

**ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

DOKTORA TEZİ

Adnan ÖZDEMİR

**METAL VE LANTANİT KATKILI $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ BİLEŞİKLERİNİN
TL VE OSL YÖNTEMLERİYLE DOZİMETRİK
ÖZELLİKLERİNİN VE NÖTRON DOZ CEVABININ
ARAŞTIRILMASI**

FİZİK ANABİLİM DALI

ADANA-2018

**ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**METAL VE LANTANİT KATKILI $Li_2B_4O_7$ BİLEŞİKLERİNİN TL VE OSL
YÖNTEMLERİYLE DOZİMETRİK ÖZELLİKLERİNİN VE NÖTRON
DOZ CEVABININ ARAŞTIRILMASI**

Adnan ÖZDEMİR

DOKTORA TEZİ

FİZİK ANABİLİM DALI

Bu tez .../.../..... Tarihinde Aşağıdaki Jüri Üyeleri Tarafından
Oybirliği/Oyçokluğu ile Kabul Edilmiştir.

.....
Prof. Dr. Zehra YEĞİNGİL
DANIŞMAN

.....
Prof. Dr. Tunç TÜKEN
ÜYE

.....
Prof. Dr. Kasım KURT
ÜYE

.....
Doç. Dr. Ahmet EKİCİBİL
ÜYE

.....
Dr. Öğr. Üyesi. Necmettin NUR
ÜYE

Bu Tez Enstitümüz Fizik Anabilim Dalında hazırlanmıştır.

Kod No:

**Prof. Dr. Mustafa GÖK
Enstitü Müdürü**

**Bu Çalışma Ç. Ü. Araştırma Projeleri Birimi Tarafından Desteklenmiştir.
Proje No: FDK-2017-6833**

Not: Bu tezde kullanılan özgün ve başka kaynaktan yapılan bildirişlerin, çizelge ve fotoğrafların kaynak gösterilmeden kullanımı, 5846 sayılı Fikir ve Sanat Eserleri Kanunundaki hükümlere tabidir.

ÖZ

DOKTORA TEZİ

METAL VE LANTANİT KATKILI $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ BİLEŞİKLERİNİN TL VE OSL YÖNTEMLERİYLE DOZİMETRİK ÖZELLİKLERİNİN VE NÖTRON DOZ CEVABININ ARAŞTIRILMASI

Adnan ÖZDEMİR

ÇUKUROVA ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ FİZİK ANABİLİM DALI

Danışman : Prof. Dr. Zehra YEĞİNGİL
Yıl: 2018, Sayfa: 193
Jüri : Prof. Dr. Tunç TÜKEN
: Prof. Dr. Kasım KURT
: Doç. Dr. Ahmet EKİCİBİL
: Dr. Öğr. Üyesi. Necmettin NUR

Bu çalışmanın ana hedefleri çözelti yanma sentez yöntemi kullanılarak lityum tetraborat ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$) tabanlı yeni Termolüminesans (TL) ve Optiksel Uyarımlı Lüminesans (OSL) dozimetre malzemelerini sentezlemek, yapısal karakterizasyonlarını XRD, SEM ve FTIR tekniği ile sağlamak, dozimetrik özelliklerini detaylı çalışmak ve nötronlara olan hassasiyetini araştırmaktır. Katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'ın TL ve OSL sinyalini arttırmak amacıyla, malzeme yüksek saflıktaki Ca, B, Cu, Ag, Na, Al, Be, metal grup iyonları ve Ce, Yb, Dy, Gd, Tm ve Sm lantanit grup iyonları kullanılarak, tekli ve ikili kombinasyonlar halinde katkılanıp sentezlenmiştir. Sentezlenen malzemelerin kristal oluşumları için 800 °C'de 1 - 4 saat arasında değişen sürelerde sinterlenmiştir. Katkılamalar sonucunda birim doz başına verdikleri TL/OSL sinyali bakımından TL dozimetresi olarak $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ malzemesi, OSL dozimetresi olarak $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ malzemelerinin dozimetrik özellikleri araştırılmıştır. Ayrıca fotolüminesans (PL) ve X-ışını lüminesans (XL) spektrumları çalışılmıştır. Farklı ısıtma hızları, başlangıç artışı, CGCD, FGT ve izotermal sönüm yöntemleri kullanılarak tuzak parametreleri E, b ve s hesaplanmıştır. $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ fosforunun nötrona maruz kaldığında nötron doz-cevabı bir ^{252}Cf nötron kaynağı kullanılarak araştırılmıştır.

Anahtar Kelime: Termolüminesans, Optiksel Uyarımlı Lüminesans, Lityum tetraborat, Dozimetre, X-ışını lüminesans,

ABSTRACT

PHD THESIS

THE INVESTIGATION OF DOSIMETRIC PROPERTIES AND NEUTRON DOSE-RESPONSE OF METAL AND LANTHANIDE DOPED Li₂B₄O₇ COMPOUNDS USING TL AND OSL TECHNIQUES

Adnan ÖZDEMİR

ÇUKUROVA UNIVERSITY
INSTITUTE OF NATURAL AND APPLIED SCIENCES
DEPARTMENT OF PHYSICS

Supervisor : Prof. Dr. Zehra YEĞİNGİL

Year: 2018, Pages: 193

Jury

:Prof. Dr. Tunç TÜKEN

: Prof. Dr. Kasım KURT

: Assoc.Prof. Dr. Ahmet EKİCİBİL

: Asst. Prof. Dr. Necmettin NUR

The main purposes of this study are to synthesize the novel thermoluminescence (TL) and optically stimulated luminescence (OSL) materials based on lithium tetraborate (Li₂B₄O₇) synthesized using solution combustion technique, to provide their structural characterizations with XRD, SEM and FTIR techniques, to study their dosimetric properties in detail and to investigate their sensitivity to neutron exposures. In order to enhance the TL and OSL signals of undoped Li₂B₄O₇, it was doped with high purity Ca, B, Cu Ag, Al, Be metal group ions and lanthanide group ions of Ce, Yb, Dy, Gd, Tm and Sm in single and double combinations. The synthesized materials were sintered at 800 °C for 1-4 hours for the crystal formations. The dosimetric properties of Li₂B₄O₇:Cu,B material as a TL dosimeter and Li₂B₄O₇:Ag and Li₂B₄O₇:Ag,Gd materials as OSL dosimeters regarding the TL/OSL signals per unit dose due to their dopings were investigated. Besides these studies, photoluminescence (PL) and X-ray luminescence (XL) spectrums were studied. The kinetic parameters including E, b and s were estimated using the various heating rate, the initial rise, the CGCD, the FGT and the isothermal decay methods. Neutron dose-response of Li₂¹⁰B₄O₇:Ag,Gd phosphor was investigated under neutron exposure delivered with a ²⁵²Cf neutron source.

