaki ışımaya eğrileri görülmektedir (Şekil 4.4 - Şekil 4.12). 1 s beta dozu 143 mGy, 5 s beta dozu 715 mGy, 10 s beta dozu 1,43 Gy ve 105 s beta dozu 15 Gy' e karşılık gelmektedir.



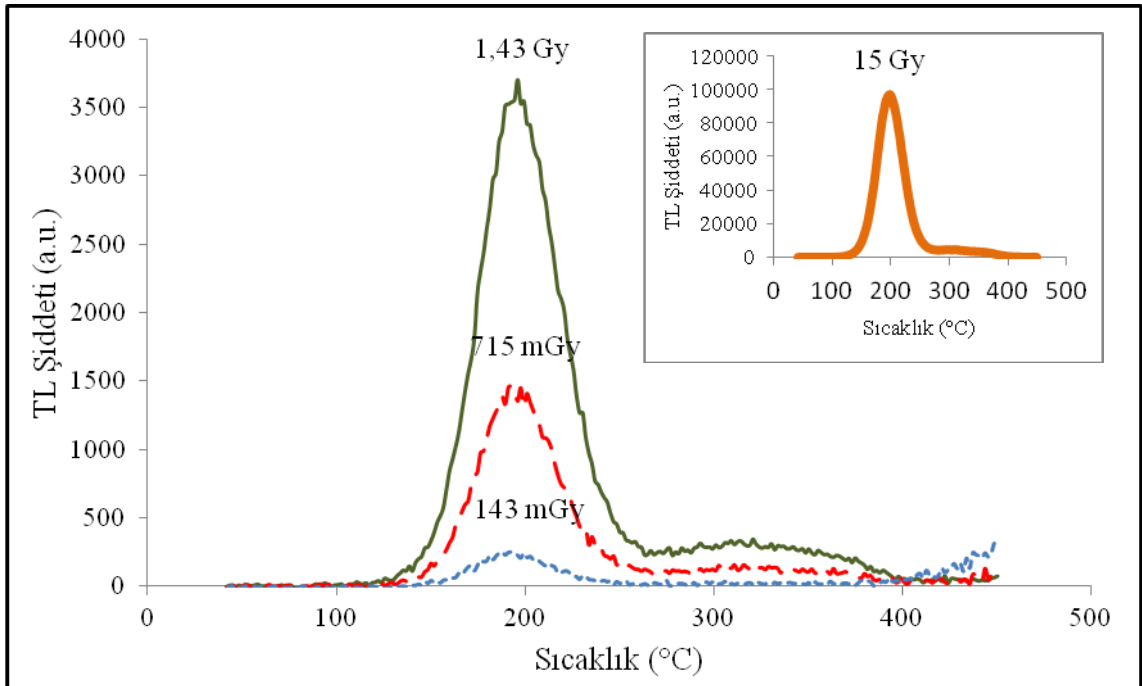
Şekil 4.4. % 1 La katkılı örneğin düşük doz aralığındaki TL ışımaya eğrileri (900 °C)

Şekil 4.4 incelendiğinde, ana ışımaya pikinin yaklaşık 203 °C'de oluştuğu görülmektedir. TL şiddetlerine bakıldığında en yüksek değer 15 Gy'de gözlenmiştir. 15 Gy beta dozu verildiğinde görülen TL şiddeti, 1,43 Gy beta dozu değerine göre yaklaşık 20 kat artmıştır.



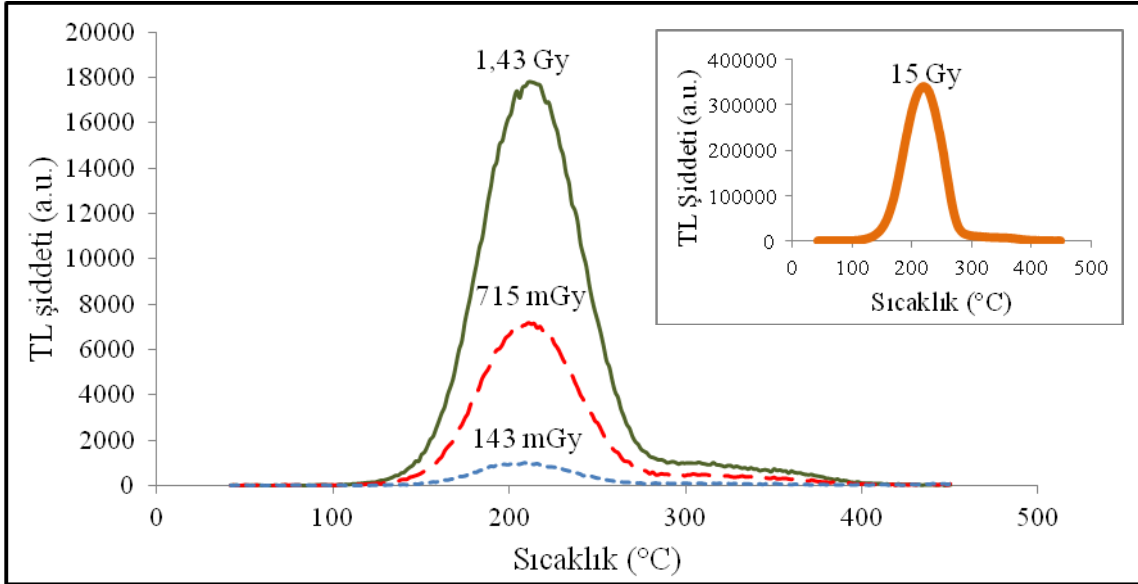
Şekil 4.5. % 2 La katkılı örneğin düşük doz aralığındaki TL ışıma eğrileri (800 °C)

Şekil 4.5 incelendiğinde 800 °C’de sinterlenen % 2 La katkılı toz örnekte ana ışıma pikinin yaklaşık olarak 217 °C’de olduğu görülmektedir. 15 Gy beta dozu verildiğinde görülen TL şiddeti, 1,43 Gy beta dozu değerine göre 12 kat artmıştır



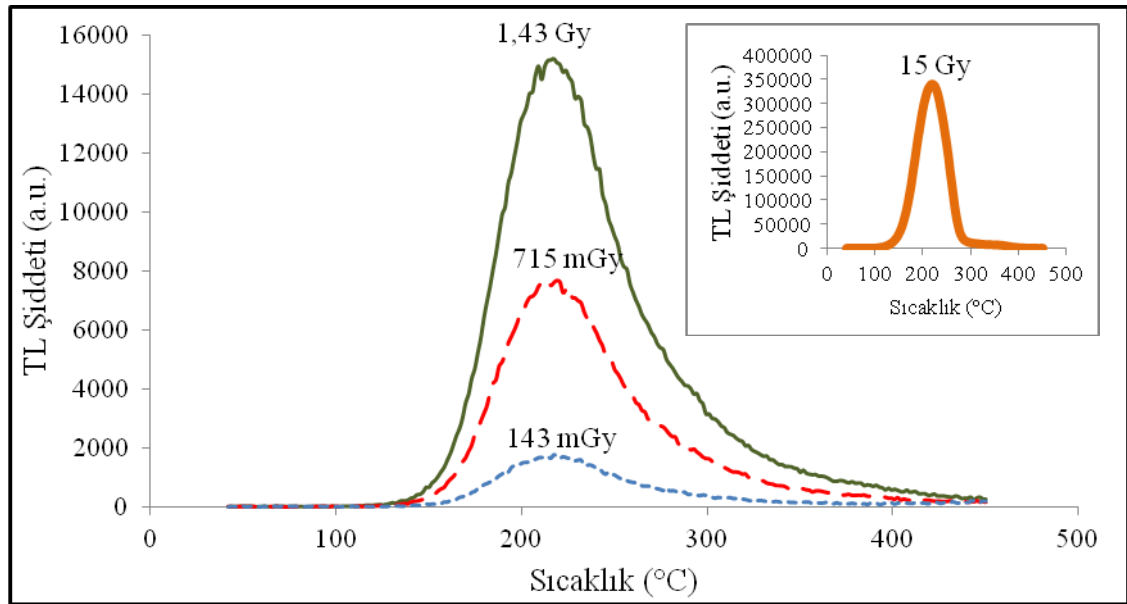
Şekil 4.6. % 2 La katkılı örneğin düşük doz aralığındaki TL ışıma eğrileri (900 °C)

Şekil 4.6 incelendiğinde 900 °C’de sinterlenen % 2 La katkılı toz örneğin ana ışıma pikinin yaklaşık 195 °C’de oluştuğu görülmektedir. 15 Gy beta dozu verildiğinde görülen TL şiddeti, 1,43 Gy beta dozu değerine göre yaklaşık 3,5 kat artmıştır.



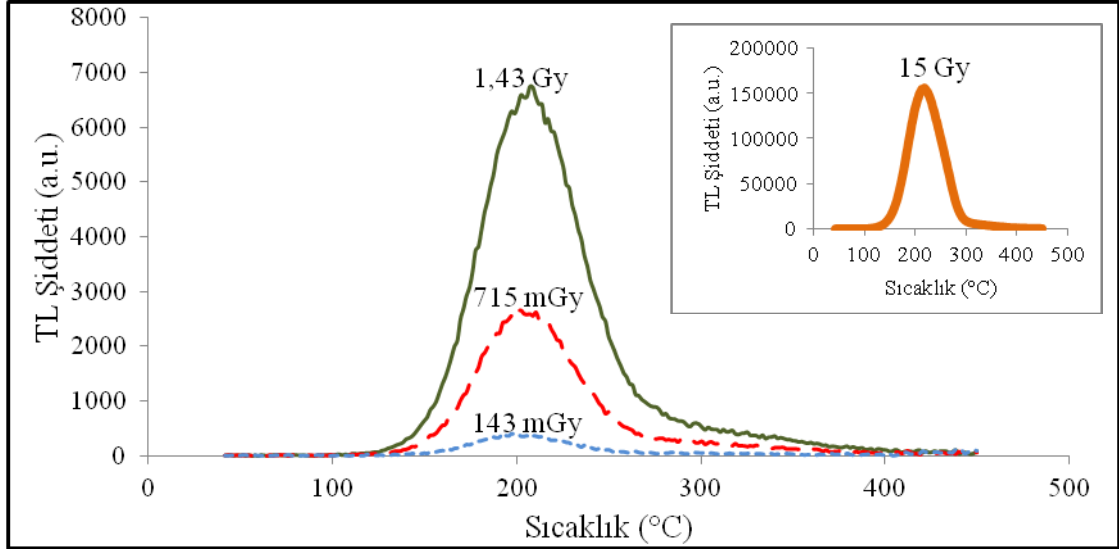
Şekil 4.7. % 3 La katkılı örneğin düşük doz aralığındaki TL ışıma eğrileri (900 °C)

Şekil 4.7 incelendiğinde 900 °C’de sinterlenen % 3 La katkılı toz örneğin ana ışıma pikinin yaklaşık 207 °C’de oluştuğu görülmektedir. 15 Gy beta dozu verildiğinde görülen TL şiddeti, 1,43 Gy beta dozu değerine göre yaklaşık 2 kat artmıştır.



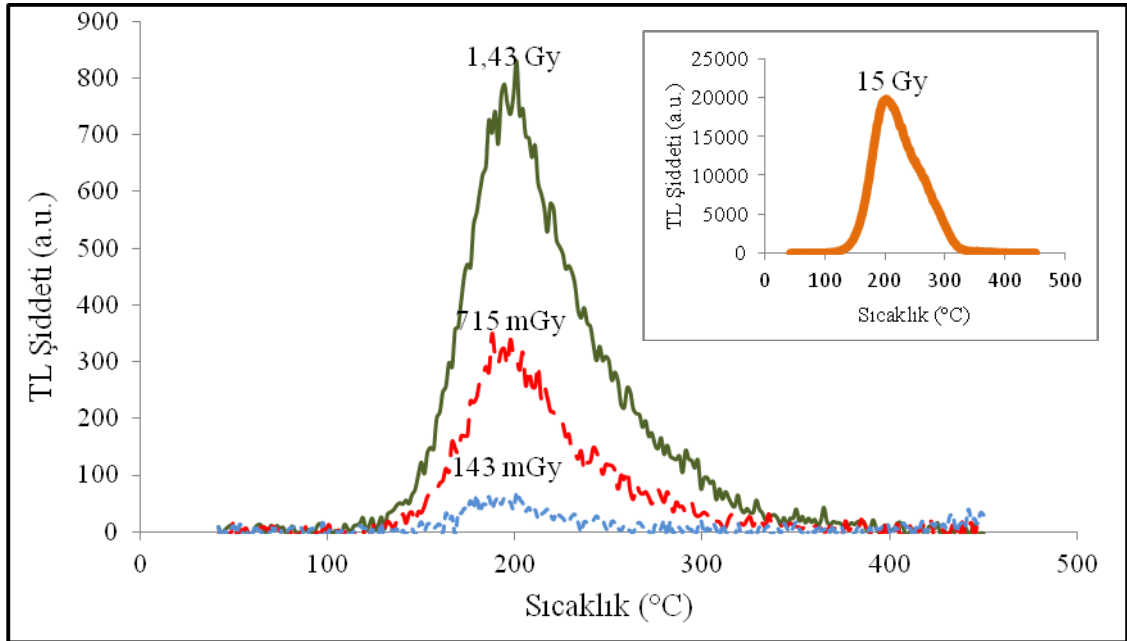
Şekil 4.8. % 4 La katkılı örneğin düşük doz aralığındaki TL ışıma eğrileri (800 °C)

Şekil 4.8 incelendiğinde 800 °C’de sinterlenen % 4 La katkılı toz örneğin ana ışım pikinin yaklaşık 210 °C’de oluştuğu görülmektedir. 15 Gy beta dozu verildiğinde görülen TL şiddeti, 1,43 Gy beta dozu değerine göre yaklaşık 20 kat artmıştır.



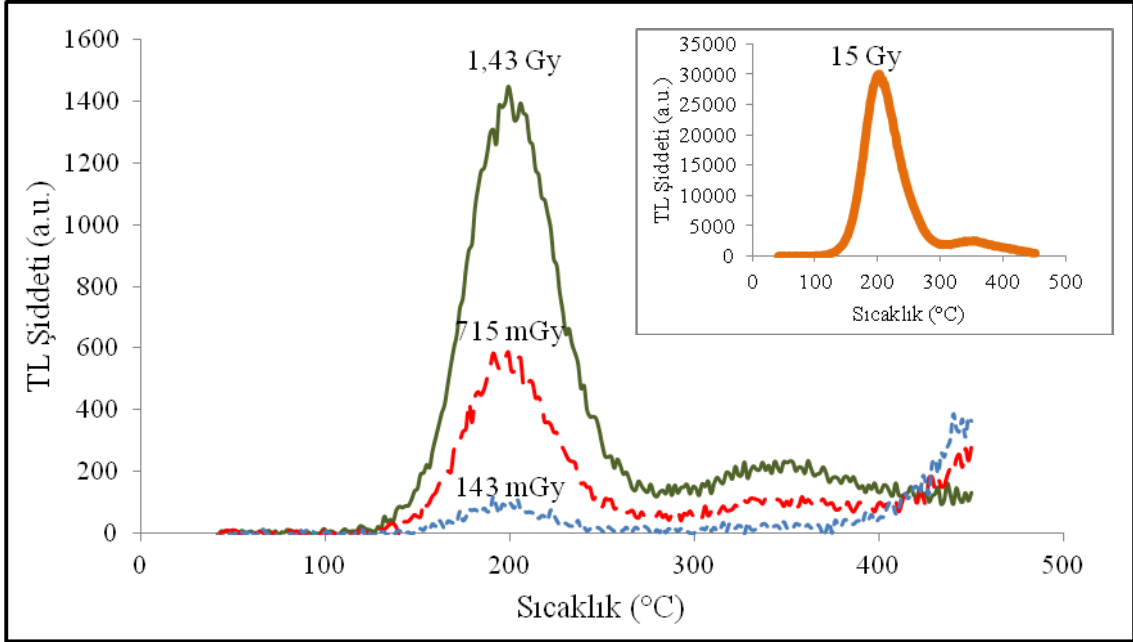
Şekil 4.9. % 4 La katkılı örneğin düşük doz aralığındaki TL ışıma eğrileri (900 °C)

Şekil 4.9 incelendiğinde 900 °C’de sinterlenen % 4 La katkılı toz örneğin ana ışım pikinin yaklaşık 200 °C’de oluştuğu görülmektedir. 15 Gy beta dozu verildiğinde görülen TL şiddeti, 1,43 Gy beta dozu değerine göre yaklaşık 20 kat artmıştır.



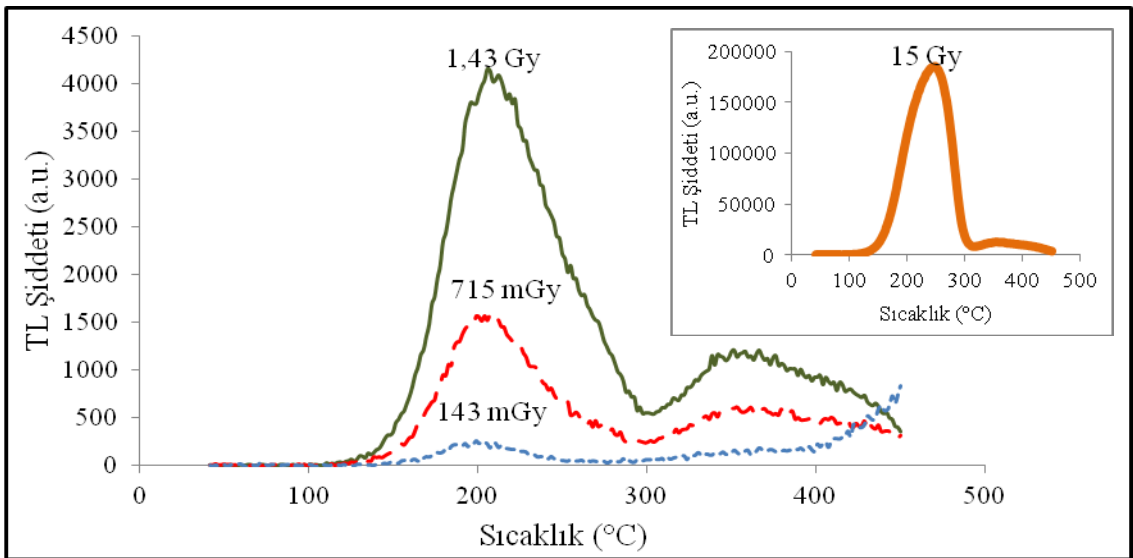
Şekil 4.10. % 4 La katkılı örneğin düşük doz aralığındaki TL ışıma eğrileri (950 °C)

Şekil 4.10 incelendiğinde 950 °C’de sinterlenen % 4 La katkılı toz örneğin ana ışımaya pikinin yaklaşık 194 °C’de oluştuğu görülmektedir. 15 Gy beta dozu verildiğinde görülen TL şiddeti, 1,43 Gy beta dozu değerine göre 25 kat artmıştır.



Şekil 4.11. % 5 La katkılı örneğin düşük doz aralığındaki TL ışıma eğrileri (900 °C)

Şekil 4.11 incelendiğinde 900 °C’de sinterlenen % 5 La katkılı toz örneğin iki tane ışımaya piki oluştuğu görülmektedir. 15 Gy beta dozu verildiğinde görülen TL şiddeti, 1,43 Gy beta dozu değerine göre yaklaşık 20 kat artmıştır.



Şekil 4.12. % 10 La katkılı örneğin düşük doz aralığındaki TL ışıma eğrileri (900 °C)

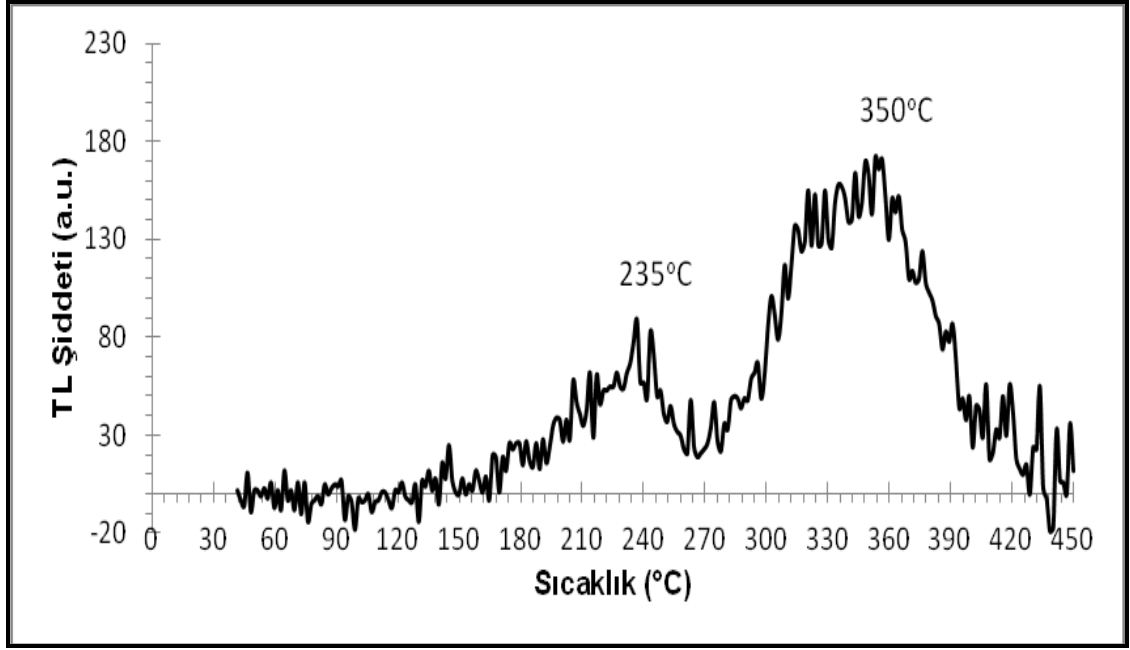
Şekil 4.12 incelendiğinde 900 °C’de sinterlenen % 10 La katkılı toz örneğin yaklaşık 207 °C ve 341 °C’de oluşan iki tane ışımaya piki oluştuğu görülmektedir. 15 Gy beta dozu verildiğinde görülen TL şiddeti, 1,43 Gy beta dozu değerine göre yaklaşık 35 kat artmıştır. Genel olarak incelendiğinde, katkı miktarı ve sıcaklık arttıkça TL şiddeti de artmaktadır.