Key words: Thermoluminescence, Optically Stimulated Luminescence, Lithium tetraborate, Dosimeter, X-ray luminescence,

GENİŞLETİLMİŞ ÖZET

Tez çalışmasının ana amacı çözelti yanma sentez yöntemi kullanılarak sentetik $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ tabanlı üstün özellik gösteren yeni TL ve OSL dozimetreleri sentezlemek ve sentezlenen malzemelerin dozimetrik özelliklerini TL ve OSL uyarım teknikleri kullanılarak araştırmaktır. Ayrıca üstün dozimetrik özellik gösteren malzeme aynı yöntemle sadece H_3BO_3 'in yerine " $\text{H}_3^{10}\text{BO}_3$ " kullanılarak (10-isotopu ile zenginleştirmek) sentezlenmiş ve TL/OSL ölçümleri ^{252}Cf nötron kaynağı kullanılarak ışınlanmış ve doz-cevap eğrileri elde edilmiştir. TL/OSL ölçümleri Risø TL/OSL DA-20 okuyucu ile her biri 90-140 μm parçaçık boyutuna sahip ~10 mg ağırlığında en az 3 örnek için kenarlıklı diskler kullanılarak çalışılmıştır.

Risø TL/OSL DA-20 okuyucuda yarılanma ömrü 30 yıl olan ve 2,27 MeV'luk maksimum enerjili beta parçaçıkları yayan, 1,48 GBq'lık (40 mCi) aktiviteye sahip $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ beta kaynağı bulunmaktadır. OSL okumaları için cihaz içerisinde bütünleşik olarak bulunan mavi LEDs'ler ($\lambda=470\pm20$ nm) yardımıyla optiksel olarak uyarım sağlanmıştır. OSL uyarım teknikleri arasında araştırmalarda "Sürekli Dalga Uyarım" (CW-OSL) tekniği kullanılmıştır. OSL ölçümü sırasında uyarım ışığı ve malzemeden yayımlanan ışık eş zamanlı olarak kaydedildiğinden uyarım ve emisyon arasındaki dalgaboyu ayırımı yapmak ve detektöre ulaşan saçılmış uyarım ışığından korunmak için cihazda bulunan fotoçoğaltıcı tüpün önüne yerleştirilen Hoya U-340 filtresi (7,5 mm kalınlığında UV bant geçiren filtre) kullanılmıştır. TL ölçümleri için görünür bölgede geçirgenliği olan Schott BG-39 filtresi kullanılmıştır. TL ölçümlerinde ısıtma sırasında oksidasyonu engellemek için ölçümler azot (N_2) gazı ortamında oda sıcaklığından 450 °C'ye kadar kaydedilmiştir.

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ tabanlı sentetik yeni TL dozimetresi geliştirmek amacıyla berilyum (Be), alüminyum (Al), kalsiyum (Ca), boron (B) ve bakır (Cu) iyonları önceden belirlenen konsantrasyon aralığında kütlece % olarak $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'a katkılanıp sentezlenmiştir. Sentezlenen malzemeler kristal yapıya gelmeleri amacıyla 800 °C'de 4 saat boyunca kül fırınında sinterlenmiştir. Sinterlenen malzemelerin TL ölçümleri 1 Gy beta dozuna maruz bırakıldıktan sonra 450 °C'ye kadar kaydedilmiştir. TL eğrileri karşılaştırılıp $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu}$ malzemesinde en ideal yüksek hassasiyetli TL sinyali kaydedilmiştir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu}$ malzemesinin TL sinyalini daha da arttırmak için Cu konsantrasyonu sabit tutularak B iyonu önceden belirlenen konsantrasyon aralıklarında kütlece % olarak alınıp ikili kombinasyon şeklinde sentezlenip ve aynı koşullarda sinterlenip $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu},\text{B}$ elde edilmiştir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu},\text{B}$ 'nin TL ısıtma eğrisi 1 Gy beta test dozu sonrası 140 °C, 10 s süre ile ön ısıtma işleminden sonra kaydedilmiştir. Malzemenin yalın ve yüksek hassasiyetli TL eğrisine sahip olması dozimetrik araştırmalar için umut vadetmektedir. Bu yüzden $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu},\text{B}$ 'nin TL dozimetresi olarak araştırılmasına karar verilmiştir. Sentetik $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ tabanlı yeni OSL dozimetresi

geliştirmek için gümüş (Ag), sodyum (Na), kalsiyum (Ca), alüminyum (Al) iyonları önceden belirlenen konsantrasyon aralığında kütlece % olarak katkılanıp sentezlenmiştir. Sentezlenen malzemeler 800 °C’de 2 saat sinterlenmiştir. Sinterlenen malzemelerin OSL sönüm eğrileri 1 Gy beta doz sonrasında kaydedilmiştir. OSL sinyal maksimumları katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ’ninki ile karşılaştırılmıştır. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ malzemesi karşılaştırmalar sonucunda en yüksek OSL sinyali alınmıştır. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ ’den alınan OSL sinyali, OSL dozimetre araştırmalarında umut vadetmektedir. Bu yüzden $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ malzemesinin dozimetrik özelliklerinin araştırılmasına karar verilmiştir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ malzemesinin OSL sinyalini daha da arttırmak amacıyla, malzemedeki Ag iyon yüzdesi sabit tutularak, lantanit iyonları olan seryum (Ce), iterbiyum (Yb), disporisyum (Dy), gadolinyum (Gd), tulyum (Tm) ve samaryum (Sm) ile önceden belirlenen konsantrasyon aralığında kütlece % olarak kombine edilerek sentezlenip aynı koşullarda sinterlenmiştir. Elde edilen malzemelerin OSL sönüm eğrileri 1 Gy doz sonrasında kaydedilmiştir. OSL sinyali bakımından en yüksek hassasiyet $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ malzemesinden alınmıştır. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ ’dan alınan OSL sinyali yeterli görüldüğünden, OSL dozimetresi olarak araştırılmasına/geliştirilmesine karar verilmiştir. Özetle tez kapsamında $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ malzemesi TL dozimetresi olarak, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ malzemeleri de OSL dozimetresi olarak kullanılmak üzere dozimetrik özellikleri belirlenmeye çalışılmıştır.

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ malzemelerin yapısal karakterizasyon analizleri X-ışını Kırınımı (XRD), Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Fourier Dönüşümlü Infrared Spektrofotometre (FTIR) ile araştırılmıştır. XRD analizi malzemenin kristalografisi hakkında bilgi edinmek için yapılmıştır. Üretilen fazların fonksiyonel grupların titreşim modlarını izlemek amacıyla FTIR ölçümleri yapılmıştır. Malzeme içerisindeki parçacıkların homojen dağılıp dağılmadığını belirlemek (malzemenin morfolojisi) amacı ile SEM görüntüleri kullanılan örneğin farklı kesimlerinde farklı büyütme alınmıştır. XRD ve FTIR sonuçları, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ malzemelerinin başarılı bir şekilde sentezlendiğini göstermiştir.

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ malzemelerinin PL ve XL lüminesans spektrumları çalışılmıştır. Spektrum eğrileri detaylı bir şekilde yorumlanmıştır.

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ ’nın dozimetrik özellikleri TL uyarım yöntemi kullanılarak araştırılmıştır. Dozimetik özelliklerinin araştırılmasında ilk olarak ön ısıtma deneyi yapılmıştır. Bunun nedeni, sıg tuzaklardan gelen kararsız sinyallerin (elektronların) ana dozimetrik TL eğrisine olan katkısının, radyasyon dozu ölçümlerinde büyük belirsizliklere neden olması ve dolayısıyla hesaplanan doz değerinin gerçeği yansıtamamasıdır. Bu yüzden bu etkiyi ortadan kaldırmak veya minimize etmek için malzemenin uygun sıcaklıkta ön ısıtma yapılması ve bu sıcaklıkta bekleme süresinin belirlenmesi önemli olmuştur. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ için ön ısıtma koşulu deneyi yapılmış ve en uygun sıcaklık ve zaman 140 °C, 10 s olarak belirlenmiştir. Uzun bir süre kullanılmayan dozimetrelerin, tekrar kullanım öncesi kristal yapısında

barındırdığı “tuzak” gruplarının yeniden düzenlenmesi ya da tuzaklarda arta kalan elektronların silinmesi amacıyla en uygun sıcaklık ve zaman belirlenerek, malzemenin “tavlama koşulu” deneyi yapılmıştır. Tavlama koşulu için en uygun sıcaklık ve zaman olarak 350 °C, 25 dakika belirlenmiştir. Malzemenin tekrar tekrar kullanılabilirliği 1 Gy beta test dozu sonrası 9 deneysel döngüye kadar çalışılmıştır. Malzemenin lineer olduğu aralığı belirlemek son derece önemlidir ve onun kullanım alanını belirleyen en önemli etmenlerden biridir. Bu amaçla 0,1 Gy’den 20 Gy’e kadar beta doz-yanıt eğrileri kaydedilmiştir. Malzemenin 0,1 ile 20 Gy arasında lineer bir doz cevap eğrisine sahip olduğu belirlenmiştir. Malzemenin algılayabileceği en düşük doz değeri (MDD) ~23 µGy olarak hesaplanmıştır. Dozimetretenin en önemli deneylerinden birisi de farklı enerjilere verdikleri doz-yanıt ölçümleridir. Farklı foton ve elektron enerjilerinde malzemenin 1 Gy doz ile ışınlanarak doz-yanıtları araştırılmıştır. Malzemenin 1 Gy doz sonrası doğrudan güneş ışığına maruz kaldığındaki davranışı ve yeterince karanlık ortamda önceden belirlenen sürelerde bırakıldığında, TL eğrisinin davranışları araştırılmıştır. Farklı ısıtma hızları (VHR), başlangıç artış (IR) ve bilgisayar yardımlı tepe ayrıştırma (CGCD) yöntemleri kullanılarak TL ışıma eğrisinden tuzak parametreleri hesaplanıp sonuçları tartışılmıştır.

Li₂B₄O₇:Ag’ün OSL dozimetrik özellikleri mavi ışıkla uyarılarak ($\lambda=470\pm20$ nm) araştırılmıştır. Malzemenin TL ve OSL okumalarında Hoya U-340 optik filtresi kullanılmıştır. Li₂B₄O₇:Ag’ün ön ısıtma deneyi 0,5 Gy test dozu sonrasında 30-280 °C aralığında OSL tekniği kullanılarak yapılmıştır. Malzemenin en uygun ön ısıtma sıcaklığı 110 °C olarak belirlenmiştir. OSL’den sorumlu TL tuzaklarının kaynağı araştırılmıştır. OSL sönüm eğrisi bileşenlerine ayrıştırılıp her bir bileşene karşılık gelen yaşam-ömrü (life-time) zamanı belirlenmiştir. Malzemenin tavlama koşulu deneyi, önceden belirlenen farklı sıcaklık ve sürelerde yapılmıştır. Malzemenin beta radyasyonuna karşı tekrarlanabilirliği OSL sinyal maksimumu (0-1 saniye arası veri) ve OSL toplam (0-200 saniye arası veri) alınarak 9 deneysel döngüye kadar çalışılmış ve iyi bir tekrarlanabilirliğe sahip olduğu belirlenmiştir. OSL sinyal maksimumu ve OSL toplam alanının 0,1-100 Gy arası beta dozlarına karşı değişimi doz yanıt testi ile çalışılmıştır. Malzemenin lineer olduğu aralıklar her ikisi için belirlenmiştir. MDD değeri hesaplanmıştır. Karanlık ortamda solma (fading) deneyi çalışılmıştır. Farklı ısıtma hızları, izotermal sönüm yöntemi, CGCD yöntemi kullanılarak TL ışıma eğrisinden tuzak parametreleri hesaplamaları yapılmıştır ve sonuçlar tartışılmıştır.