Radyasyon verimi, kullanılan fosforun ışınlanması sonucunda elde edilen TL şiddetinin ne kadar yüksek olduğunun bir göstergesidir. Bir fosforun yüksek foton hassasiyetine sahip olması, onun düşük radyasyon dozlarında yüksek TL şiddeti elde edilmesi ve böylece daha düşük radyasyon dozlarının ölçülmesi demektir. Grafiklerden görüleceği üzere, düşük doz bölgesinde doz miktarı arttıkça TL şiddeti de artmaktadır. Fakat bu artış sıcaklık ve katkı miktarıyla lineerlik göstermemektedir.

Dozimetrik özellik açısından incelendiğinde, önemli bölge 140 mGy ile 10 Gy arasındadır. Şekil 4.4. – Şekil 4.12’de gösterilen tüm örnekler 140 mGy - 10 Gy doz aralığı arasında lüminesans şiddeti gösterdiği için düşük radyasyon dozlarında kullanılabilir olduğu gösterilmiştir.

4.2.2. Yüksek beta dozunda (60 Gy) TL ışımaya eğrileri

Aşağıda sırasıyla katkısız ve % 1 - % 10 oranlarında La katkılı çinko borat örneklerinin, 60 Gy beta radyasyon dozu için ışımaya eğrileri elde edilmiştir. Işıma eğrileri Şekil 4.13 - Şekil 4.37’de gösterilmiştir.

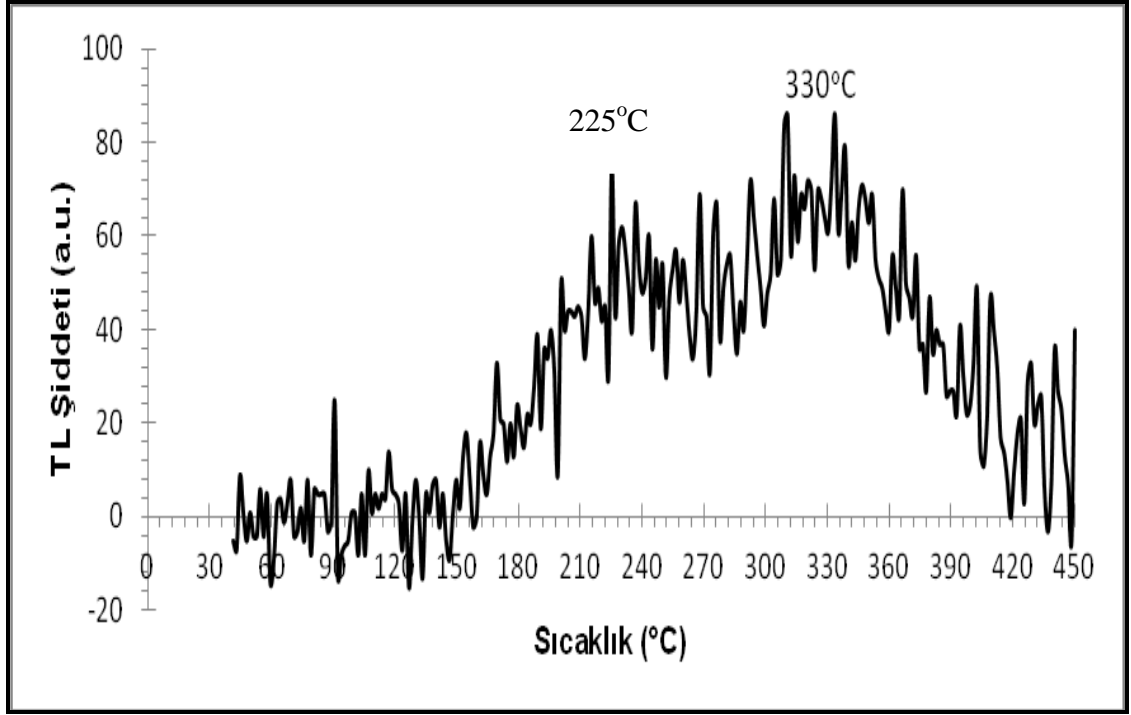


Şekil 4.13. Katkısız çinko borat örneğinin TL ışıma eğrisi

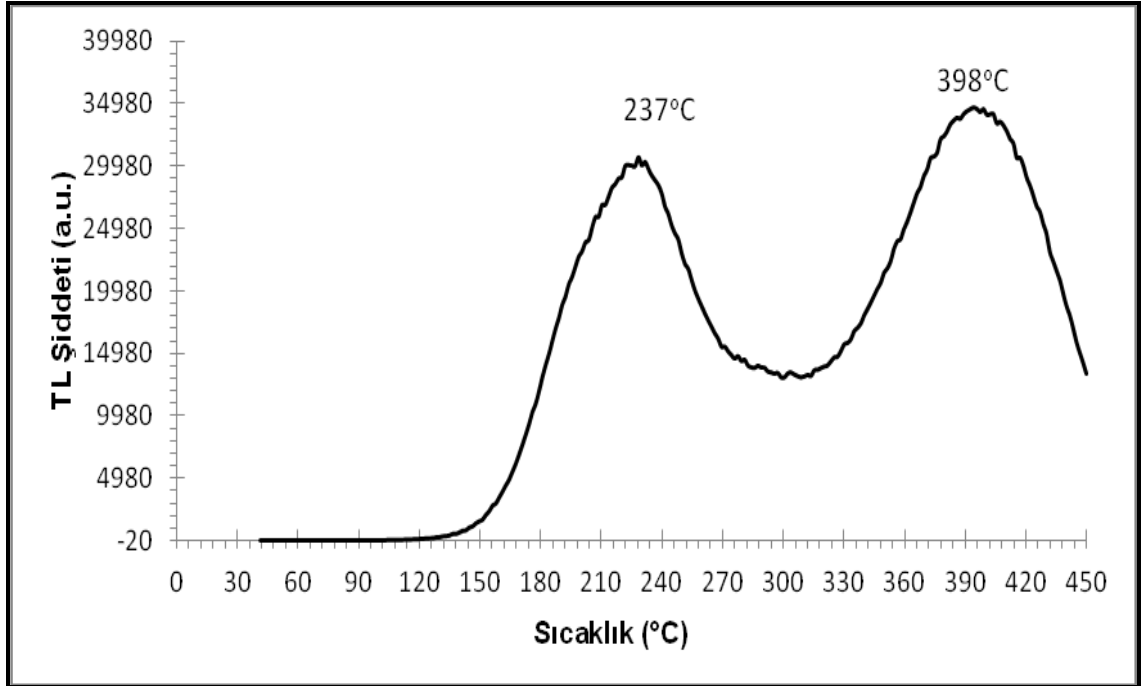
Şekil 4.13'ten görüleceği gibi, katkısız çinko borat örneğinde yaklaşık 235 °C ve 350 °C olmak üzere iki pik gözlenmiştir.

Bir malzemenin dozimetrik özelliğe sahip olabilmesi için tek ışıma pikine sahip olması tercih edilmektedir. Çıkan deney sonuçlarından tek ışıma pikine sahip olan örnekler şu şekilde belirlenmiştir:

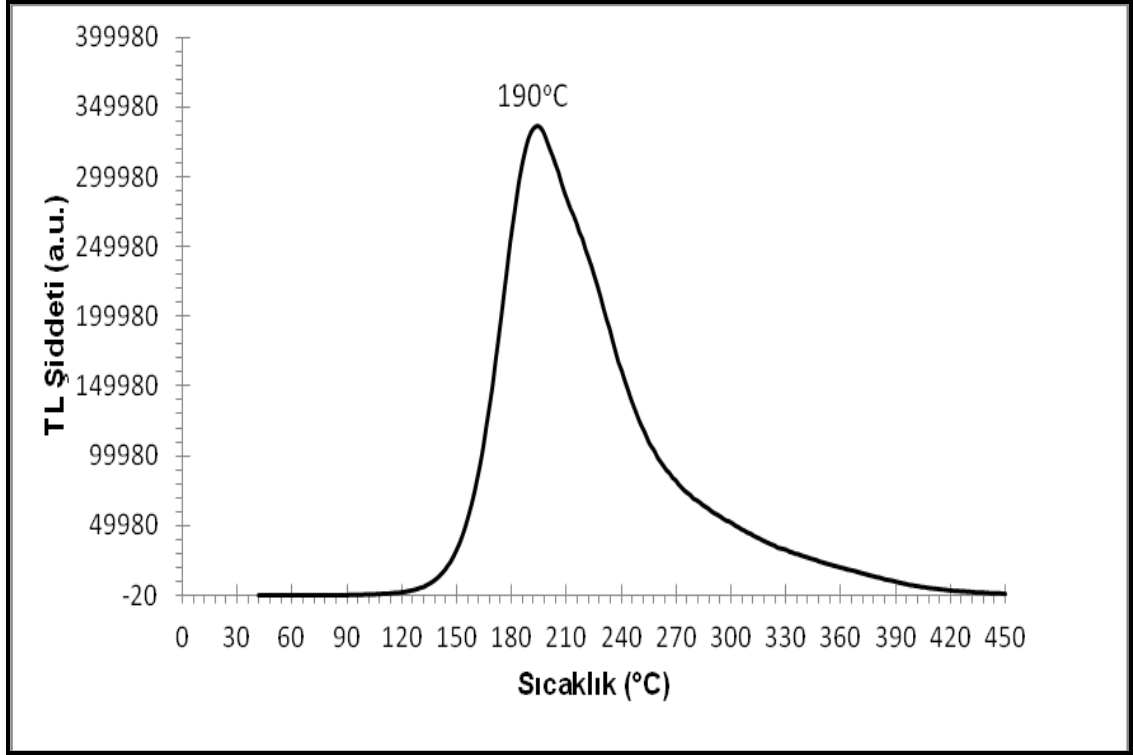
- 190 °C ile 900 °C'de sinterlenen katkısız çinko borat toz örneği,
- 214 °C ile 900 °C'de sinterlenen % 1 La katkılı çinko borat toz örneği,
- 195 °C ile 900 °C'de sinterlenen % 2 La katkılı çinko borat toz örneği,
- 213 °C ile 900 °C'de sinterlenen % 3 La katkılı çinko borat toz örneği,
- 224 °C ile 800 °C'de sinterlenen % 4 La katkılı çinko borat toz örneği,
- 217 °C ile 900 °C'de sinterlenen % 4 La katkılı çinko borat toz örneği,
- 216 °C ile 950 °C'de sinterlenen % 4 La katkılı çinko borat toz örneği,
- 214 °C ile 700 °C'de sinterlenen % 5 La katkılı çinko borat toz örneği,
- 219 °C ile 800 °C'de sinterlenen % 5 La katkılı çinko borat toz örneği,
- 218 °C ile 800 °C'de sinterlenen % 10 La katkılı çinko borat toz örneği,
- 236 °C ile 900 °C'de sinterlenen % 10 La katkılı çinko borat toz örneğidir.



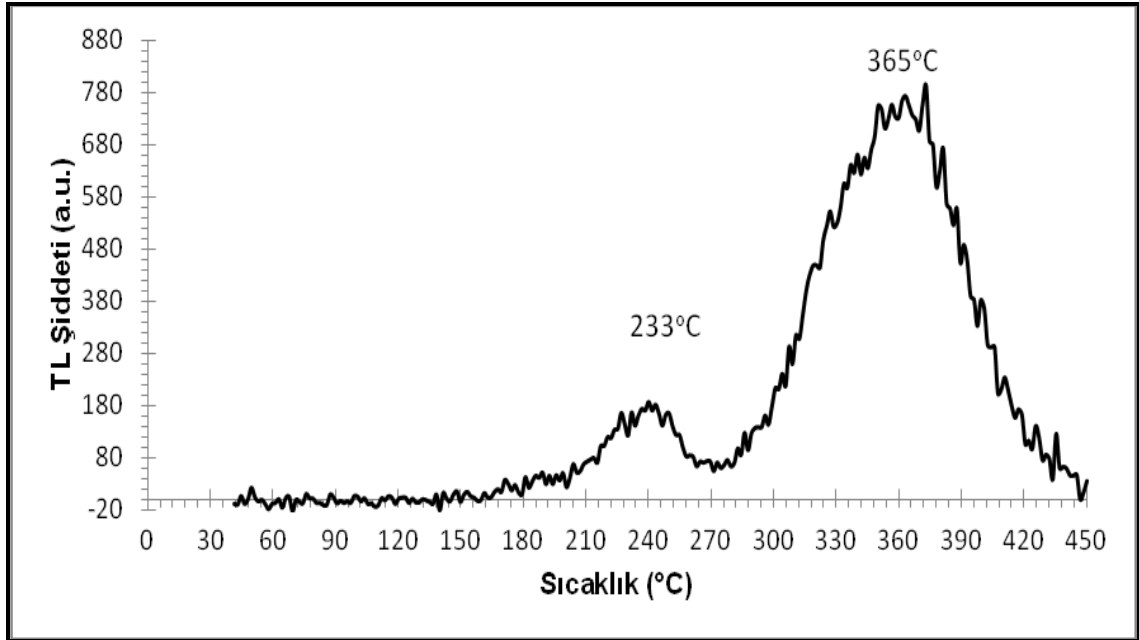
Şekil 4.14. Katkısız çinko borat örneğinin TL ışıma eğrisi (700 °C)



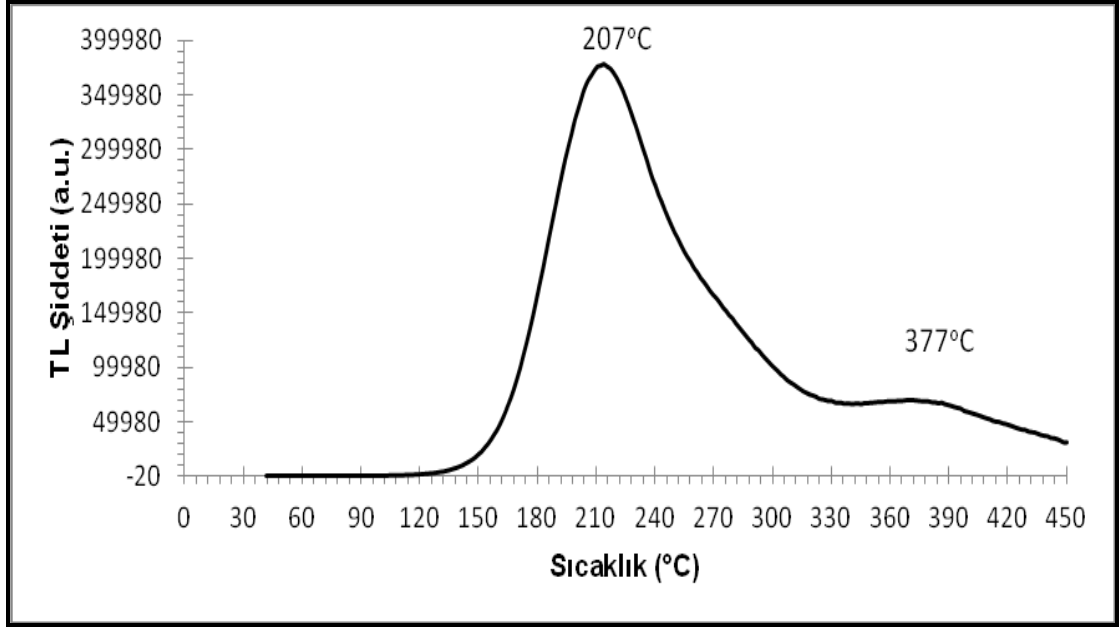
Şekil 4.15. Katkısız çinko borat örneğinin TL ışıma eğrisi (800°C)



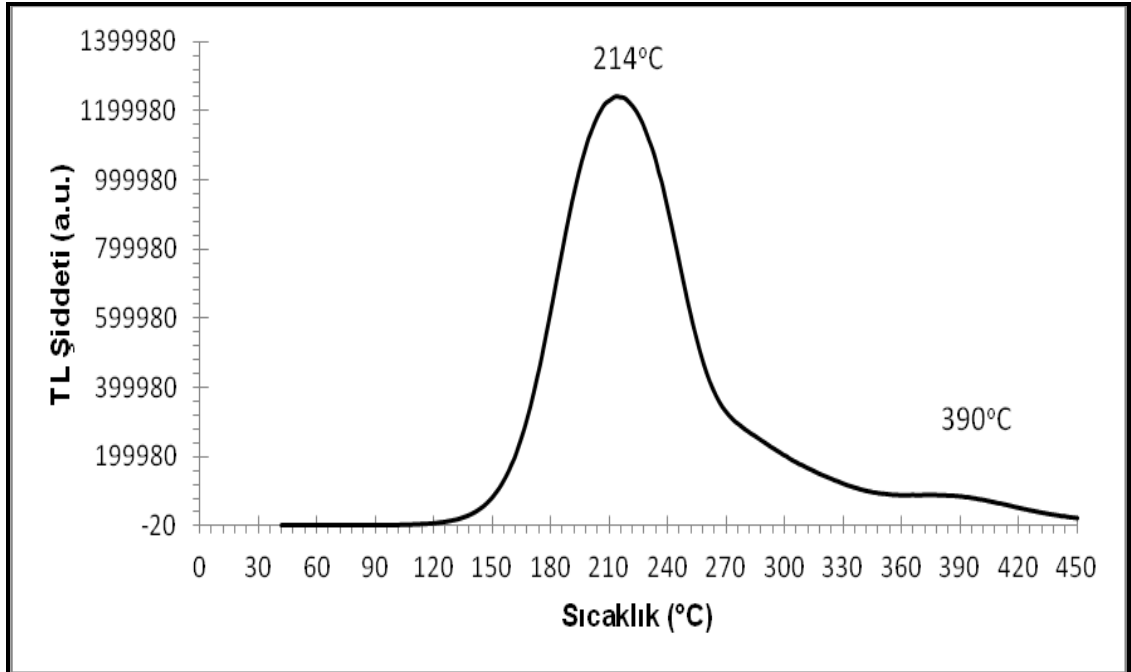
Şekil 4.16. Katkısız çinko borat örneğinin TL ışıma eğrisi (900°C)



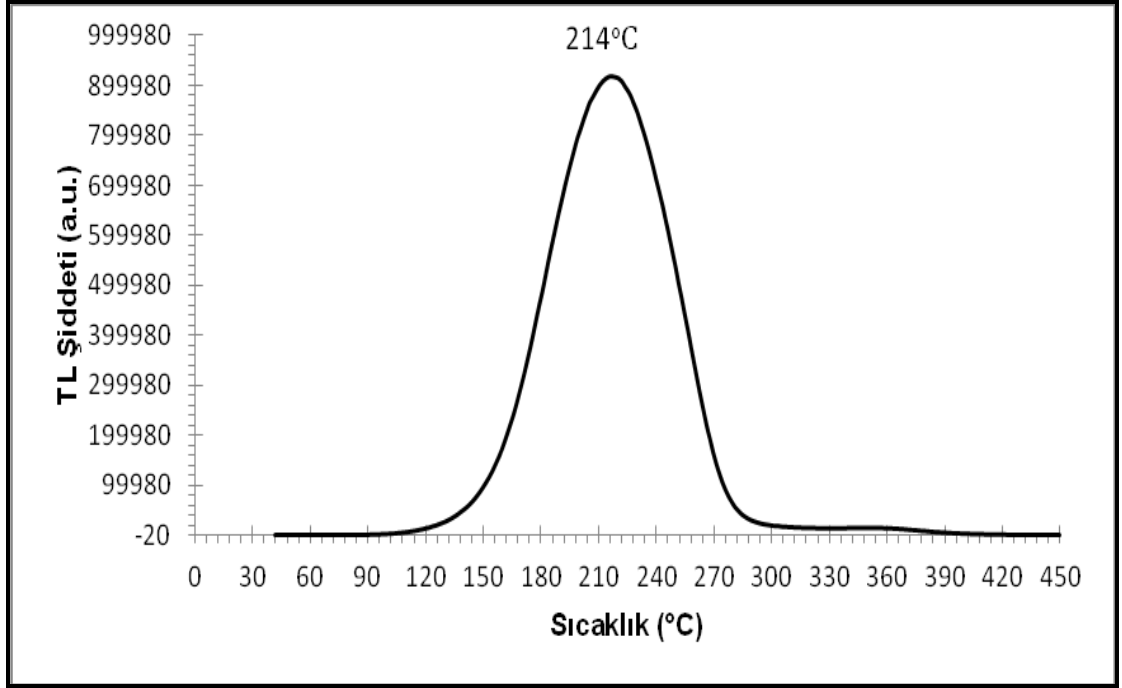
Şekil 4.17. % 1 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışıma eğrisi