Li₂B₄O₇:Ag,Gd malzemesinin OSL dozimetrik özellikleri OSL uyarım yöntemi ($\lambda=470\pm20$ nm mavi ışık) kullanılarak araştırılmıştır. Malzemenin TL ve OSL okumalarında Hoya U-340 optik filtresi kullanılmıştır. Ön ısıtma (preheat) deneyi genellikle malzemenin ısısal (termal) kararlılığını ve OSL sinyalinden sorumlu TL tuzaklarının kaynağını belirlemek için yapılmaktadır. Li₂B₄O₇:Ag,Gd malzemesi için 0,2 Gy beta doz sonrası ön ısıtma deneyi 30-210 °C arasında yapılmıştır. TL ışıma eğrisi 80 °C (TL Tepe 1) ve 210 °C’de (TL Tepe 2) konumlanan iki tepe maksimumundan meydana gelmektedir. Her iki TL eğrinin

mavi ışığa hassas olduğu belirlenmiştir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ için en uygun ön ısıtma sıcaklığı 120 °C olarak belirlenmiştir. OSL sönüm eğrisi bileşenlerine ayrıştırılıp her bir bileşene karşılık gelen yaşam zamanı değerleri hesaplanmıştır. Malzemenin tekrar kullanılabilirliği 20 deneysel döngüye kadar çalışılmıştır. Malzeme 0,1 Gy'den 500 Gy'e kadar beta radyasyonu altında doz-yanıt eğrileri kaydedilmiştir ve malzemenin lineer olduğu aralık 6,7 Gy ile 500 Gy arası belirlenmiştir. MDD ~17 mGy olarak hesaplanmıştır. Malzemenin TL eğrisi ile OSL sönüm eğrisi arasındaki ilişki çalışılmıştır. 80 °C ve 210 °C TL eğrileri 50, 100, 200 ve 400 s uyarım süreleri altında, önceden belirlenen 30-110 °C (TL-Tepe 1), 110-330 °C (TL-Tepe 2) ve 30-450 °C (Toplam-TL) sıcaklık aralıkları kullanılarak davranışları araştırılmıştır. "TL Tepe 1" eğrisinin birinci derece kinetiğe ($b=1$) sahip olduğu ve "TL Tepe 2" eğrisinin birinci derece olmayan ($b \neq 1$) kinetiği sahip olduğu belirlenmiştir. Malzemenin ana dozimetrik TL eğrisi (TL Tepe 2) kompleks ve karmaşık TL eğrilerden meydana geldiği ve mavi ışığa hassas ve hassas olmayan TL tuzaklarının bulunduğu belirlenmiştir. Toplam TL alanının (30-450 °C) farklı uyarım süreleri altında davranışı, 110-330 °C arasındaki eğrinin davranışının altında yer almaktadır. Bu davranış 350 °C üzerindeki derin tuzaklardan, 110-330 °C bölgesi aralığından sorumlu TL tuzak gruplarına yük transferi ile yani fototransfer ile açıklanmıştır. Ayrıca farklı uyarım süreleri altında "Fark TL eğrisi" TL eğrilerinin davranışları incelenmiştir. Foton ve elektron radyasyonlarına verdikleri doz-yanıt çalışılmıştır. Kısa süreli sönüm ve 4 haftaya kadar karanlık ortamdaki sönüm karakteristiği çalışılmıştır. İzotermal sönüm yöntemi (isotermal TL ve Prompt İzotermal Bozunum-PID), FGT ve CGCD yöntemlerini içeren dört farklı yöntem uygulanarak TL eğrisi için tuzak parametre çalışmaları yapılmıştır. Borik asit yerine 10 izotopu ile zenginleştirilmiş borik asit kullanarak elde edilen $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ malzemesinin ^{252}Cf nötron kaynağı ile 1-10 Gy arası nötron doz cevap eğrisi çalışılmıştır.

TEŞEKKÜR

Bu doktora tez çalışması boyunca bana yardımcı olan ve her türlü desteğini esirgemeyen, yapıcı ve yönlendirici fikirleri ile bana daima yol gösteren danışmanım Sayın Prof. Dr. Zehra YEGİNGİL'e çok teşekkür ederim. Çalışmalarında bilgi ve deneyimleriyle bana yardımcı olan Mersin Üniversitesi Fizik Bölümü Öğretim Üyesi Prof. Dr. Kasım KURT' a teşekkür ederim. Malzeme sentezlemelerim boyunca benimle deneyimlerini paylaşan Çukurova Üniversitesi FEF Kimya Bölümü Öğretim Üyeleri olan Sayın Prof. Dr. Tunç TÜKEN'e, Prof. Dr. Gülfeza KARDAŞ'a teşekkür ederim. Malzeme sentezleme aşamasında yardım eden ve laboratuvarlarında gerekli cihazları kullanmamı sağlayan Ç.Ü FEF Fizik Bölümü Öğretim Üyesi Prof. Dr. Bekir ÖZÇELİK'e, Prof. Dr. Ramazan ESEN'e, Doç. Dr. Ahmet EKİCİBİL'e , Adana BTÜ Öğretim Üyesi Dr. Öğr. Üyesi Mustafa AKYOL'a ve Ç.Ü Kimya bölümü Arş. Gör. Gökmen SİĞİRCİK'a, Eylül Büşra Heraytani'ye, doktora öğrencisi Merhan KILIÇ'a teşekkür ederim. Doktora çalışmalarım boyunca Spektrum-FTIR ölçümleri için laboratuvarlarından faydalanmamı sağlayan Çukurova Üniversitesi FEF Kimya Bölümü Prof. Dr. Halime PAKSOY'a, Dr. Fatih TEZCAN'a yardımlarından dolayı teşekkür ederim. X-ışını Lüminesans ölçümlerinde desteğini esirgemeyen ve ölçümlemleri alan Mersin Üniversitesi FEF Fizik Bölümü Doktora Öğrencisi Tayfun ÇAVDAR'a teşekkür ederim. Çalışmalarında beni manevi olarak destekleyen Marmara Üniversitesi Arş. Gör. Buse KIZILIRMAK'a ayrıca çok teşekkür ederim. Ankara Üniversitesi NBE'de konuk Doktora Öğrencisi olarak araştırmalar yapmama olanak sağlayan Prof. Dr. Niyazi MERİÇ'e çok teşekkür ederim. Engin bilgi ve deneyimleriyle benim ufku açan Ankara Üniversitesi Nükleer Bilimler Enstitüsü Öğretim Üyesi Sayın Dr. GS. Polymeris'e, Dr. Öğr. Üyesi. Eren ŞAHİNER'e, Arş. Gör. Engin AŞLAR'a çok teşekkür ederim. Doktora tezime katkılarından dolayı Dr. Öğr. Üyesi Necmettin NUR'a çalışma arkadaşlarım Arş. Gör. Volkan ALTUNAL'a, doktora öğrencisi Veysi GÜÇKAN'a çok teşekkür ederim. Enerji yanıt deneyleri için Thomas Jefferson üniversitesi Radyasyon Onkolojisi Bölümüne, Adana Başkent hastanesine ve Adana Acıbadem hastanesi personellerine teşekkür ederim. Malzeme spektrumlarının yorumlanmasında engin bilgilerinden faydalandığım Prof. Dr. Nurdoğan CAN'a, ²⁵²Cf nötron kaynağı için olanak sağlayan Prof. Dr. Necmettin YAZICI'ya, Doç. Dr. Vural KAFADAR'a, Doç. Dr. Hüseyin TOKTAMIŞ'a ve Dr. Sera İFLAZOĞLU'na yardımlarından dolayı çok teşekkür ederim. XRD ve SEM ölçümlerini aldığım ÇÜMERLAB araştırma merkezine ve personellerine teşekkür ederim. Ayrıca doktora tez jüri üyelerinin her birine Doktora tezime olan katkılarından dolayı çok teşekkür ederim. Doktora çalışmalarımı FDK-2017-6833 nolu projeyle destekleyen Çukurova Üniversitesi Rektörlüğü BAP Birimi'ne teşekkür ederim. Hayatım boyunca benden yardımlarını, maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen annem Hasine ÖZDEMİR'e ve babam Suphi ÖZDEMİR'e teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

SAYFA

ÖZ	I
ABSTRACT	II
GENİŞLETİLMİŞ ÖZET	III
TEŞEKKÜR	VII
İÇİNDEKİLER	VIII
ÇİZELGELER DİZİNİ	XVI
ŞEKİLLER DİZİNİ	XVIII
SİMGELER VE KISALTMALAR.....	XXVIII
1. GİRİŞ	1
1.1. Lüminesans Nedir?.....	1
1.1.1. Uyarım türlerine göre lüminesansın sınıflandırılması.....	2
1.2. Lüminesans yöntemler (TL ve OSL).....	3
1.2.1. Termolüminesans (TL).....	4
1.2.2. Optiksel Uyarımlı Lüminesans (OSL)	5
1.2.2.1. Optiksel Uyarımlı Lüminesans (OSL) türleri.....	6
1.2.2.1.(1). Sürekli Dalga OSL (CW-OSL).....	8
1.2.2.1.(2). Lineer Modülasyon OSL (LM-OSL).....	9
1.2.2.1.(3). Atım OSL (POSL).....	10
1.3. Termolüminesans (TL) olayı.....	10
1.3.1. Termolüminesans kinetikleri.....	14
1.3.1.1. Birinci derece TL kinetiği (b=1 durumu).....	15
1.3.1.2. İkinci derece TL kinetiği (b=2 durumu).....	16
1.3.1.3. Genel derece TL kinetiği ($1 < b < 2$ durumu)	17
1.3.2. Tuzak parametrelerinin belirlenmesi için analiz metodları	18
1.3.2.1. Frekans faktörünün belirlenmesi (s).....	19
1.3.2.2. Kinetik derecenin (b) belirlenmesi için yöntemler	20
1.3.2.3. Tuzak parametrelerinin belirlenmesi yöntemleri	24

1.3.2.3.(1). Başlangıç artış yöntemi (IR yöntemi).....	25
1.3.2.3.(2). Farklı ısıtma hızlarına dayanan yöntem.....	26
1.3.2.3.(3). Tepe şekil yöntemi.....	27
1.3.2.3.(4). Bütün parıldama tepe yöntemi.....	29
1.3.2.3.(5). İzotermal bozunum yöntemi.....	30
1.3.2.3.(6). Kesirli ışıma eğrisi yöntemi (FGT)	32
1.3.2.3.(7). Bilgisayar yardımlı tepe ayrıştırma (CGCD) yöntemi.....	32
2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR.	35
3. MATERYAL VE METOD.....	39
3.1. Materyal.....	39
3.1.1. Lityum tetraborat ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$)	39
3.1.2. Araştırmada kullanılan cihazlar ve özellikleri	40
3.1.2.1. Risø TL/OSL DA-20 Okuyucu Cihazı.....	40
3.1.2.2. Sinterleme ve Tavlama işlemlerinde kullanılan yüksek sıcaklık kül fırını	46
3.1.2.3. X-ışını Kırınımı (XRD) cihazı	47
3.1.2.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Cihazı.....	48
3.1.2.5. X-ışını lüminesans (XL) (Radyolüminesans) cihazı	49
3.1.2.6. Fourier Dönüşümlü Infrared Spektrofotometre (FTIR)	50
3.1.2.7. Spektroflorometre Cihazı	50
3.2. Metod.....	53
3.2.1. Lityum tetraborat tabanlı malzemelerin sentezlenmesi ve katkılama çalışmaları.	53
3.2.2. Çözelti Yanma Sentez Yöntemi	54
3.2.3. Yapısal karakterizasyon ile ilgili ölçüm metodları.....	56
3.2.3.1. X- ışını kırınımı (XRD) ölçümleri	56
3.2.3.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)	56
3.2.3.3. Fourier Dönüşümlü Infrared Spektrofotometre (FTIR)	56

3.2.4. Spektrum ölçümleri.....	57
3.2.4.1. Spektroflore metre ölçümleri ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$) .	57
3.2.4.2. X-ışını Lüminesans (XL) ölçümleri ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$)	57
3.2.5. Dozimetrik karakteristikler TL ve OSL ölçümleri	57
3.2.5.1. Termoluminesans Ölçümleri	58
3.2.5.1.(1). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ 'nun ön ısıtma koşulunun belirlenmesi	58
3.2.5.1.(1).(1). Ön ısıtma sıcaklık parametresini bulma	58
3.2.5.1.(1).(2). Ön ısıtma zaman parametresini bulma	59
3.2.5.1.(2). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ malzemesinin tavlama koşulunun belirlenmesi	59
3.2.5.1.(2).(1). Tavlama koşulunun sıcaklık parametresinin belirlenmesi	59
3.2.5.1.(2).(2). Tavlama koşulunun zaman parametresinin belirlenmesi	60
3.2.5.1.(3). Yeniden kullanılabilirlik testi	60
3.2.5.1.(4). Beta doz yanıtları deneyi ve MDD değeri	60
3.2.5.1.(5). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ için enerji yanıtı deneyi	61
3.2.5.1.(6). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ için sönüm ölçümleri	62
3.2.5.1.(6).(1). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ için gün ışığında sönüm ölçümleri	62
3.2.5.1.(6).(2). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ 'nin karanlık ortamdaki sönümü	62
3.2.5.2. OSL ÖLÇÜMLERİ	63
3.2.5.2.(1). OSL ön ısıtma deneyi	63