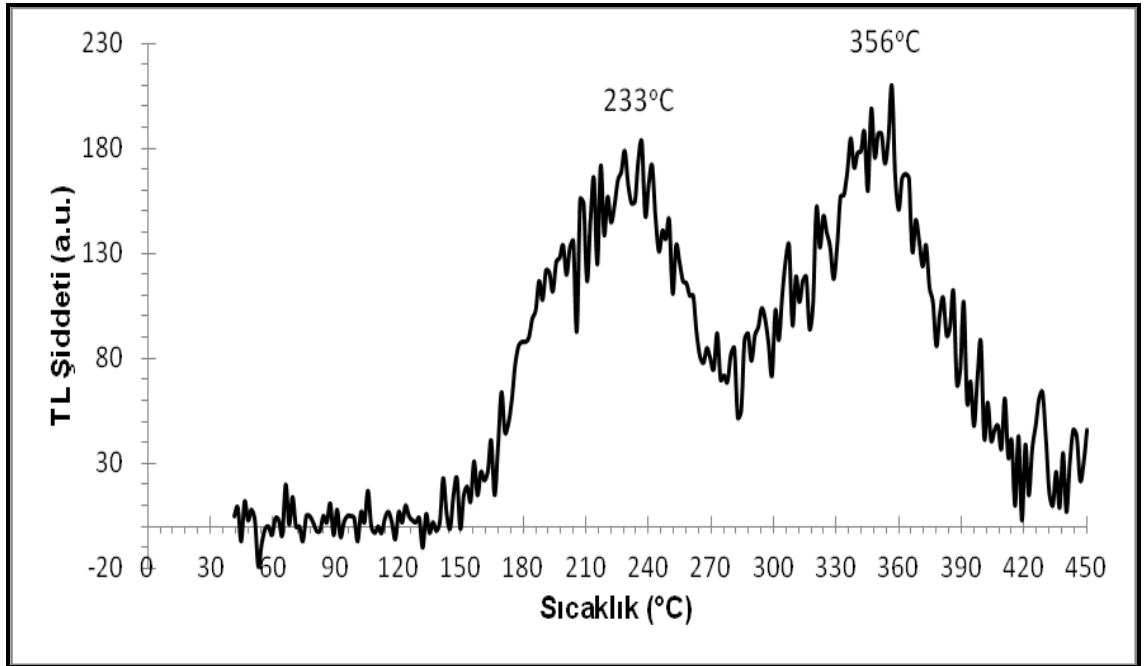
Şekil4.18. % 1 La katkıli çinko borat örneđinin TL ışıma eğrisi (700 °C)



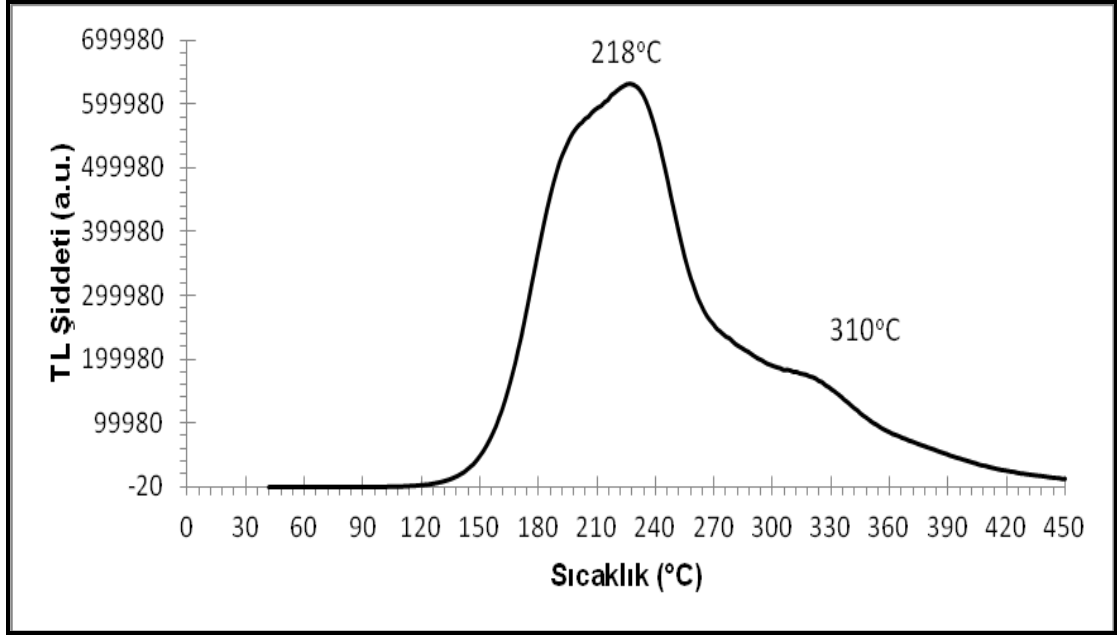
Şekil4.19. % 1 La katkıli çinko borat örneđinin TL ışıma eğrisi (800 °C)



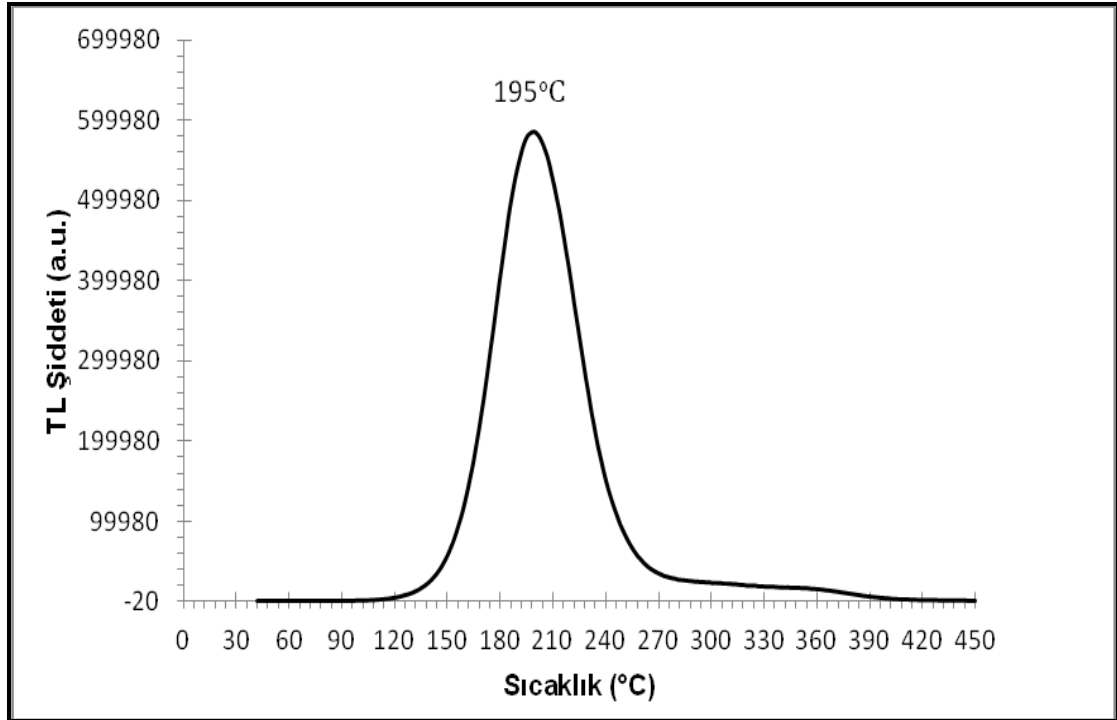
Şekil 4.20. % 1 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışıma eğrisi (900 °C)



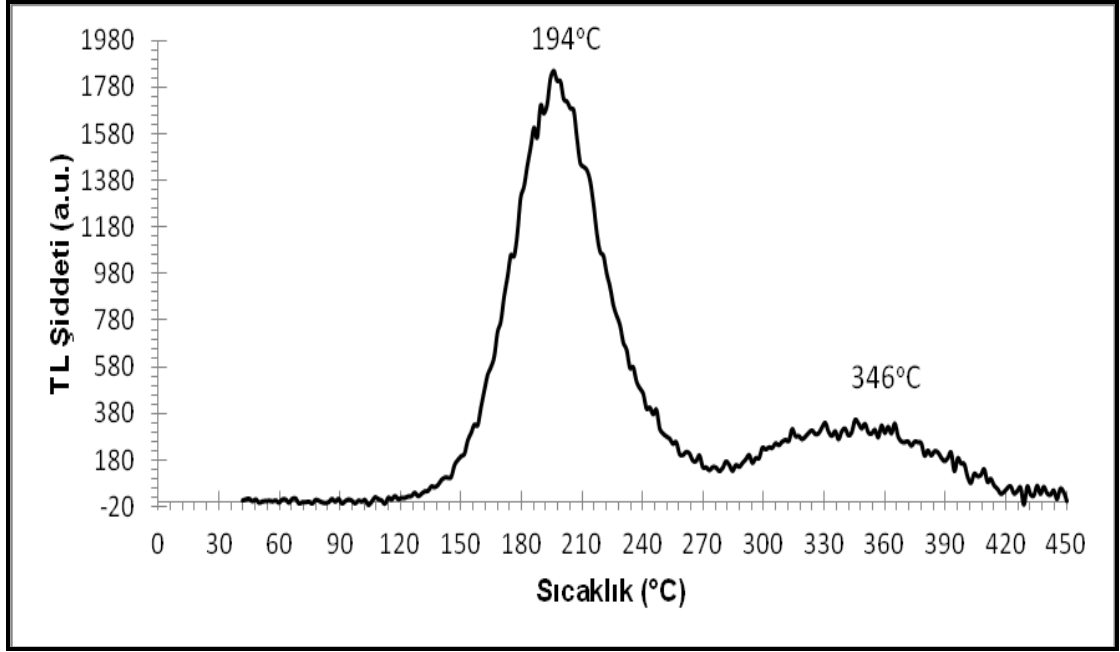
Şekil 4.21. % 2 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışıma eğrisi



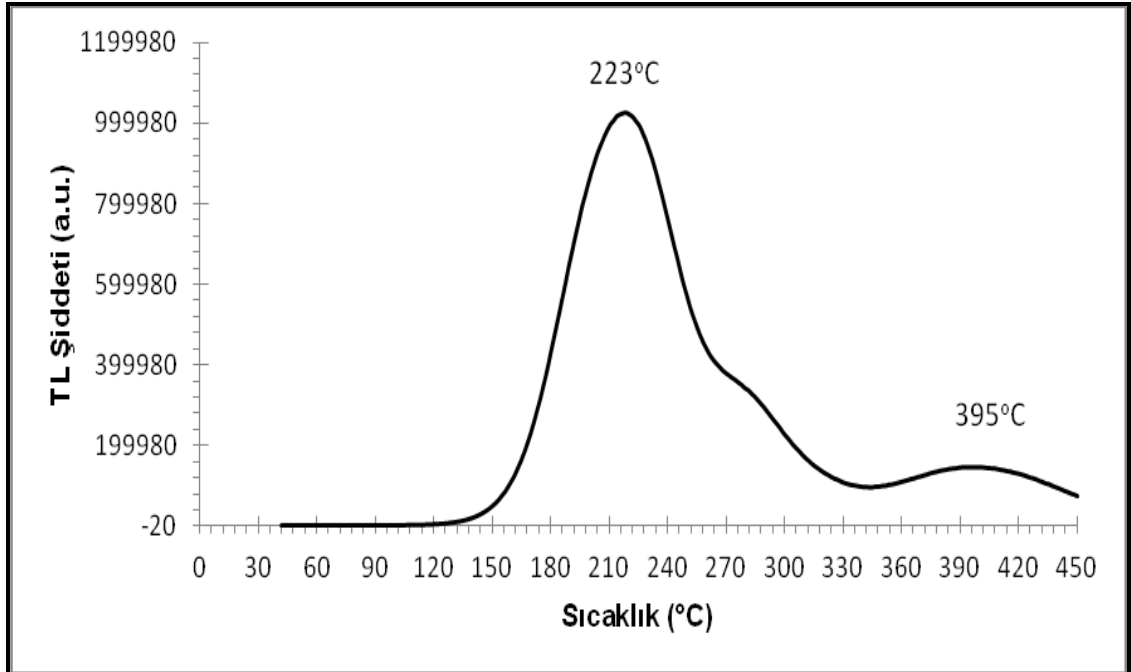
Şekil 4.22. % 2 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışıma eğrisi (800 °C)



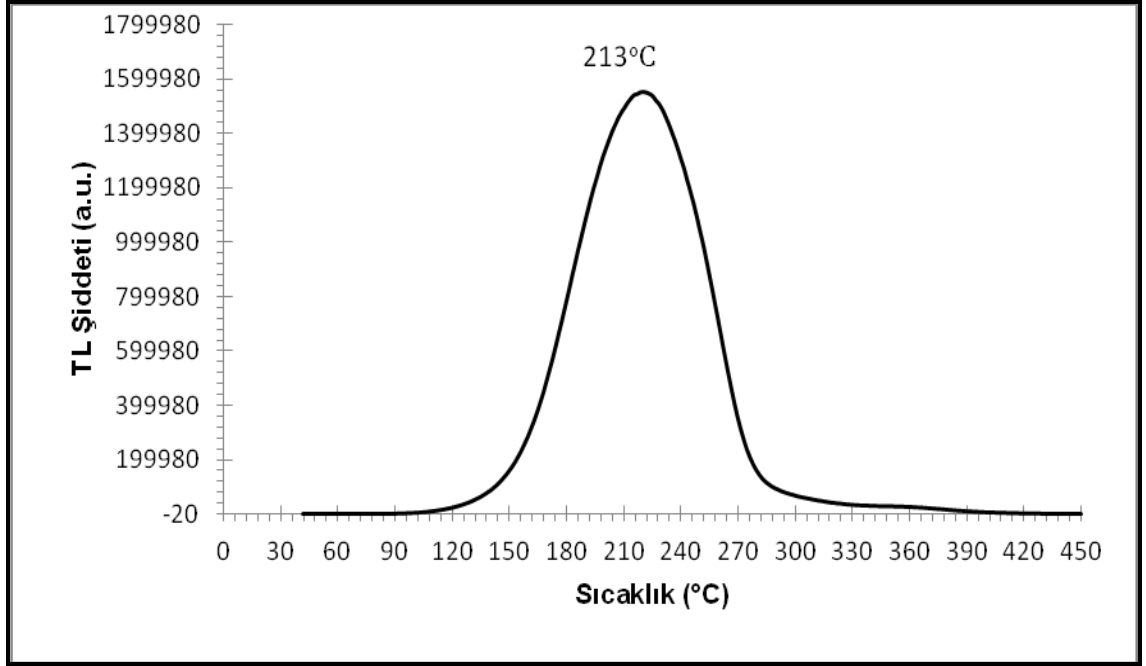
Şekil 4.23. % 2 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışıma eğrisi (900°C)



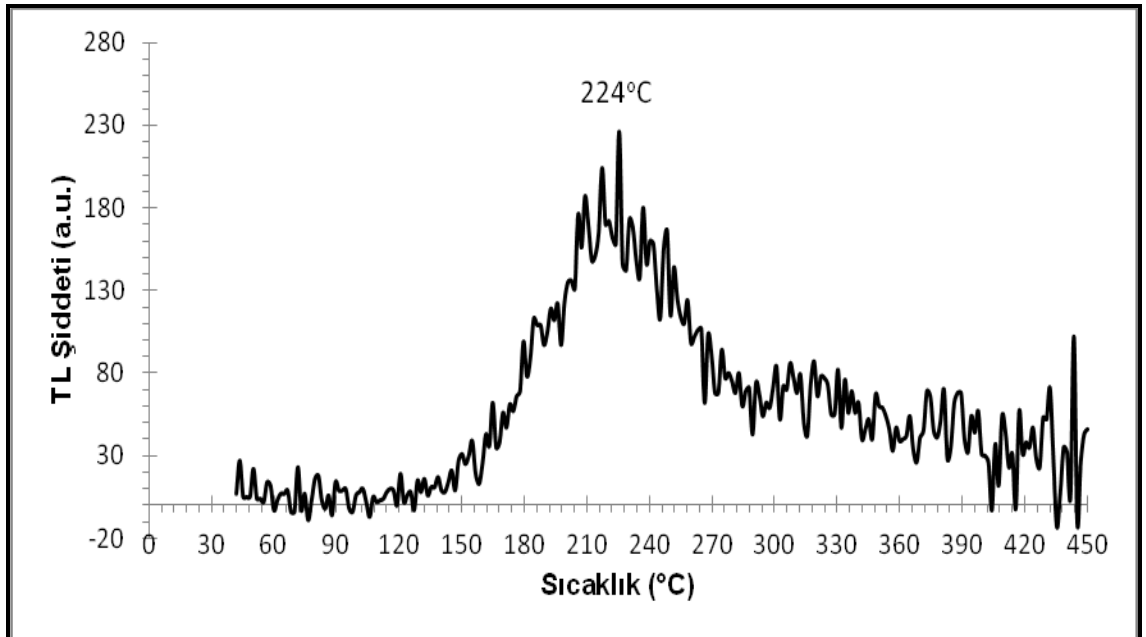
Şekil 4.24. % 3 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışıma eğrisi



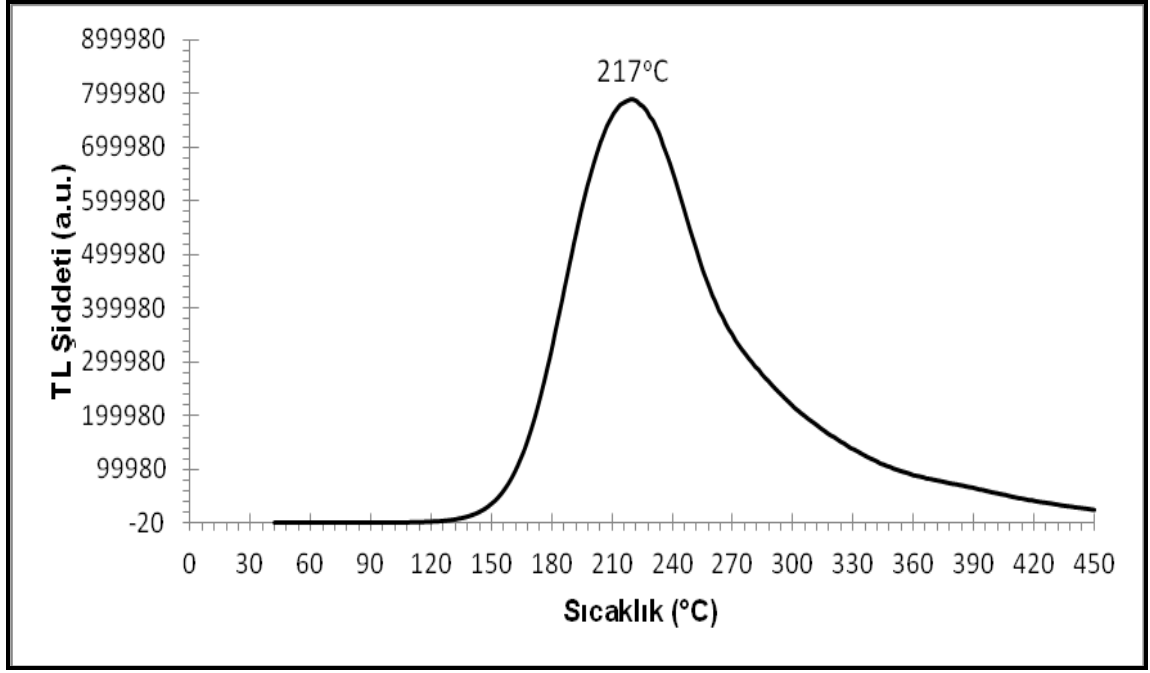
Şekil 4.25. % 3 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışıma eğrisi (800 °C)