3.2.5.2.(1).(1). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ ön ısıtma sıcaklığının belirlenmesi.....	63
3.2.5.2.(1).(2). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{: Ag,Gd}$ için ön ısıtma ölçümü.....	63
3.2.5.2.(2).Tavlama koşulunun belirlenmesi.....	64
3.2.5.2.(2).(1). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ malzemesinin tavlama sıcaklığının belirlenmesi	64
3.2.5.2.(2).(2). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ için tavlama süresinin belirlenmesi.....	64
3.2.5.2.(3). Tekrar kullanılabilirliğin test edilmesi deneyi	65
3.2.5.2.(3).(1). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ için yeniden kullanılabilirlik ölçümleri	65
3.2.5.2.(3).(2). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ için yeniden kullanılabilirlik ölçümü.....	65
3.2.5.2.(4). Doz yanıtları deneyi ölçümü ve MDD.....	65
3.2.5.2.(4).(1). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ fosforunun doz yanıtları ölçümü ve MDD.....	65
3.2.5.2.(4).(2). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ fosforunun doz yanıtları ölçümü ve MDD	66
3.2.5.2.(5). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ enerji yanıtların test edilmesi deneyi.....	66
3.2.5.2.(6). Karanlık ortamda solma çalışması.....	67
3.2.5.2.(6).(1). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ için karanlıkta solma ölçümleri	67
3.2.5.2.(6).(2). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ için karanlıkta solma ölçümleri	68
3.2.6. Nötron radyasyonuna tutma	68
4. BULGULAR VE TARTIŞMA	71
4.1. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ tabanlı sentetik TL malzeme geliştirme çalışmaları	71

4.1.1. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ tabanlı sentetik OSL malzemeleri geliştirme çalışması.....	77
4.2. Yapısal Karakterizasyon Analizleri.....	83
4.2.1. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nun yapısal karakterizasyon çalışmaları	83
4.2.1.1. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nun X-ışını kırınımı (XRD)	83
4.2.1.2. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nun Fourier Dönüşümlü İnfrared Spektrofotometresi (FTIR).....	84
4.2.1.3. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nun SEM görüntüsü.....	86
4.2.2. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün yapısal karakterizasyon çalışmaları	87
4.2.2.1. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün XRD çalışması	87
4.2.2.2. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün FTIR çalışması	89
4.2.2.3. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ malzemesinin SEM çalışması.....	90
4.2.3. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ malzemesinin yapısal karakterizasyonu	90
4.2.3.1. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un XRD çalışması	90
4.2.3.2. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ malzemesinin FTIR çalışması	91
4.2.3.3. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ malzemesinin SEM görüntüleri.....	92
4.3. Spektrum Analiz Çalışmaları	93
4.3.1. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nun spektrum çalışması	93
4.3.2. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün spektrum çalışması.....	94
4.3.3. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ spektrum çalışması	96
4.4. Dozimetrik Karakteristiklerinin Araştırılması.....	99
4.4.1. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nun dozimetrik karakteristikleri.....	99
4.4.1.1. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nun basit TL eğrisi.....	99
4.4.1.2. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nun ön ısıtma koşulunun belirlenmesi	100
4.4.1.3. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nun tavlama koşulunun belirlenmesi	101
4.4.1.4. Tekrar kullanılabilirliğin test edilmesi	104
4.4.1.5. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nun beta doz yanıtı ve MDD.....	104
4.4.1.6. Foton ve Elektron Enerji yanıtlarının belirlenmesi	106
4.4.1.7. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nun sönüm çalışması.....	107
4.4.1.7.(1). Güneş ışığında sönüm çalışması.....	107

4.4.1.7.(2). Karanlık ortamda sönüm çalışması.....	109
4.4.2. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ malzemesinin dozimetrik karakteristikleri	110
4.4.2.1. Farklı konsantrasyonlarda Ag iyonunun TL ışıma eğrisi üzerine etkisi	110
4.4.2.1.(1). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ ' ün OSL sönüm eğrisi	112
4.4.2.1.(2). OSL sönüm eğrisini bileşenlerine ayrıştırılması...	113
4.4.2.2. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ malzemesinin ön ısıtma sıcaklığının belirlenmesi ve OSL'den sorumlu TL tuzaklarının çalışılması	114
4.4.2.3. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ 'ün tavlama koşulunun belirlenmesi.....	117
4.4.2.5. Tekrarlanabilirliğin test edilmesi	119
4.4.2.6. Beta doz yanıtları ve MDD	120
4.4.2.7. Sönüm çalışması.....	121
4.4.3. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ malzemesinin dozimetrik karakteristikleri	124
4.4.3.1. Farklı konsantrasyonlarda Ag ve Gd iyon katkılı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'ın OSL sinyali üzerine etkisi	124
4.4.3.2. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ 'un OSL sinyali ve TL eğrisi	126
4.4.3.3. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag, Gd}$ malzemesinin ön ısıtma sıcaklığının belirlenmesi.....	127
4.4.3.4. Tekrarlanabilirliğin test edilmesi	130
4.4.3.5. Beta doz yanıtları ve MDD	130
4.4.3.6. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ 'un TL ışıma eğrisi ile OSL sönüm eğrisi arasındaki ilişkinin çalışılması	131
4.4.3.6.(1). Optimum OSL okuma süresinin belirlenmesi	132
4.4.3.6.(2). Farklı uyarım sürelerinin TL eğrisi üzerine etkisi ve OSL sönüm eğrisi arasındaki ilişkinin çalışılması.....	133
4.4.3.6.(3). Farklı uyarım sürelerinin “Fark TL eğrisi” üzerine etkisinin araştırılması.	138
4.4.3.7. Foton ve elektron enerji- yanıtları	139