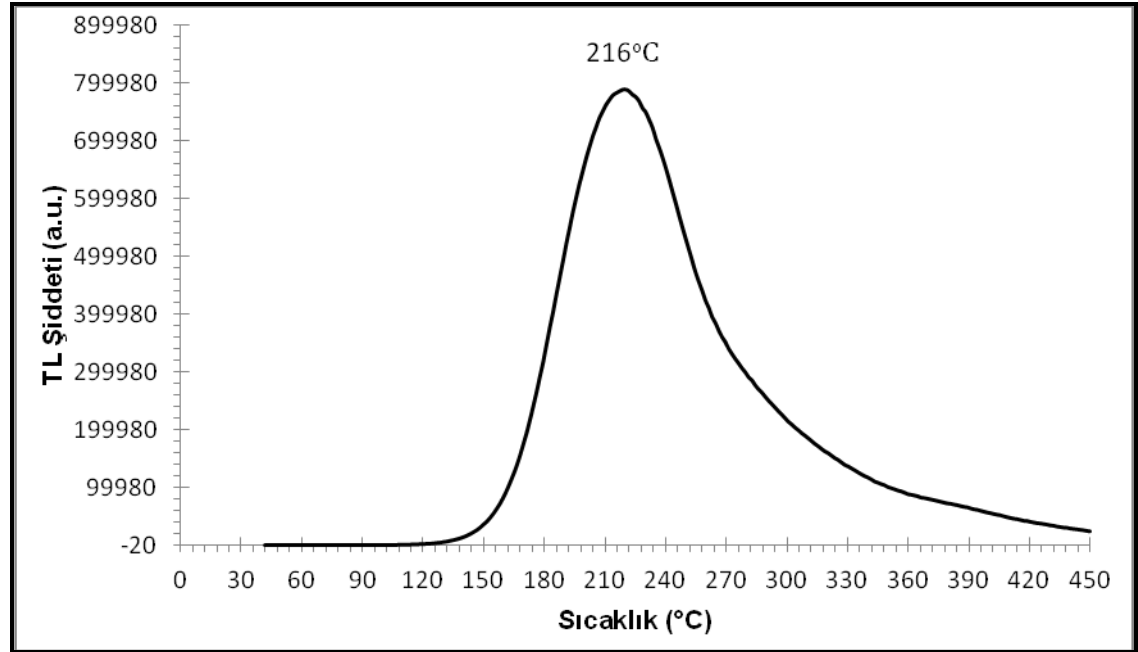
Şekil 4.26. % 3 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışıma eğrisi (900 °C)



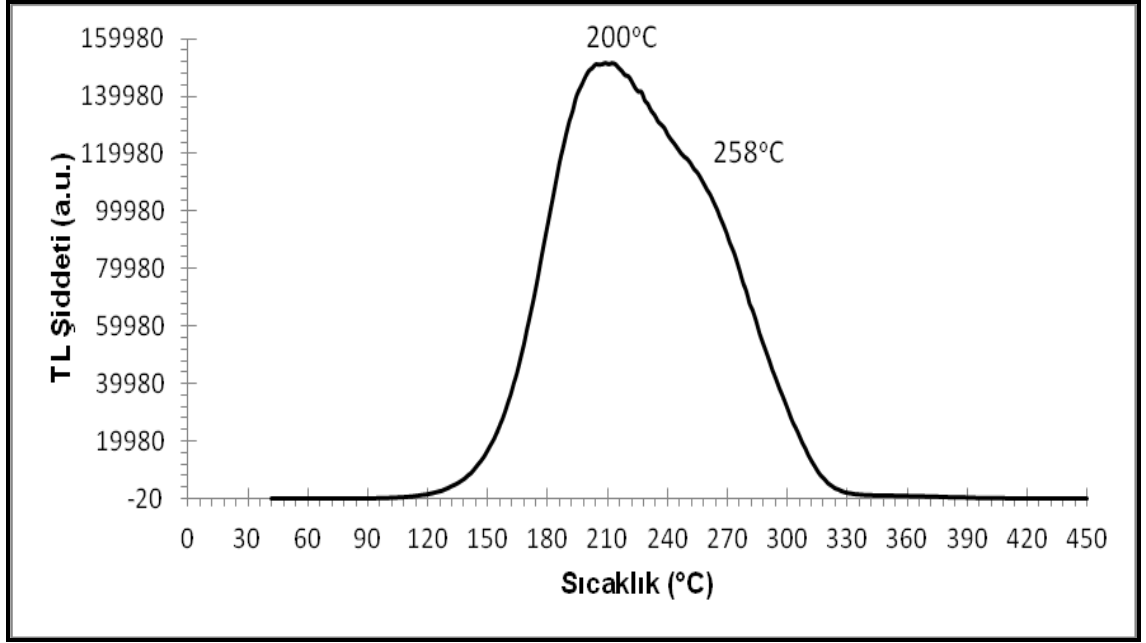
Şekil 4.27.% 4 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışıma eğrisi



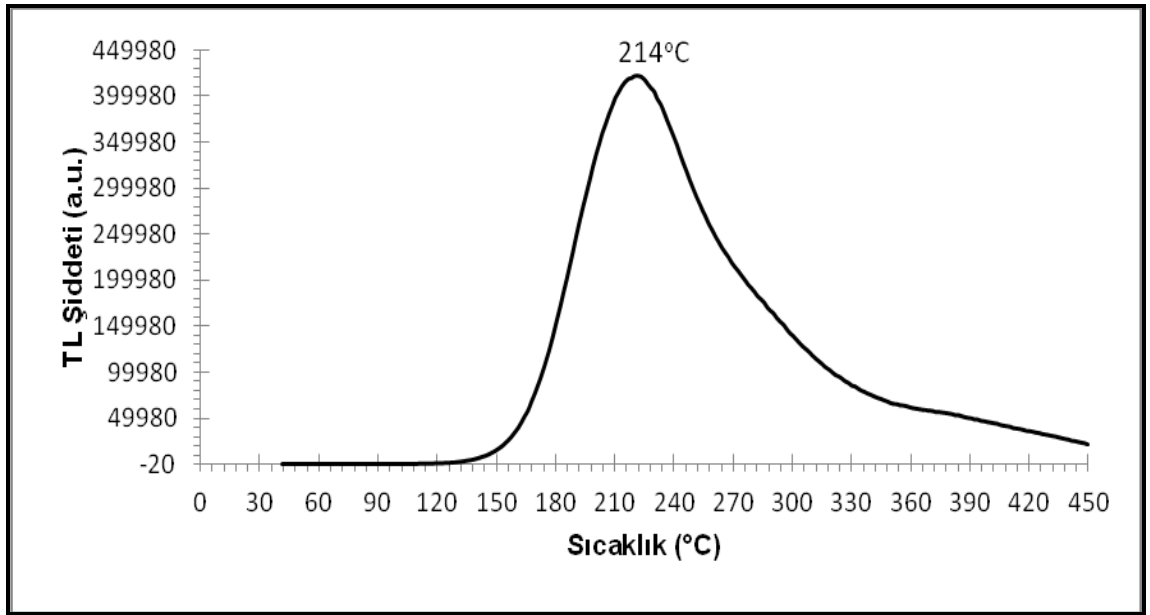
Şekil 4.28. % 4 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışıma eğrisi (800 °C)



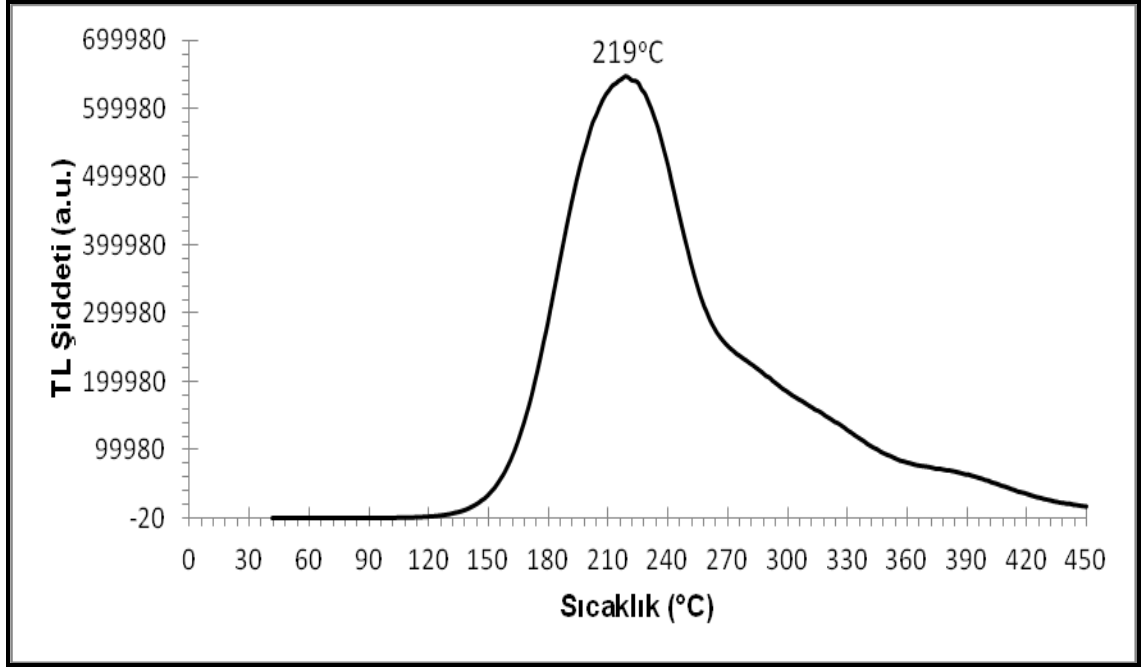
Şekil 4.29. % 4 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışıma eğrisi (900 °C)



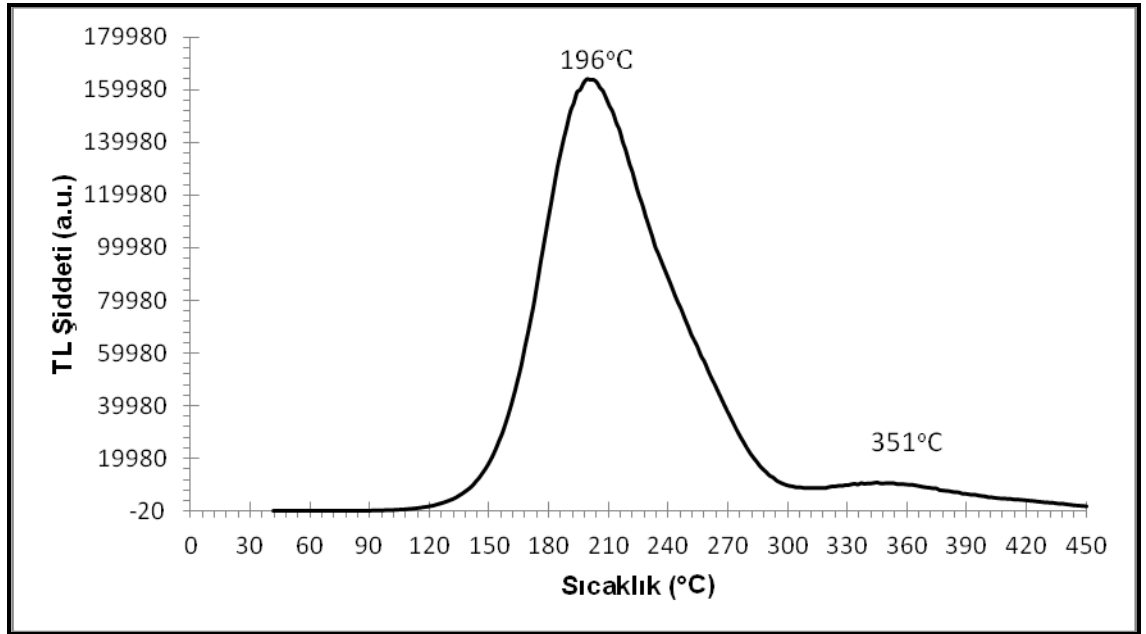
Şekil 4.30. % 4 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışıma eğrisi (950 °C)



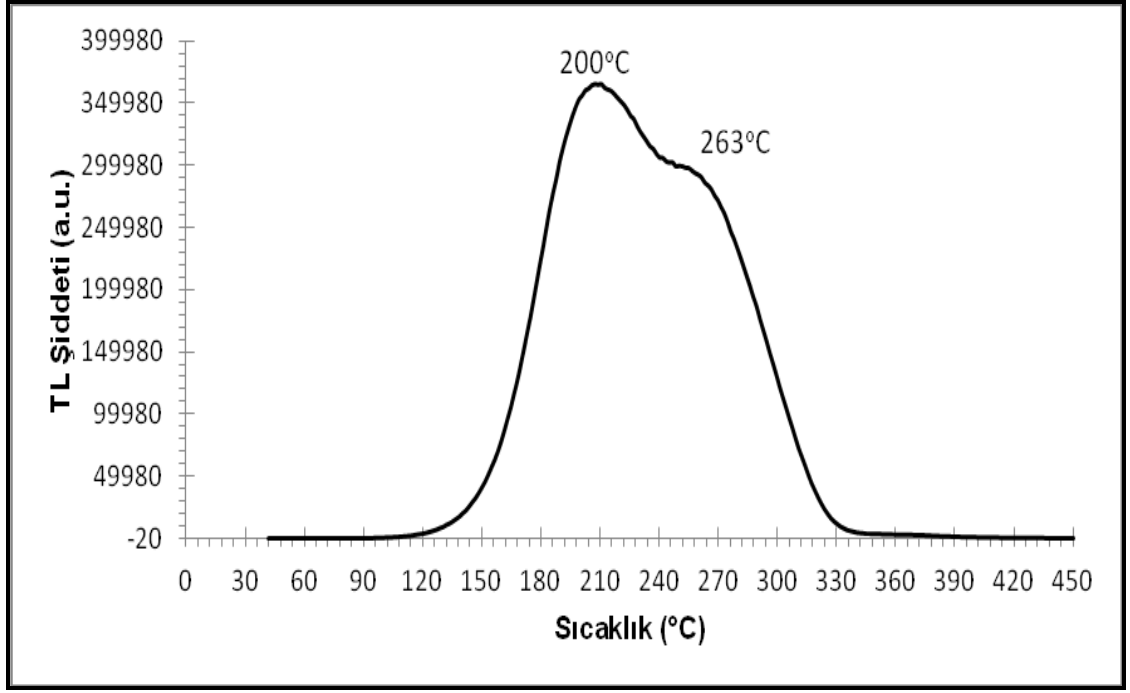
Şekil 4.31. % 5 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışıma eğrisi (700 °C)



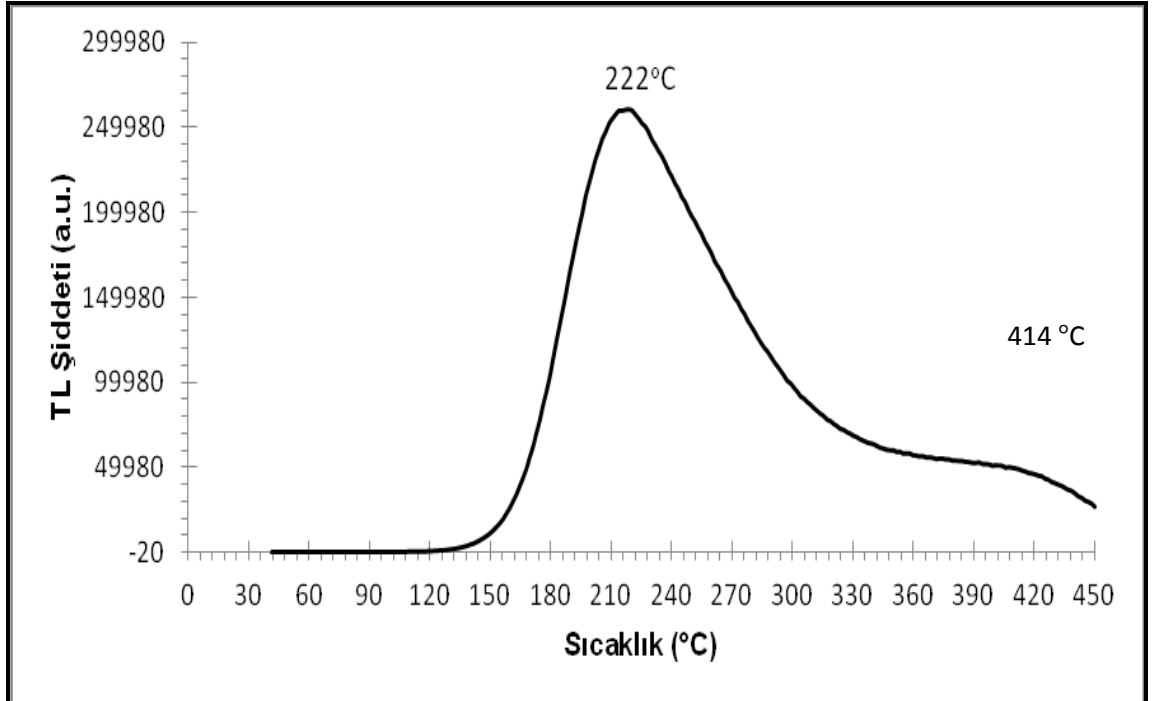
Şekil4.32. % 5 La katkıli çinko borat örneđinin TL ışıma eğrisi (800 °C)



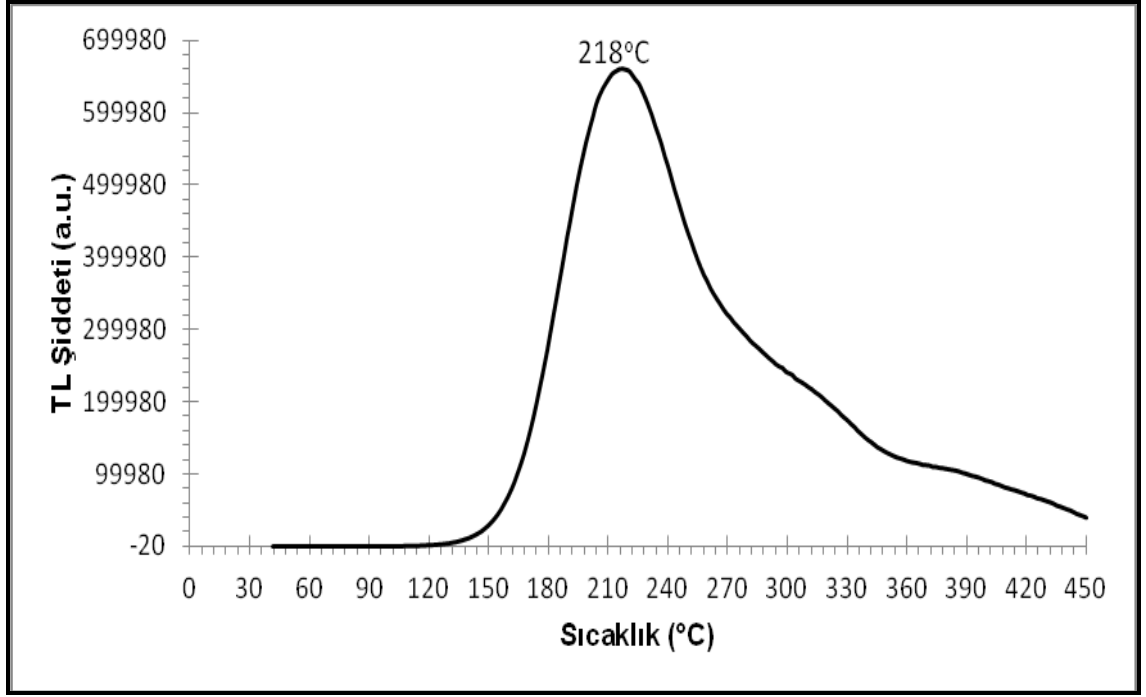
Şekil 4.33. % 5 La katkıli çinko borat örneđinin TL ışıma eğrisi (900 °C)



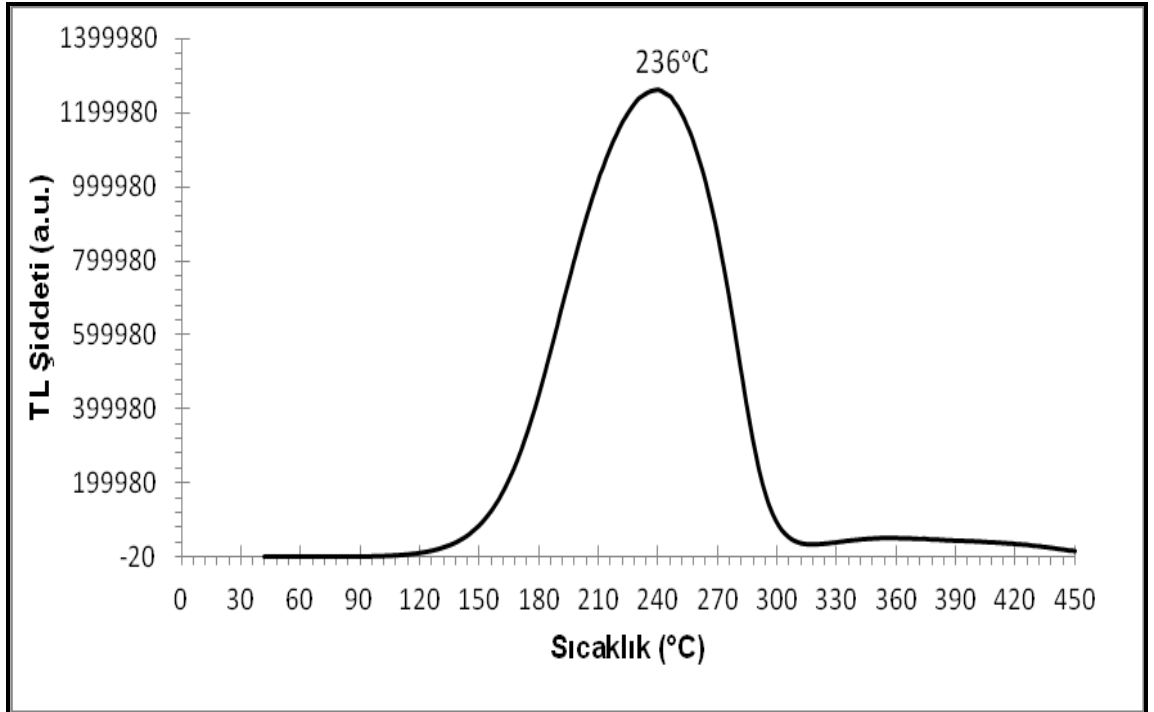
Şekil4.34. % 5 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışıma eğrisi (950 °C)



Şekil4.35. % 10 La katkılı çinko borat örneğinin TL ışıma eğrisi (700 °C)



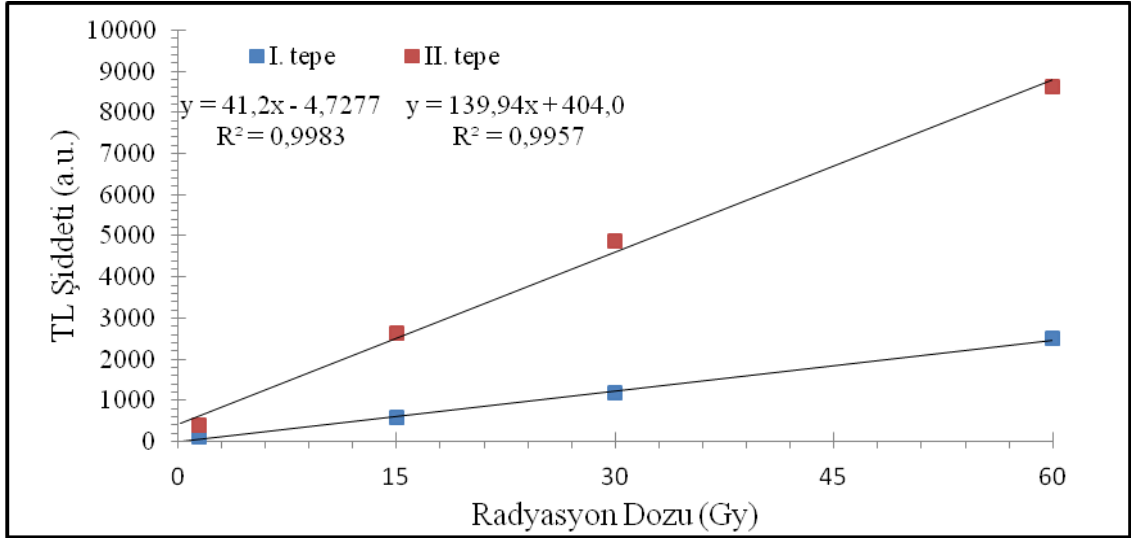
Şekil4.36. % 10 La katkıli çinko borat örneđinin TL ışıma eğrisi (800 °C)



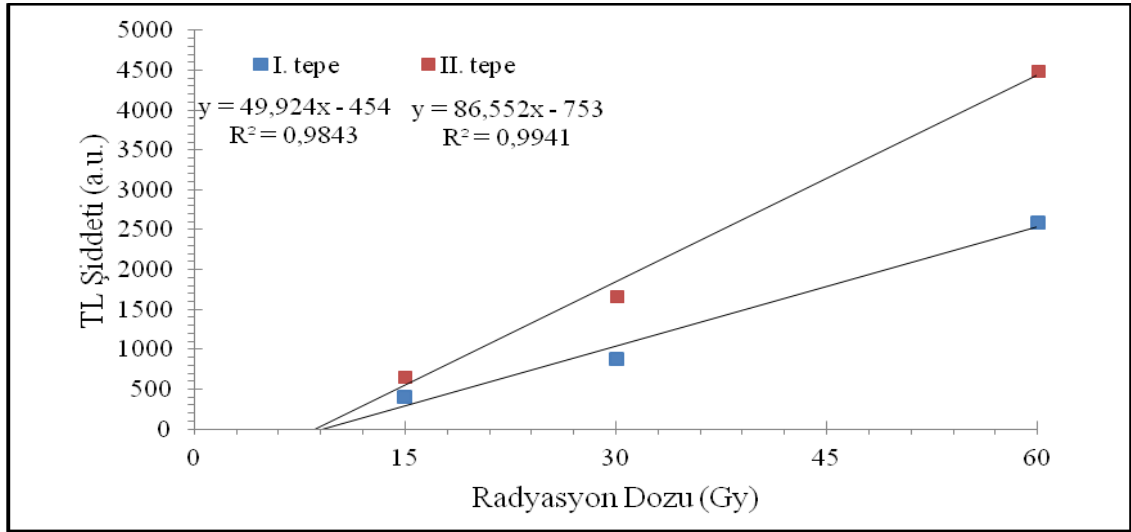
Şekil4.37. % 10 La katkıli çinko borat örneđinin TL ışıma eğrisi (900 °C)

4.3. Radyasyon Doz-Cevap Eğrileri

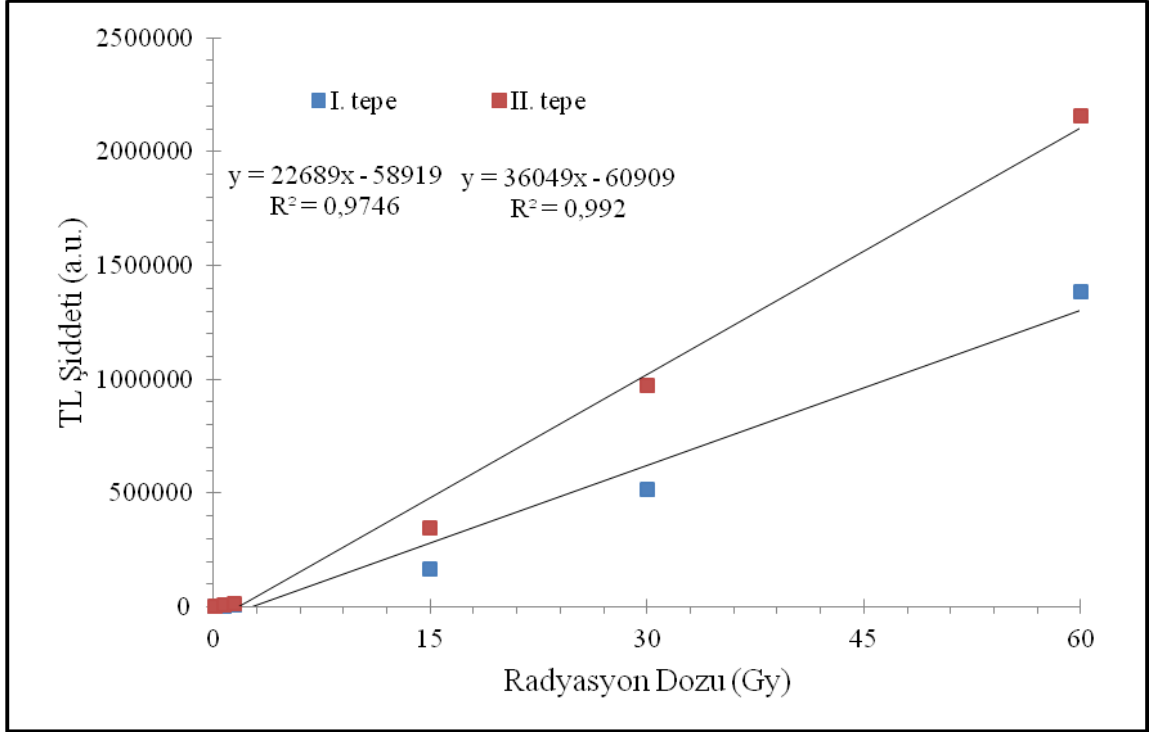
Katkısız ve % 1 - % 10 oranlarında La katkılanmış çinko borat örneklerinin beta kaynağı ile ışınlanmasının ardından örneklerin doz-cevap eğrileri elde edilmiştir. Sırasıyla katkısız ve % 1- % 10 La katkılı çinko borat toz örneklerin radyasyon doz-cevap eğrileri Şekil 4.38 – Şekil 4.62 verilmiştir. Grafiklerden görüleceği üzere, çalışılan doz aralığında TL doz-cevapları (doz bağımlılığı) lineerdir.



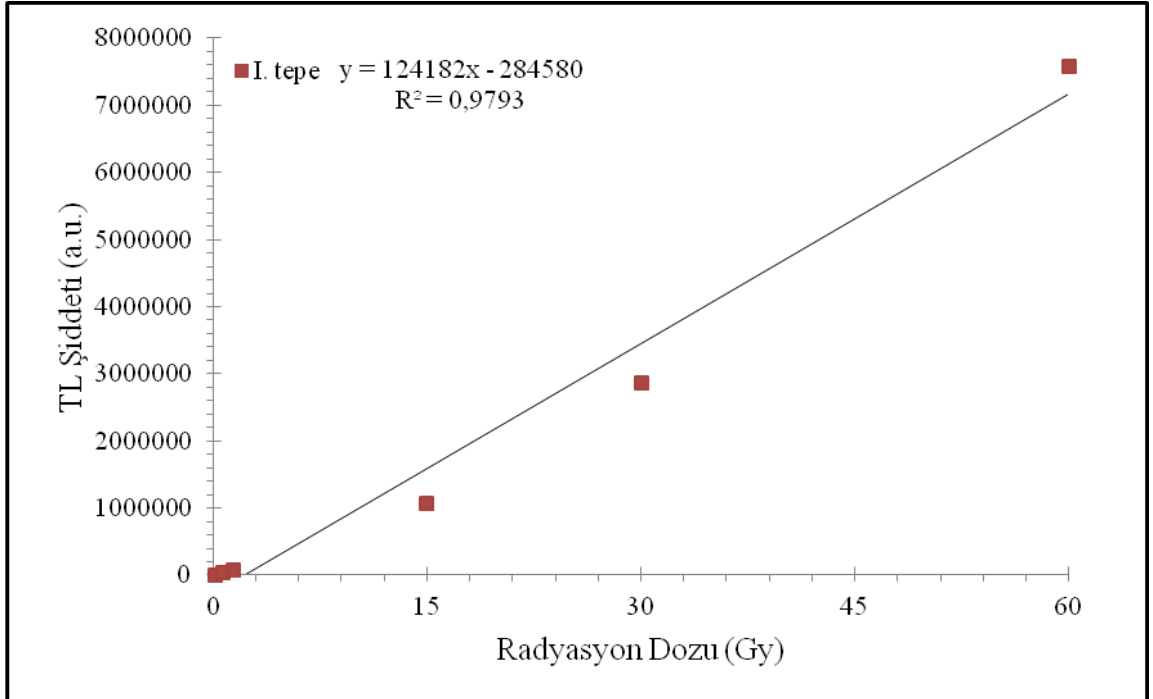
Şekil 4.38. Katkısız çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri



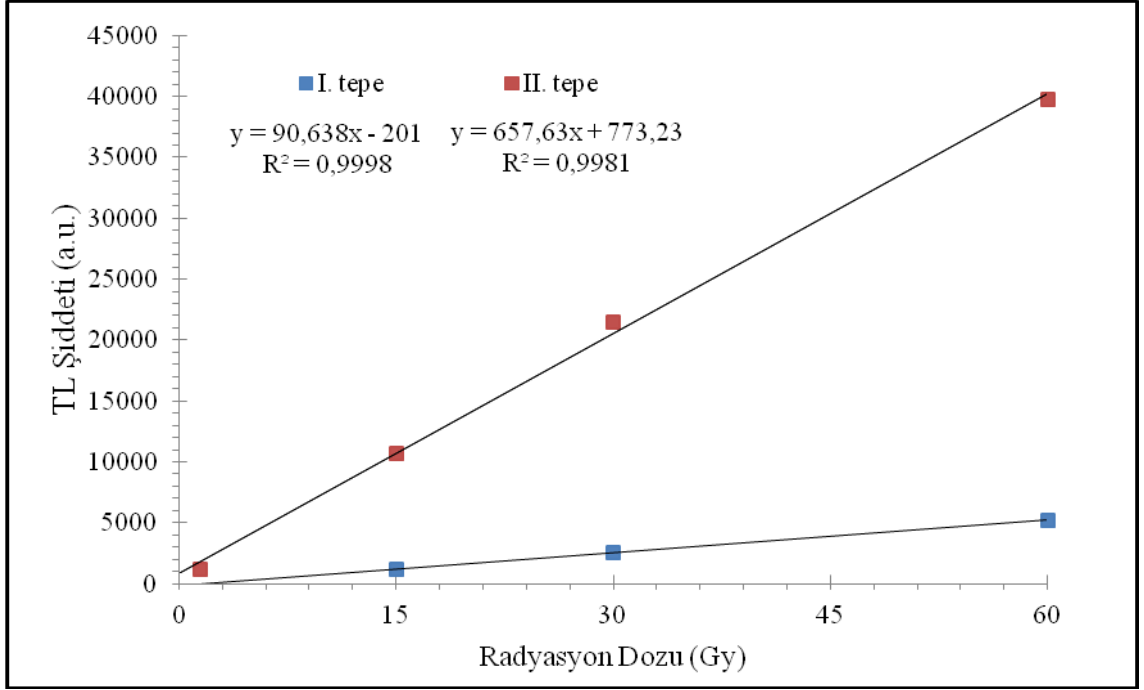
Şekil 4.39. Katkısız çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri (700 °C)



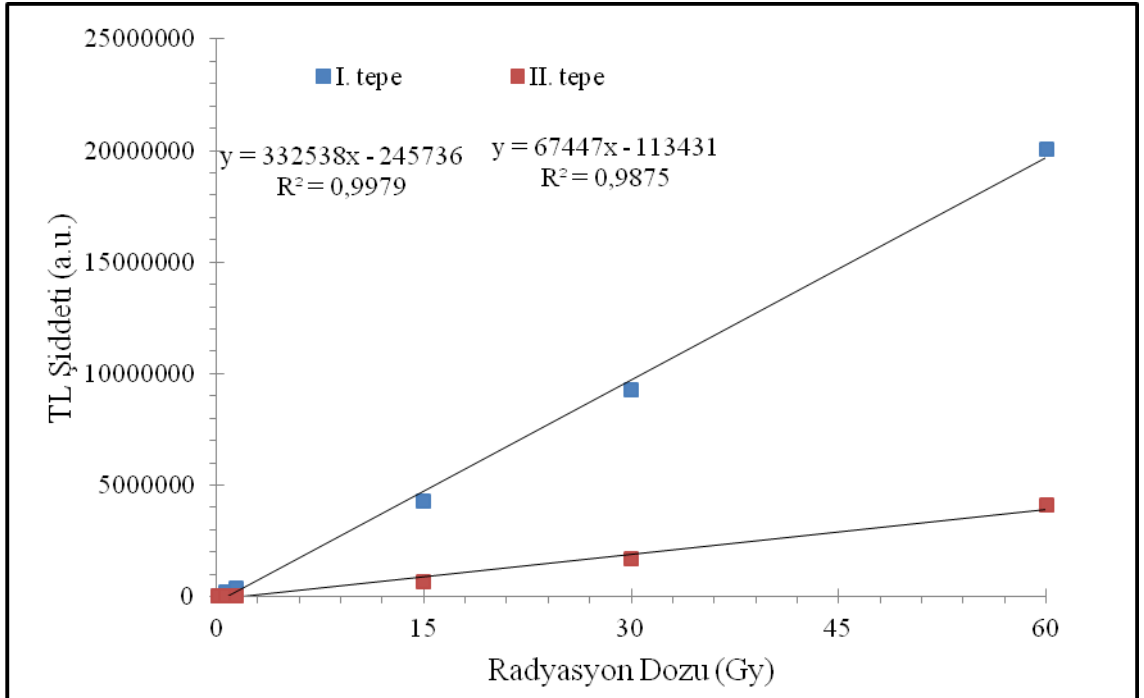
Şekil 4.40. Katkısız çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri (800 °C)



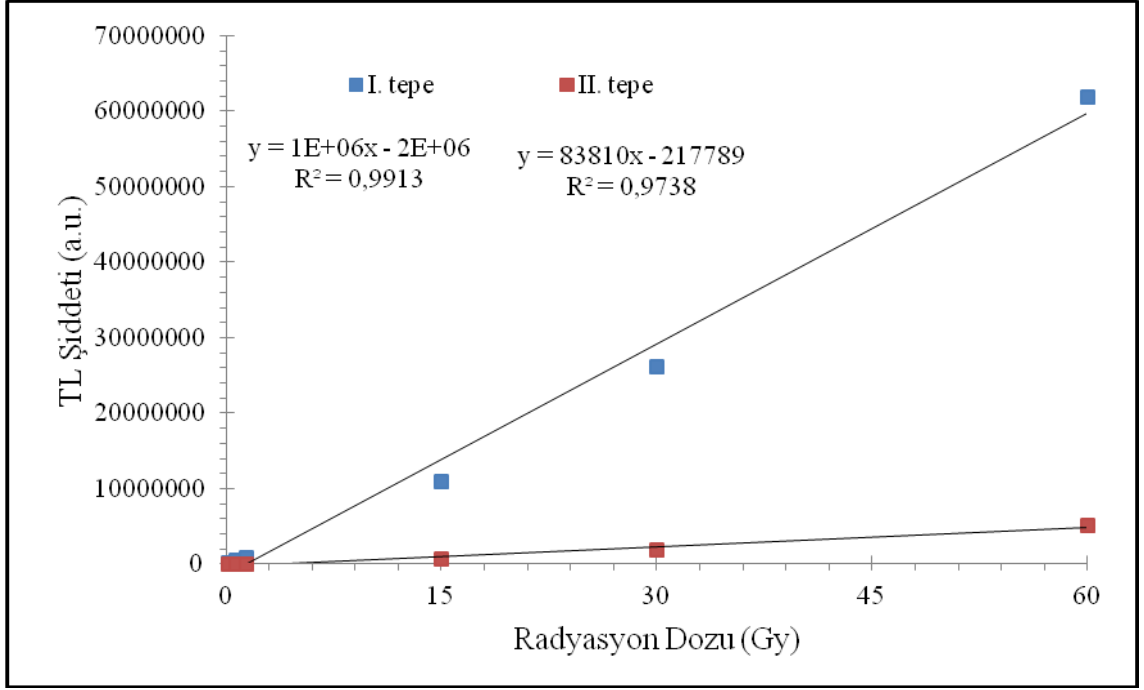
Şekil 4.41. Katkısız çinko borat örneğinin doz-cevap eğrisi (900 °C)



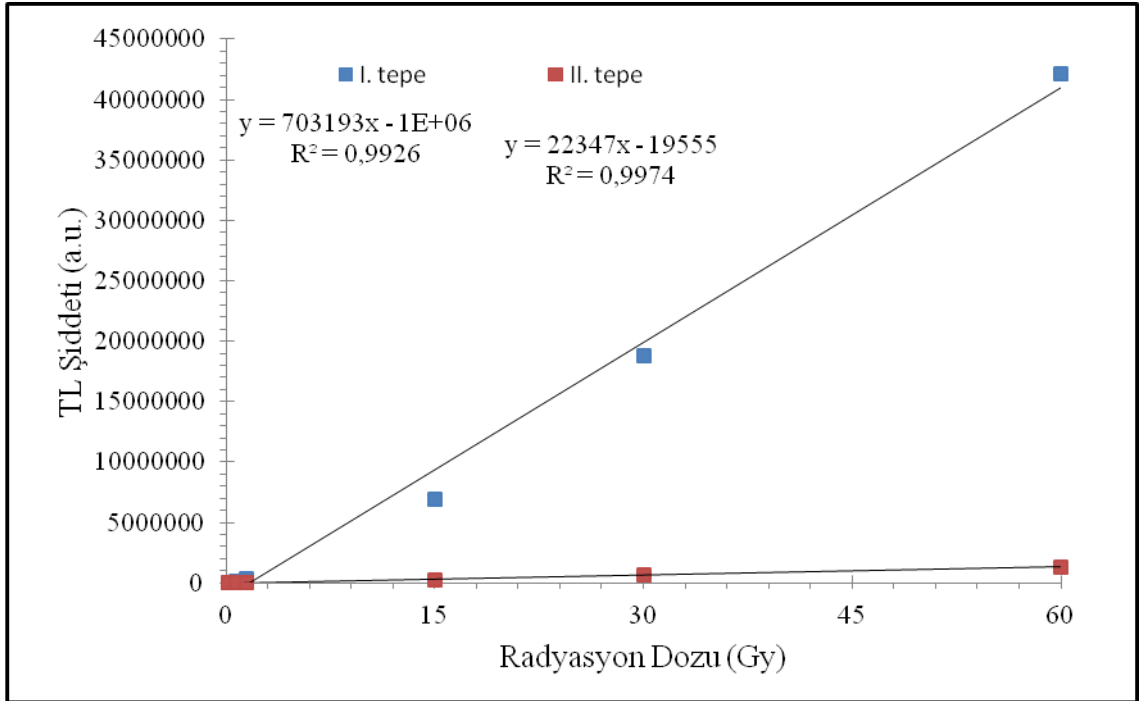
Şekil 4.42. % 1 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri



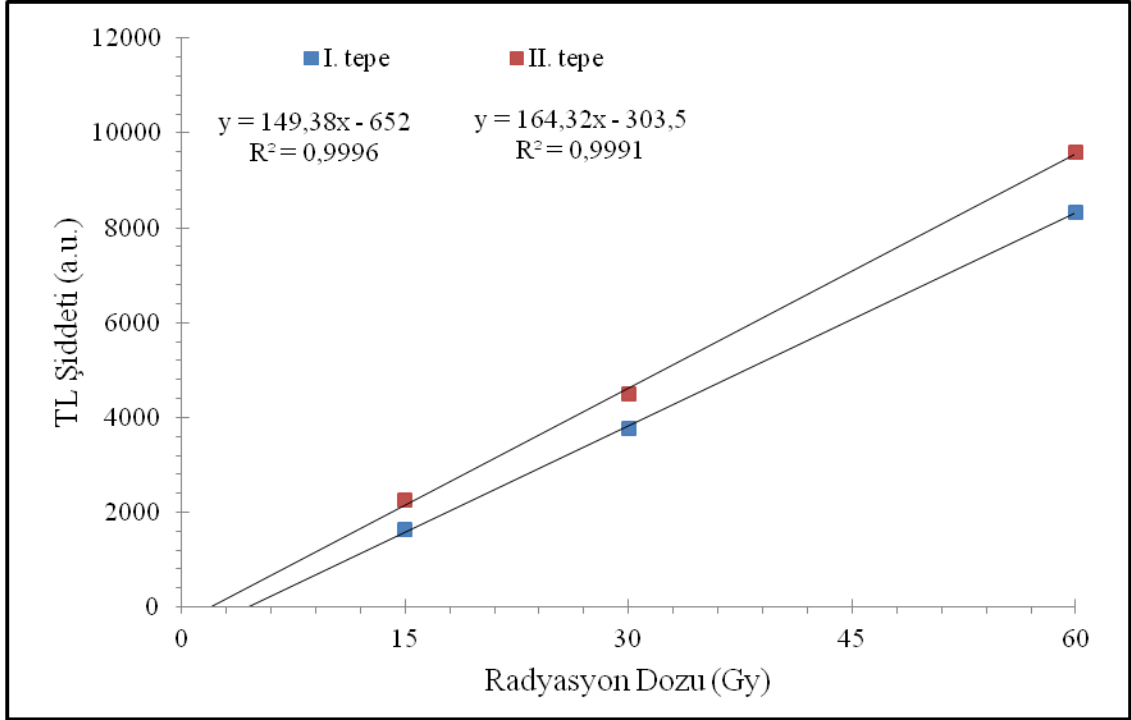
Şekil 4.43. % 1 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri (700 °C)



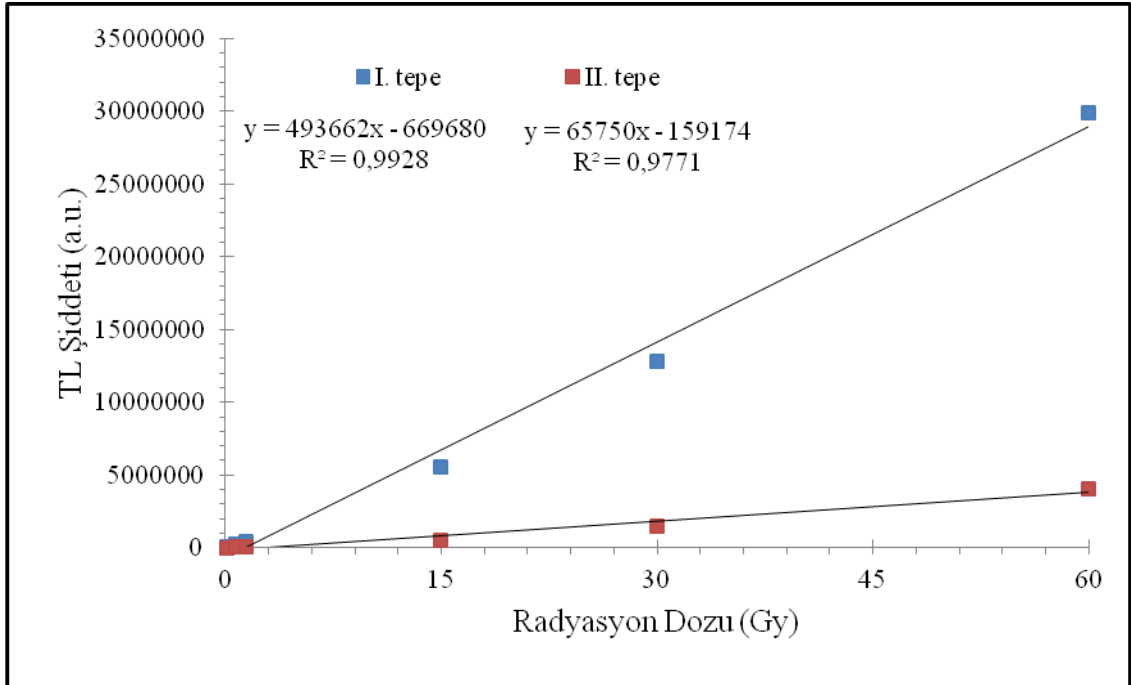
Şekil 4.44. % 1 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri (800 °C)



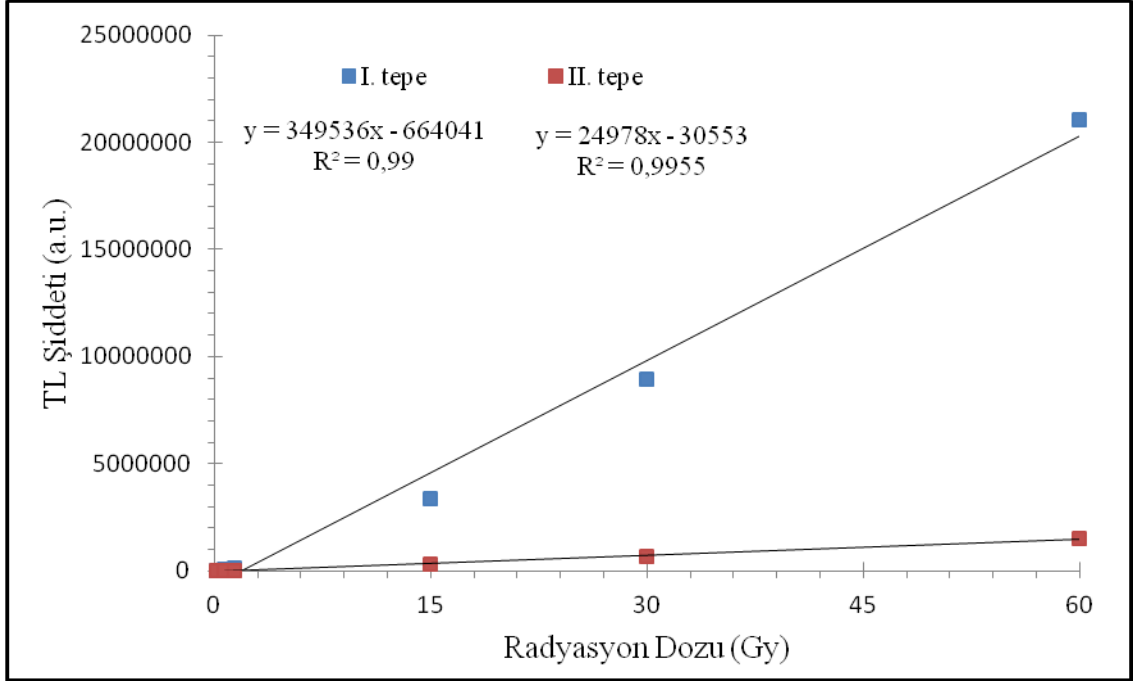
Şekil 4.45. % 1 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri (900 °C)



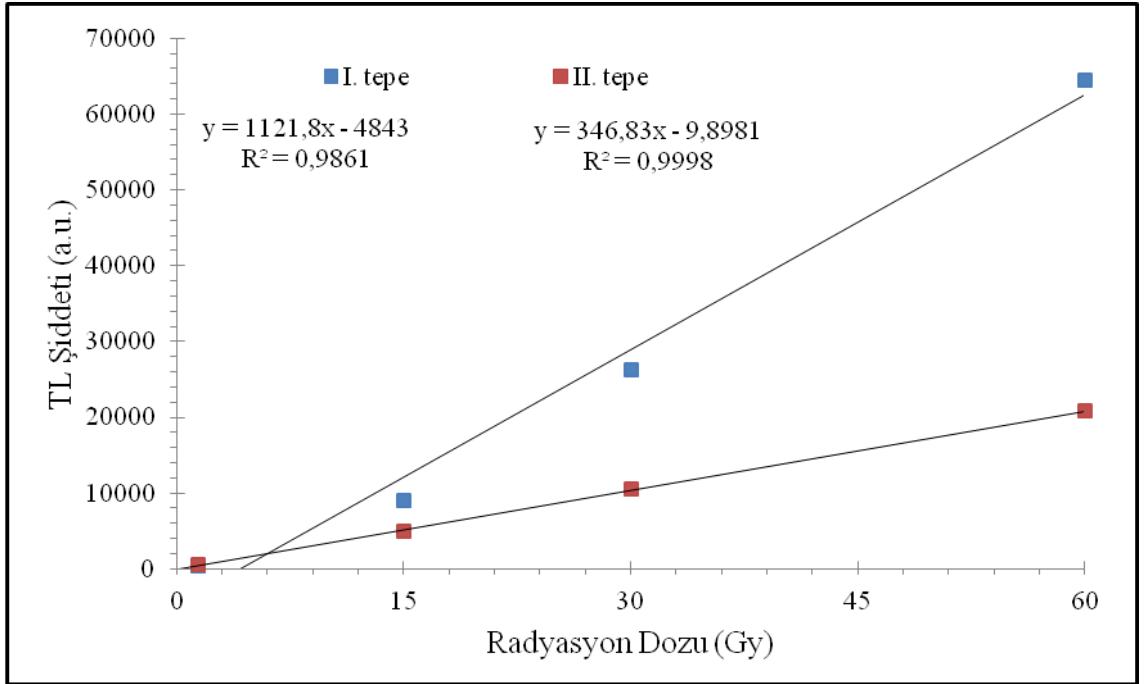
Şekil 4.46. % 2 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri



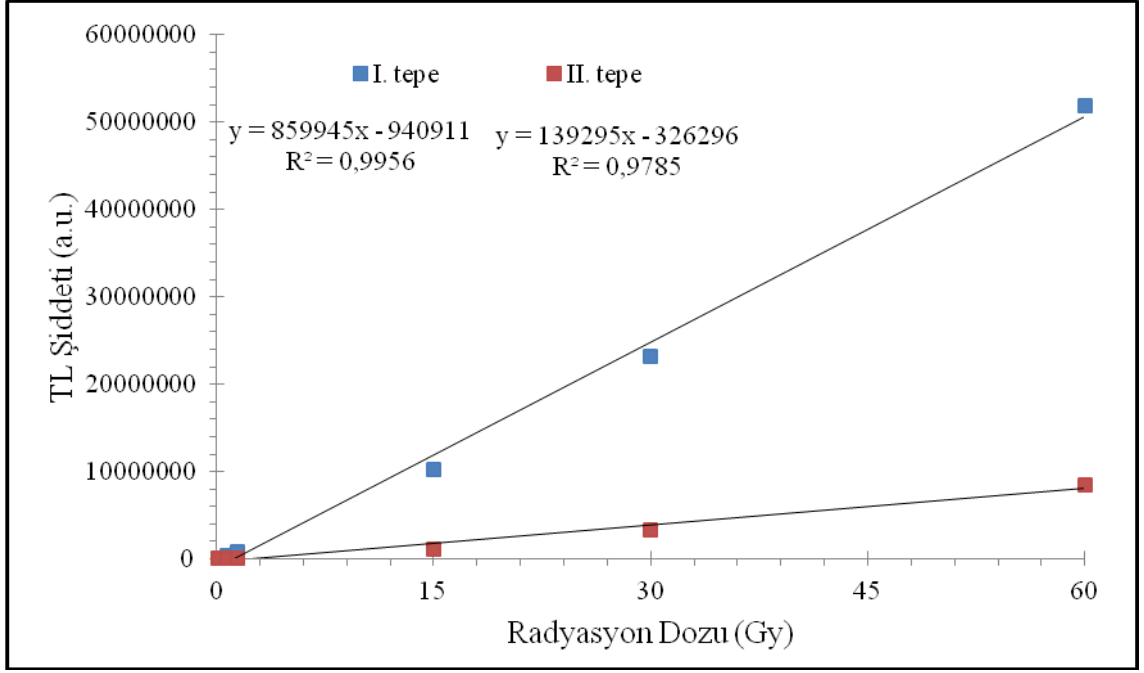
Şekil 4.47. % 2 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri (800 °C)



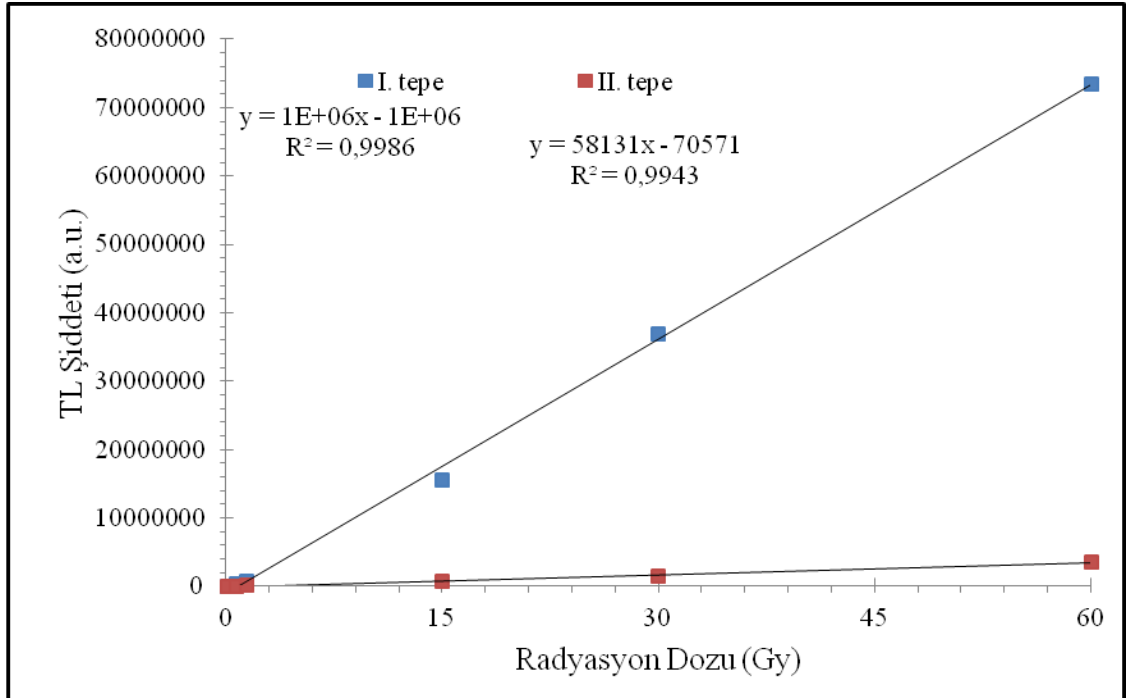
Şekil 4.48. % 2 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri (900 °C)



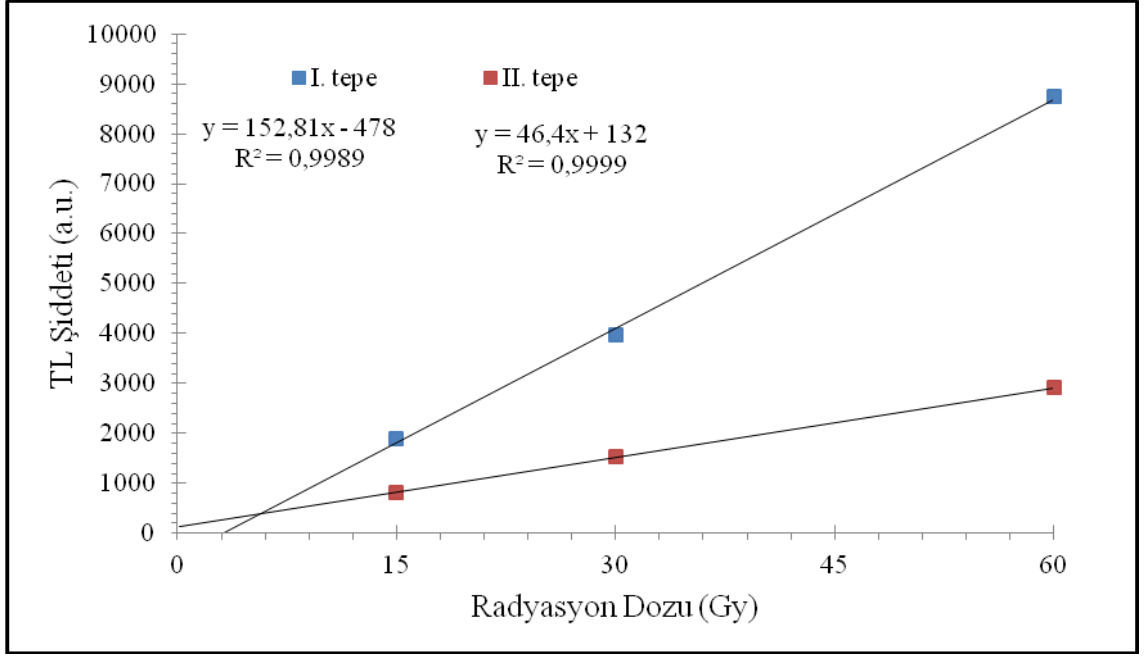
Şekil4.49. % 3 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri



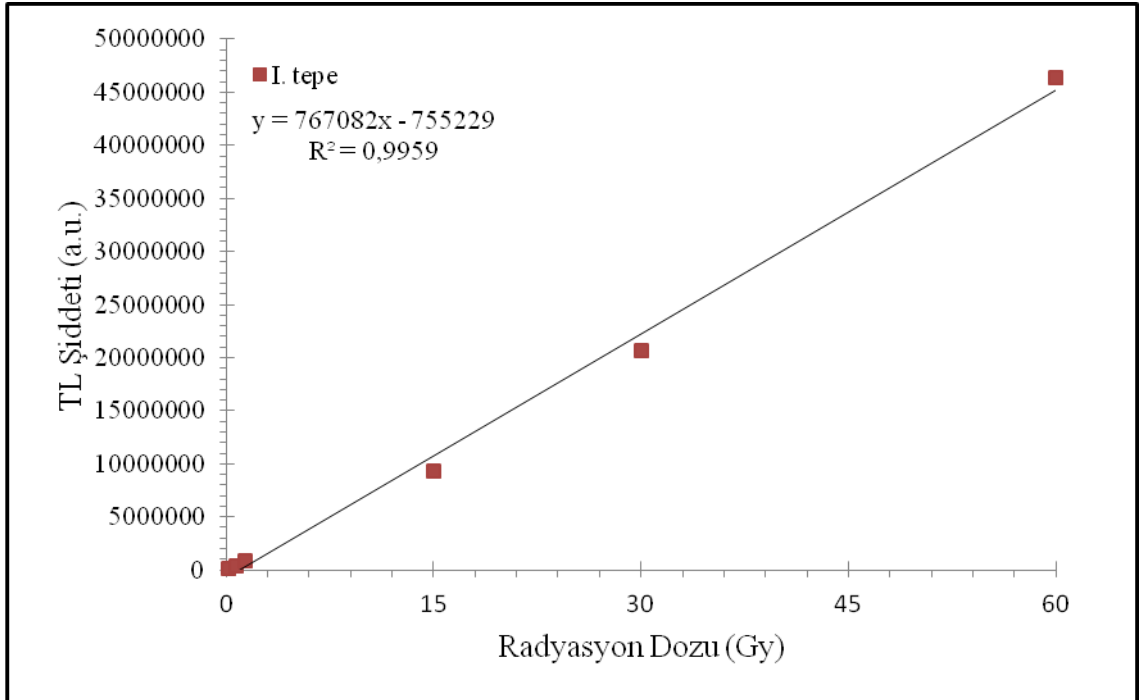
Şekil4.50. % 3 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri (800 °C)