4.4.3.7. Sönüm çalışması.....	140
4.5. Tuzak Parametrelerinin Belirlenmesi	141
4.5.1. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nın tuzak parametrelerinin çalışmaları.....	141
4.5.2. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ malzemesinin tuzak parametreleri çalışmaları	144
4.5.3. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un kinetik parametrelerinin çalışılması	152
4.6. Nötron radyasyonuna tutma çalışmaları	165
5. SONUÇ VE ÖNERİLER.....	177
KAYNAKÇALAR.....	183
ÖZGEÇMİŞ	193



ÇİZELGELER DİZİNİ

SAYFA

Çizelge 1. 1. Chen yöntemi kullanılarak kinetik mertebesine göre aktivasyon enerjileri.....	28
Çizelge 3.1. Tez kapsamında kullanılan kimyasallar.....	55
Çizelge 4.1. Lityum tetraboratın FTIR spektrum bantları.	85
Çizelge 4.2. Chen metodu kullanılarak “TL Tepe 2” farklı uyarım süreleri sonunda simetri faktörünün (μg) hesaplanması.....	136
Çizelge 4.3. $Li_2B_4O_7:Cu,B$ ’nun TL eğrisinden üç farklı yöntemlerde elde edilen kinetik parametre değerleri.	144
Çizelge 4.4. $Li_2B_4O_7:Ag$ malzemesinin üç farklı yöntem ile elde edilen kinetik parametre sonuçlarının karşılaştırmaları.....	152
Çizelge 4.5. FGT, İzotermal sönüm yöntemleri ve CGCG yöntemleri kullanılarak elde edilen kinetik parametre karşılaştırmaları.....	163



ŞEKİLLER DİZİNİ

SAYFA

Şekil 1.1.	(a) Floresans ve (b) fosferesans olayı.....	1
Şekil 1.2.	Lüminesans olayının soyağacının şematik gösterimi.	2
Şekil 1.3.	Tortul kuvars kristali üzerinde CW-OSL, LM-OSL ve POSL uyarım yöntemleri kullanılarak elde edilen grafik.	7
Şekil 1.4.	Yalıtkan, yarı iletken ve iletken katılarda enerji band modeli.....	11
Şekil 1.5.	Termolüminesans olayının katılardaki enerji-band modeli kullanılarak açıklanması.....	12
Şekil 1.6.	Yalın TL eğri için geometrik sekil büyüklükleri τ, δ, ω	22
Şekil 1.7.	(a) Birinci derece TL tepesi için izotermal bozunum eğrisi. (b) İkinci derece veya genel derece TL tepesi izotermal bozunum eğrisi.....	24
Şekil 1.8.	Bütün parıldama tepe yönteminin yalın TL eğrisine uygulaması.	29
Şekil 3.1.	Lityum tetraborat($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$)' in ana krsital örgü yapısı.....	40
Şekil 3.2.	Risø TL/OSL DA-20 model okuyucu cihazı.....	41
Şekil 3.3.	Risø TL/OSL cihazında bulunan beta radyasyon kaynağı sistemi	42
Şekil 3.4.	(a) Risø TL/OSL DA-20 model cihazdan bulunun ısıtıcı aparatı (b) Örnek tablası üzerinde TL okuma süresinde kaldırma sisteminden bir kesit.....	42
Şekil 3.5.	Corning 7-59, Schott BG-3, Schott BG-39 ve Hoya U-340 optik filtrelerin geçirgenlik aralıkları	43
Şekil 3.6.	Risø TL/OSL DA-20 Model cihazda bulunan EMI 9235 QA model PMT'ün kuantum verimi	44
Şekil 3.7.	Risø TL/OSL DA-20 Model cihazda bulunan optiksel uyarım kaynağı olan IR ve mavi LEDs geçirgenlik-dalgaboyu grafiği.....	45
Şekil 3.8.	Risø TL/OSL DA-20 Model cihazda sisteminde bulunan Kontrolör aparatı.	46

Şekil 3.9.	Nabertham P330 model kül fırını.....	46
Şekil 3.10.	PANalytical EMPYREAN model XRD cihazı.	47
Şekil 3.11.	FEI Quanta 650 Field Emission model SEM cihazı.....	48
Şekil 3.12.	XL ölçümünde kullanılan el-yapımı X-ışını Lüminesans cihazı.....	50
Şekil 3.13.	Thermo Scientific Nicoleti S10 model FTIR cihazı.....	50
Şekil 3.14.	FS5 Model Spektroflore metre cihazı	51
Şekil 3.15.	Pelkin-elmer LS55 model floresans spektrometre cihazı.	52
Şekil 4.1.	Katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ve kütlece % 0,3 konsantrasyonlarda Cu ve Ca katkılı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'ın 1 Gy doz sonrası 3 °C/s ısıtma hızı 450 °C'ye kadar kaydedilen TL eğrileri.	72
Şekil 4.2.	Kütlece %0,005-0,1 arasında değişen konsantrasyonlarda Cu katkılı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'ın 1 Gy doz sonrası TL eğrileri.	73
Şekil 4.3.	Kütlece %0,005-%0,1 arasında değişen konsantrasyonlarda Cu katkılı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'ın 1 Gy doz sonrası 140 °C'ye kadar ön ısıtma sonrası TL eğrileri.	74
Şekil 4.4.	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu}(\%0,01)$ 'ın 1 Gy doz sonrası TL ısıtma eğrisi ile 1 Gy doz sonrası 140 °C'ye kadar ön ısıtma yapıldıktan sonra kaydedilen TL eğri karşılaştırmaları.	75
Şekil 4.5.	Kütlece %0,01 bakır konsantrasyonu sabit tutularak %0,001-0,03 arasında değişen oranlarda B katkılı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ malzemelerinin 1 Gy beta doz sonrası 140 °C ön ısıtma yapıldıktan sonra kaydedilen TL eğri grafikleri.....	76
Şekil 4.6.	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu}(\%0,01)$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu}(\%0,01),\text{B}(0,001)$ malzemelerinin 1 Gy doz sonrası 140 °C'ye kadar ön ısıtma sonrası kaydedilen TL eğri karşılaştırması.....	77
Şekil 4.7.	Katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ve kütlece %0,3 konsantrasyonda Be, Al, Na ve Ag katkılı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ malzemelerinin 1 Gy beta doz sonrası kaydedilen OSL sönüm eğrileri.....	78