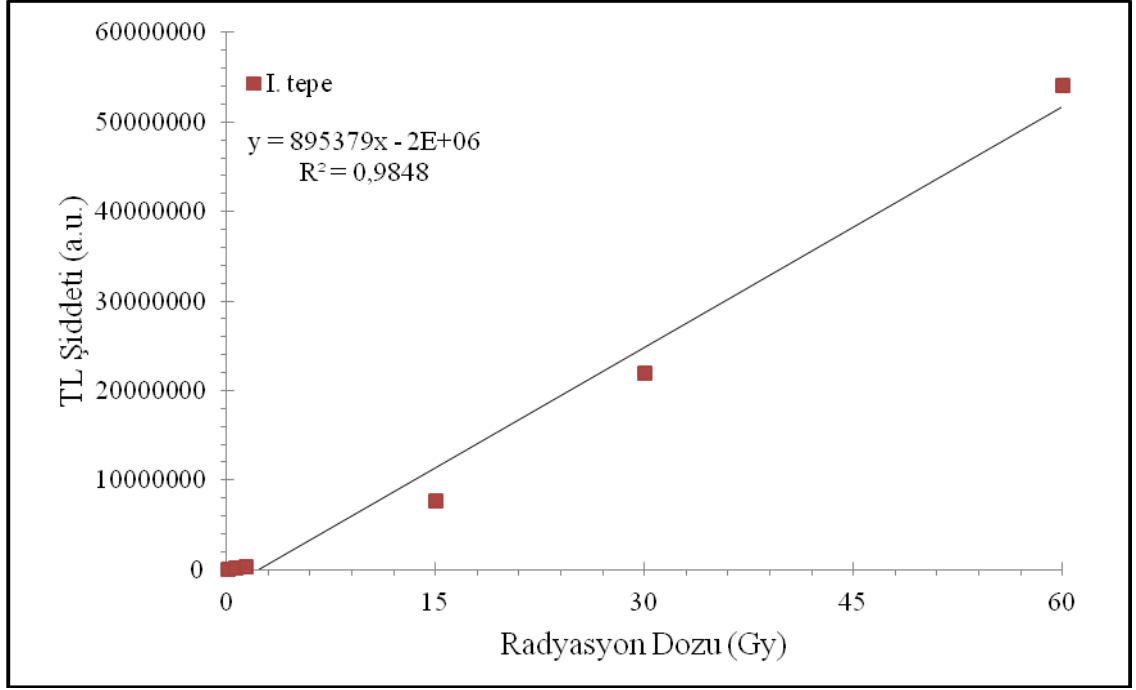
Şekil4.51. % 3 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri (900 °C)



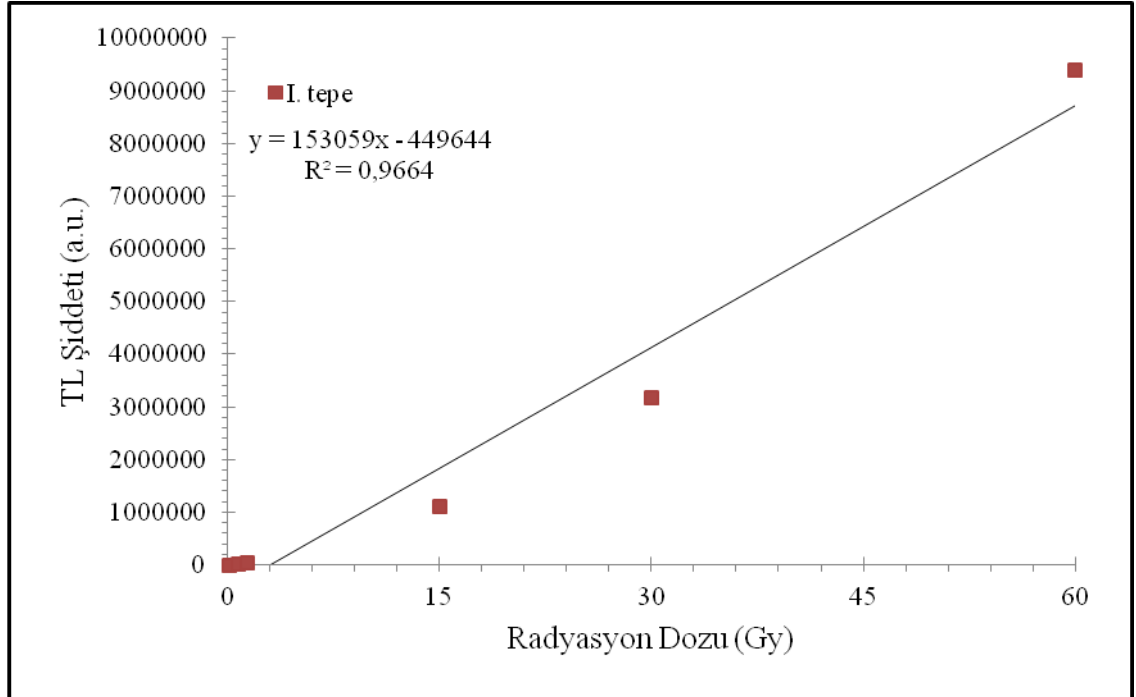
Şekil 4.52. % 4 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri



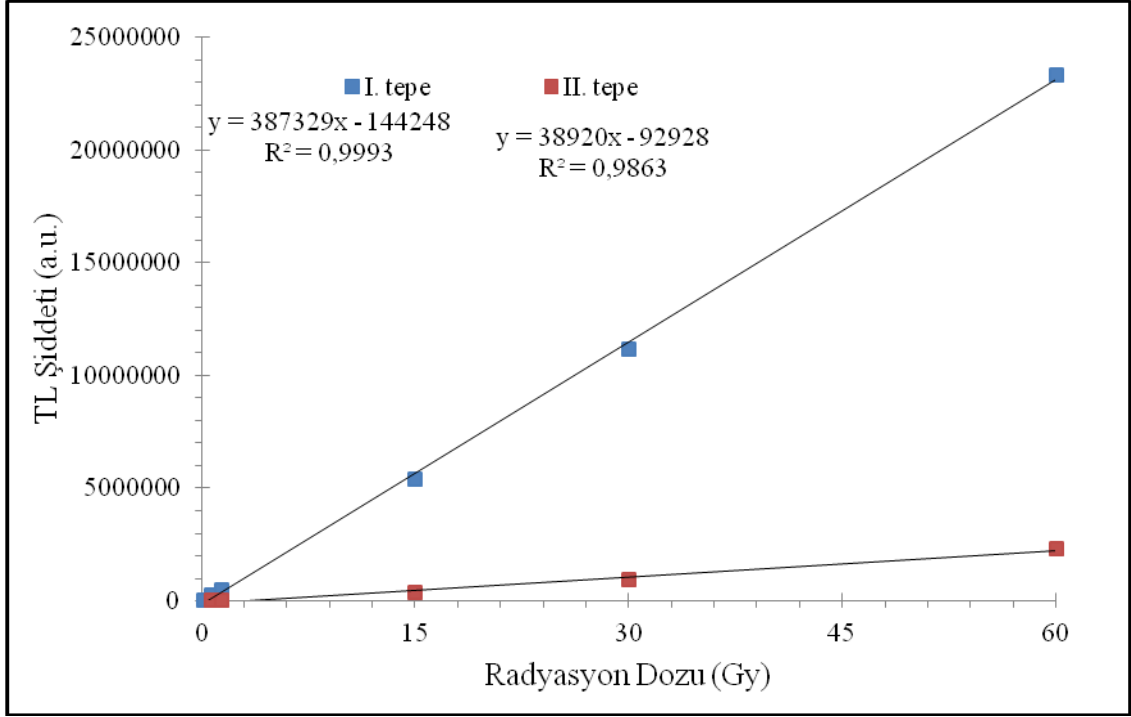
Şekil 4.53. % 4 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrisi (800 °C)



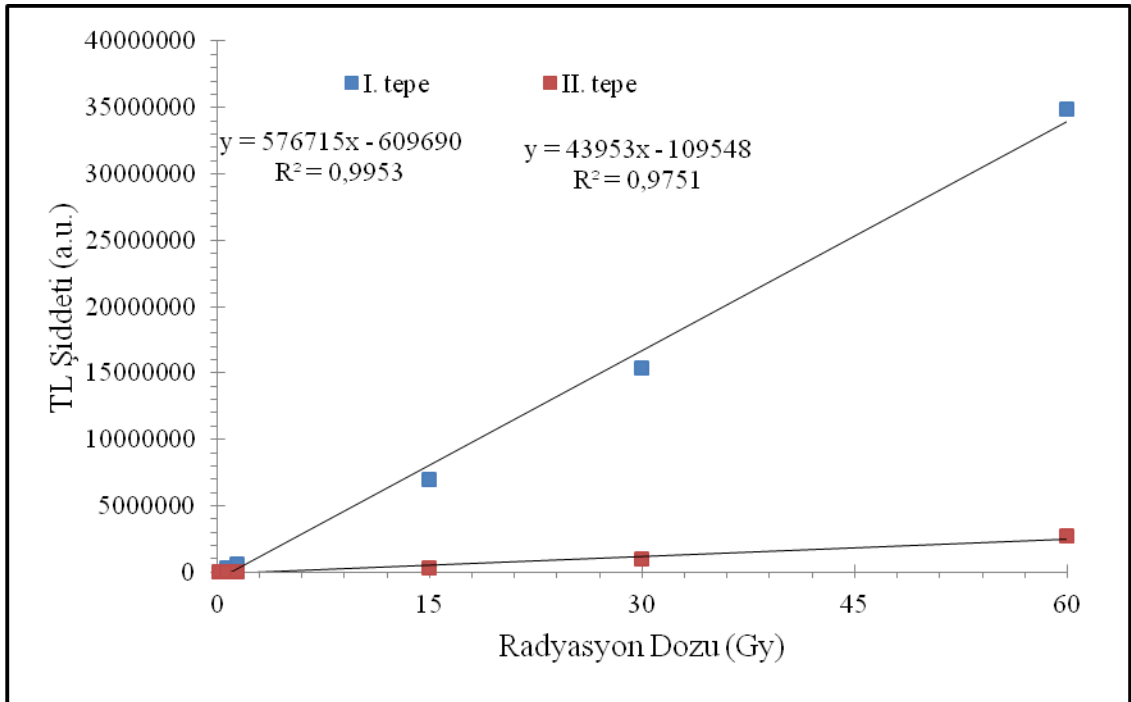
Şekil 4.54. % 4 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrisi (900 °C)



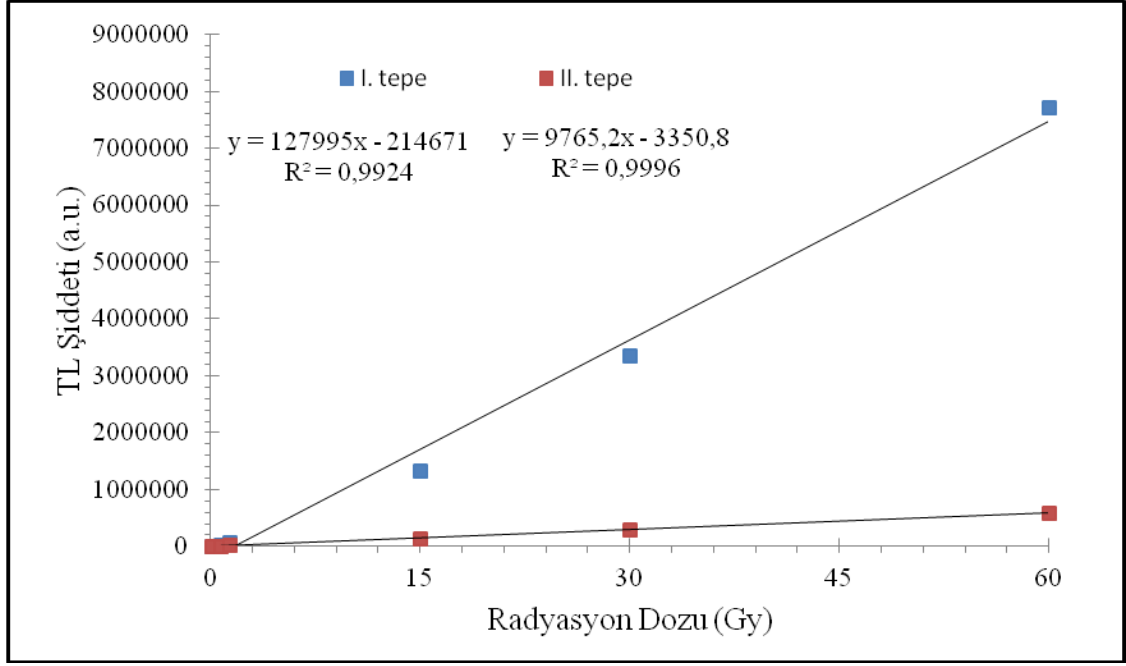
Şekil 4.55. % 4 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrisi (950 °C)



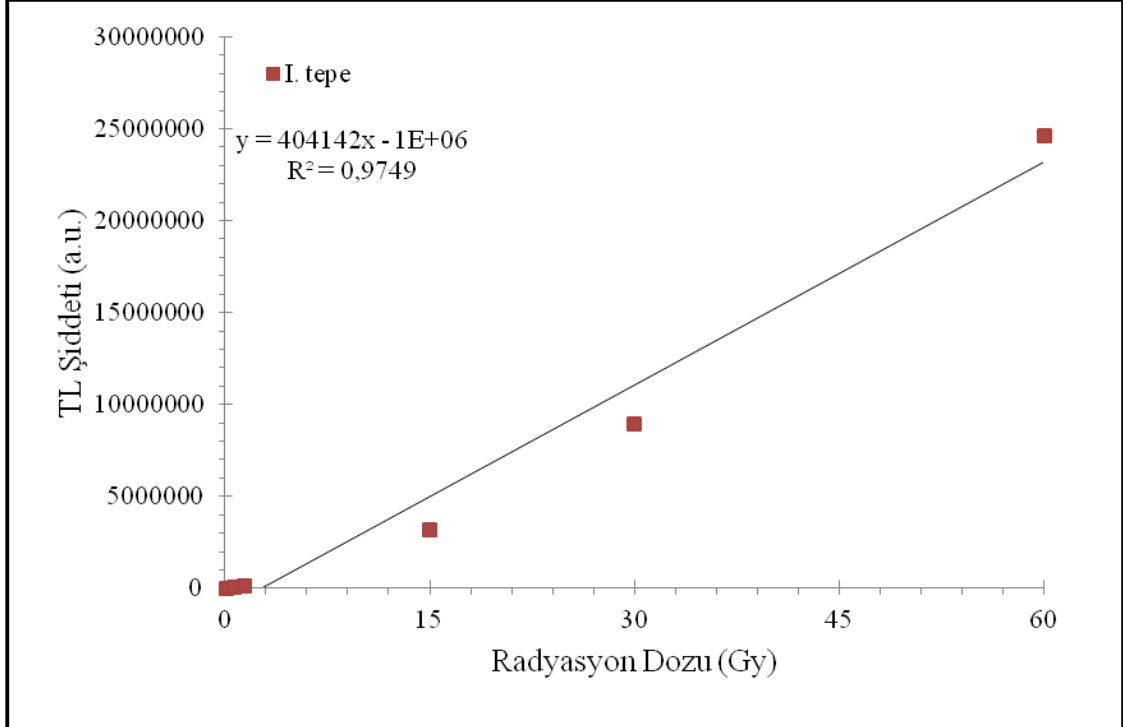
Şekil4.56. % 5 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri (700 °C)



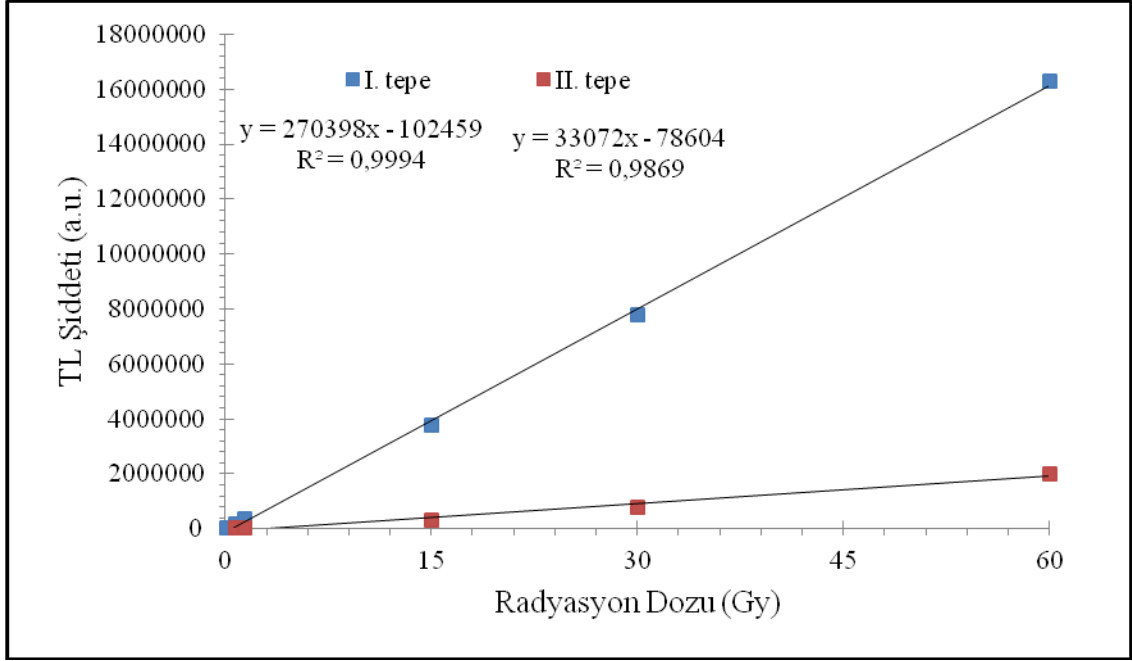
Şekil4.57.% 5 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri (800 °C)



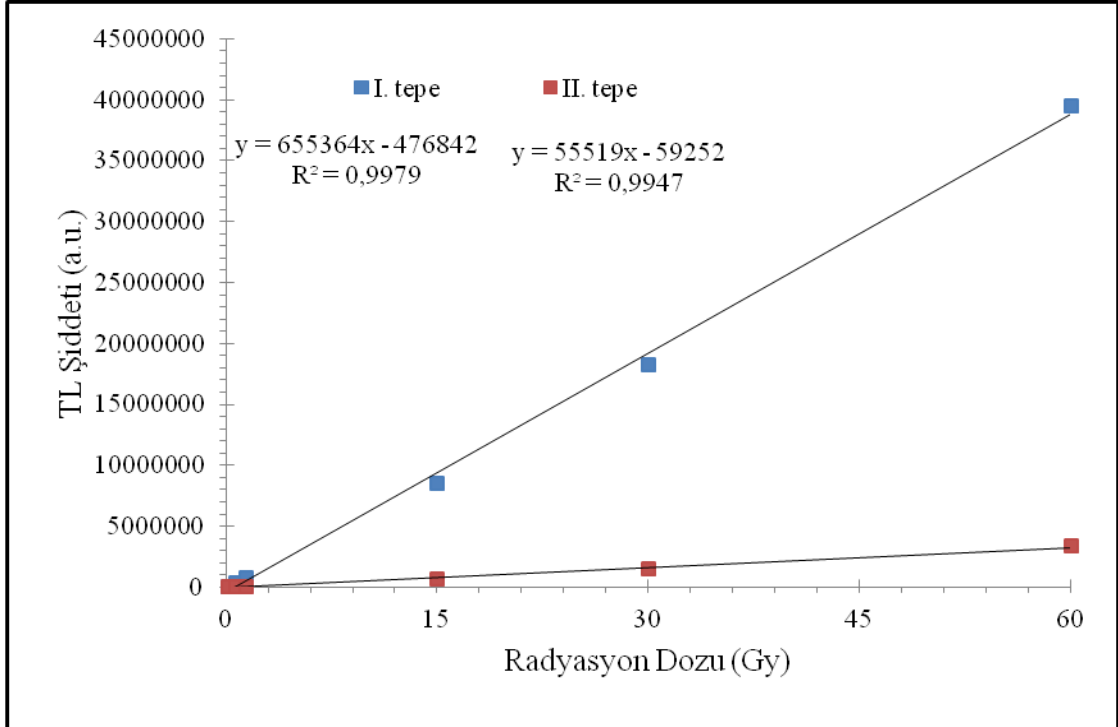
Şekil 4.58. % 5 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri (900 °C)



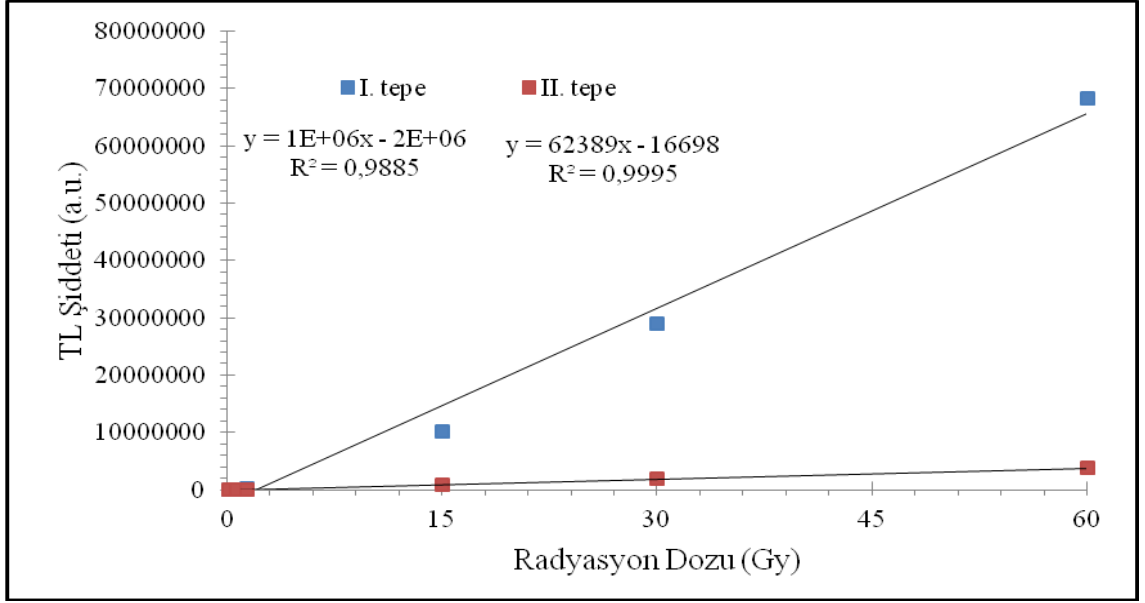
Şekil 4.59. % 5 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrisi (950 °C)



Şekil 4.60. % 10 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri (700 °C)



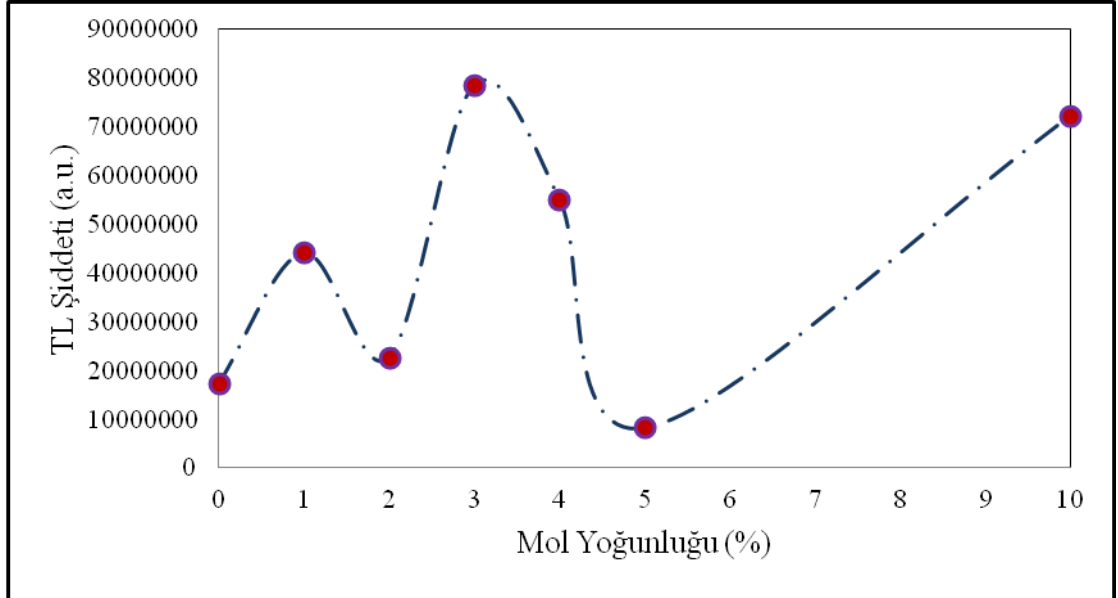
Şekil 4.61. % 10 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri (800 °C)



Şekil 4.62. % 10 La katkılı çinko borat örneğinin doz-cevap eğrileri (900 °C)

4.5. Farklı Katkılama Oranlarının TL Şiddetine Etkisi

Katkı miktarlarıyla (katkisız ve % 1 - % 10) TL şiddeti arasındaki ilişkiyi gösteren grafik Şekil 4.63'de 60 Gy beta radyasyon dozunda ve 900 °C'de sinterlenmiş örnekler için çizilmiştir.

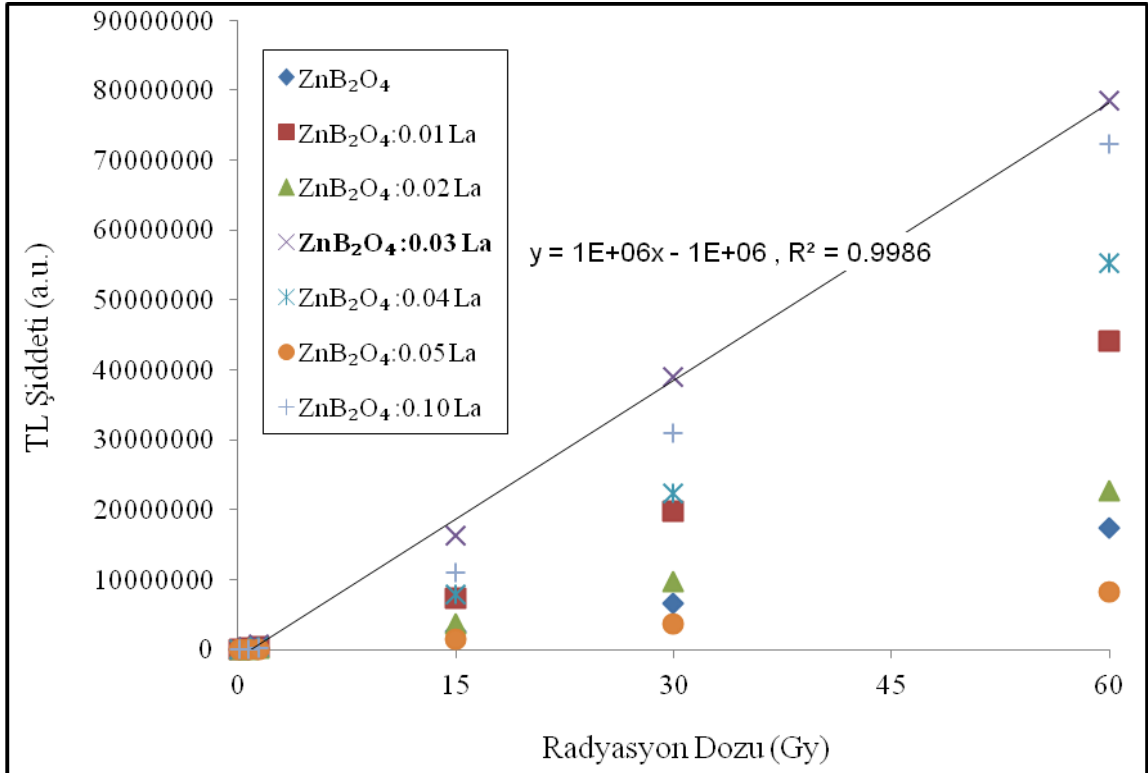


Şekil 4.63. Katkı miktarlarıyla (katkisız ve %1-%10) TL şiddeti arasındaki ilişki (900 °C)

Mol yoğunluğuyla TL şiddeti arasında rastgele bir dağılım vardır. En yüksek TL şiddetine sahip olan örnekten en düşüğe doğru bir sıralama yapıldığında, % 3, % 10, % 4, % 1, katkısız % 2 ve % 5 La katkılı şeklindedir. % 3 La katkı miktarındaki TL şiddeti % 5 La katkı miktarına göre 8 kat artmıştır.

4.6. Farklı Katkılama Oranlarının Artan Radyasyon Dozuna Etkisi

Katkı miktarlarıyla (katkısız ve % 1, % 2, % 3, % 4, % 5, % 10 La) artan radyasyon dozları arasındaki ilişki, 900 °C’de sinterlenmiş örnekler için çizilmiştir. Şekil 4.64’de radyasyon dozuyla TL şiddeti arasında lineerlik görülmektedir.



Şekil 4.64. Katkı miktarlarının (katkısız ve % 1 - % 10) artan radyasyon dozu ile arasındaki ilişki (900 °C)

Özellikle % 3 katkılı örnekte % 99 oranında bir lineerlik vardır. En yüksek TL şiddetine sahip olan örnekten en düşüğe doğru bir sıralama yapılırsa, % 3, % 4, % 1, % 2, katkısız ve % 5 katkılı olarak görülmektedir. % 3 La katkı miktarındaki TL şiddeti % 5 La katkı miktarına göre yaklaşık 8 kat artmıştır. Bu nedenle, radyasyon veriminin en yüksek olduğu örnek %3 La katkılı çinko borat örneğidir denilebilir.

5. TARTIŞMA VE SONUÇ

Bu çalışmada, katkısız ve (% 1 - % 10) oranlarında La katkılı çinko borat toz örneklerin TL tekniğiyle radyasyon dozuna bağımlılığı incelenmiştir. Toz örnekler nitrik asit yöntemiyle sentezlenmiş olup, sentezleme işleminin tam olarak gerçekleşip gerçekleşmediğini görebilmek için XRD analizi yapılmıştır.

700°C'de sinterlenmiş katkısız çinko borat toz örneğinde belirli bir kristal piki gözükmemekte, en keskin pikler ise % 1 La katkılı çinko borat örneğinde gözlenmiştir. Sıcaklık artışı kristallenmeyi arttırdığından, 800 °C'de katkısız çinko borat örneğinde piklerin biraz belirginleştiği, 900 °C sıcaklık için çizilen XRD grafiğinde ise, katkısız çinko borat pikleri tam olarak görülebilmektedir. Sonuçlara göre, en belirgin pikler %1 La katkılı çinko borat örneğinde gözlendiğinden en iyi kristal yapının bu örnekte olduğu söylenilebilir.

143 mGy ile 15 Gy arasında beta dozuyla ışınlanan örneklerden yüksek TL şiddetine 15 Gy beta dozunda rastlanmıştır. Tüm katkılama oranlarında 15 Gy'in altındaki değerlerde TL şiddetleri doz değeriyle birlikte azalmakta ve 1,43 Gy'den 15 Gy'e çıkıldığında TL şiddetinde yaklaşık 80 kat artış görülmektedir. 15 Gy beta radyasyon dozuyla ışınlanan örnekler içinde en yüksek TL şiddetine sahip olanlar, 900 °C'de sinterlenen % 3 La katkılı ve 800 °C'de sinterlenen % 4 La katkılı çinko borat toz örnekleridir. Genel olarak dozimetrik açıdan incelendiğinde, önemli bölge 140 mGy ile 10 Gy arasındadır. Bu bölgede, diğer düşük dozda incelenen örnekler arasında 800 °C'de sinterlenen % 2 La katkılı, 900 °C'de sinterlenen % 3 La katkılı ve 800 °C'de sinterlenen % 4 La katkılı çinko borat örnekleri daha yüksek lüminesans şiddetleri gösterdiği için düşük radyasyon dozlarında kullanılabileceği olasılığının diğerlerine göre yüksek olduğu görülmüştür.

Yüksek doz (60 Gy) verilen örneklerin TL ışıma eğrilerinde ana dozimetrik pikler (özellikle 900°C'de sinterlenmiş örneklerde) yaklaşık 200 °C gözlenmiştir. Bir malzemenin iyi bir dozimetre olarak kullanılması için kullanım uygunluğunun da incelenmesi gerekir. Bu nedenle, dozimetreden elde edilen ışıma eğrisinde tek bir pike sahip olması kullanımı kolaylaştırdığı için tercih edilir.

Tek dozimetrik pike sahip olan örnekler, katkısız (900 °C), % 1 La katkılı (900 °C), % 2 katkılı (900 °C), % 3 La katkılı (900 °C), % 4 La katkılı (800 °C), % 4 La katkılı (900 °C), % 5 La katkılı (700 °C), % 5 La katkılı (800 °C), % 10 La katkılı (800 °C) ve % 10 La katkılı (900 °C) çinko borat toz örnekleridir. Bu örnekler tek ışımaya pikine sahip olduklarından dozimetrik açıdan incelenebilir.

Radyasyon doz cevabının incelenmesi amacıyla ön çalışma olarak örnekler 30 Gy ve 60 Gy radyasyon dozları ile ışınlanmış ve bu dozlar için elde edilen TL şiddetlerinin oranı 2 olan örnekler daha ayrıntılı incelemeye alınmıştır. Buna göre; 2'den büyük değerlerde üst lineer (supralineer), 2'den küçük değerlerde alt lineer (sublineer) olduğu söylenebilir. 2'ye yakın olarak gözlenen örnekler; % 3 La katkılı, % 4 La katkılı, % 1 La katkılı (900 °C), % 2 La katkılı (900 °C), % 3 La katkılı (800 °C), % 3 La katkılı (900 °C), % 4 La katkılı (900 °C), % 4 La katkılı (950 °C), % 5 La katkılı çinko borat örnekleridir. Bu örneklerin, artan radyasyon dozları ile ışınlamalardan elde edilen radyasyon doz-cevap eğrileri yüksek oranlarda lineerlik göstermektedir.

Katkı miktarlarıyla (katkısız ve % 1 - % 10 La) TL şiddeti arasında rastgele bir dağılım vardır. % 3 La katkı miktarında en fazla TL şiddeti gözlenirken % 5 La katkı miktarında en düşüktür. Bu örneklerin radyasyon doz-cevap eğrileri incelendiğinde, TL şiddetleriyle artan radyasyon dozu arasında lineer bir dağılım gözlenmiştir.

Yapılan değerlendirmelerde, minimum ölçülebilir doz (MDD: Minimum Detectable Dose) miktarı doğal fon sayımının 3 katına denk gelen doz değeri olarak belirlenmiştir. Dozimetrik uygulama alanında kullanılabilmesi için bu değer mGy mertebesinde olması anlamlıdır. MDD değerleri %1, %2, %3, %4, %5 ve %10 La katkılı örneklerde sırasıyla 10 mGy, 50 mGy, 10 mGy, 10 mGy, 30 mGy ve 4 mGy olarak belirlenmiştir. Örneklerin lüminesans şiddetlerinin düşük radyasyon dozlarında kullanılabilme olasılığının olduğu gösterilmiştir.

Elde edilen sonuçlardan yola çıkarak bu örneklerin, yeni bir termolüminesans dozimetri malzemesi olma olasılığı taşıdığı söylenebilir.

KAYNAKLAR

- Aitken, M.J.1985.** Thermoluminescence dating. Academic Press, London, 359
- Altun F. 2005.** Bor ve Bor Ürünleri Terminolojisi: Bor, Ulusal Bor Araştırma Enstitüsü, Ankara, s. 7 - 8.
- Altun F. 2005.** Özel Bor Ürünleri: Bor, Ulusal Bor Araştırma Enstitüsü, Ankara, s. 41 - 42.
- Akn, A.2009.** Dy ve Li ile katkılandırılmış CaSO_4 ile Dy katkılandırılmış CaB_4O_7 termolüminesans malzemelerin kinetik parametrelerinin incelenmesi. *Yüksek Lisans Tezi*, Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Nükleer Bilimler Anabilim Dalı, İzmir.
- Baykut, F.1993.** Metalik Elementler: Modern Genel Anorganik Kimya. İstanbul Üniversitesi Yayınları, İstanbul, s. 748.
- Boyle, R.1663.** *Register of the Roy. Soc.*, 1663, 213.
- Chen, R., McKeever, S.W.S.1997.** Theory of Thermoluminescence and Related Phenomena. World Scientific, Singapore, 304.
- Fonda, G.R. 1939.** *J. Phys. Chem.*, 43: 561.
- Furetta, C., Kitis, G., Weng, P.S., Chu, T.C. 1999.** *Nucl. Instr. and Meth. A*, 420: 441.
- Furetta, C.2003.** Handbook of Thermoluminescence. World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd, Singapore.
- Furetta, C., Prokic, M., Salamon, R., Prokic, V., Kitis, G.2001.** Dosimetric Characteristic of tissue equivalent thermoluminescent solid TL detectors based on lithium borate. *Nucl. Instr. and Meth.*, 456: 411-417.
- Garlic, G.F.J., Gibson, A.F.1948.** The Electron Trap Mechanism of Luminescence in Sulphide and Silicate Phosphors. *Proc. Phys. Soc.*, 60, 574-590.
- Göksu, H.Y., Hübner, S.1997.** Retrospective Dosimetry Using The OSL-Pre-Dose Effect in Porcelain. *Appl. Radiat. Isot.*, 48/9, 1231-1235.
- Habiboğlu, C.2008.** Akçakent Floritlerinin Termolüminesans Özelliklerine Tuzak Parametrelerinin Çalışılması. *Yüksek Lisans Tezi*, Çukurova Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Adana.
- Horowitz, Y.1984.** Thermoluminescence and Thermoluminescent Dosimetry. C.R.C. Press, Florida.

Kaya, Ş. 2009. Türkiye kaynaklı doğal kuvarsın lüminesans özellikleri ve geriye dönük dozimetri çalışmalarında kullanımı. *Yüksek Lisans Tezi*, Ankara Üniversitesi Nükleer Bilimler Enstitüsü, Medikal Fizik Anabilim Dalı, Ankara.

Keser, B.K. 2005. Çeşitli termolüminesans dozimetri malzemelerinin ışıma eğrilerinin incelenmesi. *Yüksek Lisans Tezi*, Celal Bayar Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Manisa.

Krane, K.S. 2006. Nükleer Radyasyonların Ölçümü, Nükleer Fizik, Editör: Şarer, B., Palme, Ankara, s. 207-213.

Liu, L.Y. 2006. *Materials Letters*, 60: 639.

Li, J., Zhang, C.X., Tang, Q., Zhang Y.L., Hao J.Q., Su, Q., Wang, S.B. 2007. Synthesis, photoluminescence, thermoluminescence and dosimetry properties of novel phosphor $Zn(BO_2)_2:Tb$, *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 68: 143.

Jiang, L.H., Zhang, Y.L, Li, C.Y., Hao, J.Q., Su, Q. 2010. *Applied Radiation and Isotopes*, 68: 196.

Jiang, L.H., Zhang, Y.L, Li, C.Y., Hao, J.Q., Su, Q. 2007. *Materials Letters*, 61:5107.

McKeever, S.W.S.1995. Luminescence Sensitivity Changes in Quartz as a Result of Annealing. *Radiat. Meas.*, 24: 535-541.

Mc Keever, S.W.S. 1983. Thermoluminescence of solids. Cambridge University Press, Cambridge, pp: 3-19

Schulman, J.H., Kirk, R.D., West, E.J. 1967. Proceedings of the International Conference on Luminescence Dosimetry, Stanford University, CONF-650637, p. 113.

Tugay, H. 2008. Akçakent floritlerinin termolüminesans (TL) karakteristiği üzerine tavlamanın etkisi. *Yüksek Lisans Tezi*, Çukurova Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalı, Adana.

Qihong, Z., Jing, W., Mei, Z., Weijia, D., Qiang S.2006. Luminescence Properties of Sm^{3+} doped $Bi_2ZnB_2O_7$. *Journal of Rare Earths*, 24: 392-395

Vij, D.R. 1998. Luminescence of Solids. *Springer*, Verlag, New York LLC, 446p.

Zheng, Y., Qu, Y., Tian, Y., Rong, C., Wang, Z., Li, S., Chen, X., Ma, Y. 2009. Effect of Eu^{3+} -doped on the luminescence properties of zinc borate nanoparticles. *Colloids and Surfaces A*, 349: 19-22.

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Merve ÇAKIR
Doğum Yeri ve Tarihi : Bursa – 26/08/1986
Yabancı Dili : İngilizce

Eğitim Durumu

Lise : Bursa Atatürk Lisesi – 2004
Lisans : Osmangazi Üniversitesi Fen – Edebiyat Fakültesi
Fizik Bölümü – 2009

İletişim (e-posta) : mrv_1626ckr@stu.uludag.edu.tr
Yayımları :

Küçük, N., Tümsavaş, Z., Çakir M., Almaz, E. 2010. Determination of Mass Attenuation Coefficients, Effective Atomic Numbers and Effective Electron Densities for Different Soils Using Transmission Experiments. 27th International Physics Congress, 14-17 Eylül 2010, İstanbul. (Poster)

Kucuk, N., Cakir, M., Isitman, N.A. 2012. Mass Attenuation Coefficients, Effective Atomic Numbers and Effective Electron Densities For Some Polymers. *Radiation Protection Dosimetry*. doi:10.1093/rpd/nsc091.

Kucuk, N., Cakir M., Isitman N.A. 2012. Determination of Effective Atomic Numbers For Some Polymers. 29th International Physics Congress, 5-8 Eylül, 2012, Bodrum. (Poster)

Küçük, N., Çakir M., K. Kaya Ş., Küçük İ. 2012. Nitrik Asit Yöntemiyle Sentezlenen La Katkılı Çinko Borat Toz Örneklerin Termoluminesans ve Dozimetrik Özelliklerinin İncelenmesi. 29th International Physics Congress, 5-8 Eylül, 2012, Bodrum. (Sözlü Sunum)

Kuçük, N., Tumsavas, Z., Çakir M. 2012. Determination of photon energy absorption parameters for different soil samples. *Journal of Radiation Research*. (Baskıda)