Şekil 4.8.	Katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ve kütlece %0,05 -%1 konsantrasyonlarında Ag katkılı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ malzemelerinin 1 Gy beta doz sonrası kaydedilen OSL sönüm eğrileri.....	80
Şekil 4.9.	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}(\%1)$ ve kütlece %1 gümüş konsantrasyonu sabit tutularak %1 konsantrasyonunda Sm, Tm, Gd, Dy, Yb, Ce katkılı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ malzemelerinin 1 Gy beta doz sonrası kaydedilen OSL sönüm eğrileri.....	82
Şekil 4.10.	(a) $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ 'nın (b) 98-041-9673 Nolu PDF kartla verilen $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'ın X-ışını kırınım (XRD) deseni karşılaştırması.	84
Şekil 4.11.	Katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ 'nın FTIR spektrum grafikleri.	85
Şekil 4.12.	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ 'nın 50,000X büyütmede kaydedilen SEM görüntüleri.	86
Şekil 4.13.	Katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ve kütlece %0,05 -%1 konsantrasyonlarda Ag katkılı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ malzemelerinin 98-013-0018 nolu PDF kartla verilen XRD kırınım desenleri ile karşılaştırılması.....	88
Şekil 4.14.	Katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ve kütlece %0,05 - %1 konsantrasyonlarda Ag katkılı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ malzemelerinin FTIR spektrum grafiği.	89
Şekil 4.15.	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ 'ün 10,000X ve 20,000X büyütmelede alınan SEM görüntüleri.	90
Şekil 4.16.	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ 'un ICDD 98-013-0018 no ile verilen $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'ın XRD kırınım desenlerinin karşılaştırması.	91
Şekil 4.17.	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ 'un FTIR spektrum grafiğinin karşılaştırması.....	92
Şekil 4.18.	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ 'un 15,000X büyütmede alınan SEM görüntüsü.	93
Şekil 4.19.	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ 'nın uyarım-emisyon grafiği.	94

Şekil 4.20.	Katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%0,05)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%0,1)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%0,3)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%0,5)$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$ malzemelerin oda sıcaklığında 205 nm uyarım dalga boyu ($\lambda_{\text{uyarım}}:205 \text{ nm}$) ışık ile uyarılan malzemelerin PL spektrumu.	95
Şekil 4.21.	(a) $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$, (b) $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$, (c) $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Gd}(\%1)$ ve (d) $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1),\text{Gd}(\%1)$ malzemelerinin oda sıcaklığında 1 nm aralıklarda 200-800 nm arasında kaydedilen X-ışını Lüminesans (XL) spektrum grafikleri.	97
Şekil 4. 22.	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nun 1 Gy doz sonrası 140 °C ön ısıtma işleminden sonra kaydedilen TL eğrisi.	100
Şekil 4.23.	(a) 1 Gy beta dozu ile ışınlanmış $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ malzemesinden elde edilen TL sinyallerinin ön ısıtma sıcaklığına göre değişimi (b) 1 Gy beta dozu ile ışınlanmış $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ malzemesinden elde edilen TL sinyallerinin ön ısıtma zamana göre değişimi.	101
Şekil 4.24.	(a) $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nun 300 °C'deki tavlama sıcaklığına göre normalize edilmiş TL sinyalinin tavlama sıcaklığı grafiği. (b) $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nun 350 °C'de, 15 dakika tavlama süresine göre normalize edilmiş TL sinyalinin tavlama süresi grafiği.	103
Şekil 4.25.	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nun ilk TL okumasına göre normalize edilen TL sinyalinin 9 döngüye kadar tekrarlanabilirlik grafiği.	104
Şekil 4.26.	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nun 0,1-20 Gy arası beta radyasyonlarına verdikleri doz-yanıt grafiği.	105
Şekil 4.27.	Fotonlar için 6 MV, elektronlar için 6 MeV'de elde edilen TL sinyallerine göre normalize edilmiş, farklı foton ve elektron enerjilerinde elde edilen TL sinyalleri.	106
Şekil 4.28.	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nun 1 Gy doz sonrası farklı sürelerde doğrudan gün ışığında farklı bekleme sürelerinin TL ışımaya eğrisi üzerine etkisi.	107

Şekil 4.29. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nın gün ışığında farklı bekleme süreleri sonrasında kaydedilen TL ışıma eğrilerinin değişimi.	108
Şekil 4.30. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nın TL sinyalinin ilk okumaya göre normalize edilmiş TL sinyalin farklı gün ışığında bekleme sürelerine karşı değişim grafiği.....	109
Şekil 4.31. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nın ilk okumaya göre normalize edilen TL sinyalinin zamana karşı grafiği.....	110
Şekil 4.32. Katkısız ve kütlece %0,05-%1 aralığında Ag katkılı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ malzemelerinin 0,5 Gy doz sonrası 5 °C/s ısıtma hızı ile 450 °C'ye kadar kaydedilen TL eğrileri.	111
Şekil 4.33. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$ ve toz halinde LiF:Mg,Ti (TLD-100) malzemelerin 1 Gy doz sonrası TL ışıma eğrilerinin karşılaştırılması.	112
Şekil 4.34. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$ ve çip $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ (TLD-500) malzemelerin 1 Gy doz sonrası 110 °C ön ısıtma işleminden sonra mavi ışık uyarımıyla kaydedilen OSL sönüm eğrileri.	112
Şekil 4.35. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün OSL sönüm eğrisinin üç bileşenli üstel azalan fonksiyona fit edilmesiyle elde edilen OSL bileşenleri.....	114
Şekil 4.36. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün 1 Gy doz sonrası kaydedilen TL eğrisi ile 1 Gy doz sonrası 100 s süre ile OSL okuması ardından kaydedilen “OSL sonrası TL” eğrisi karşılaştırmaları, (İç grafik; “Fark TL eğrisi”(TL- “OSL sonrası TL”))......	115
Şekil 4.37. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün TL eğrisi ile OSL sinyal maksimumunun ön ısıtma sıcaklığına karşı değişim grafiği.....	116
Şekil 4.38. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün tavlama koşulunun sıcaklık parametresini belirlemek amacıyla önceden belirlenen tavlama sıcaklıklarında ısıtma işlemi bırakılan $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün 0,2 Gy doz sonrası OSL sinyalinin tavlama sıcaklığına karşı grafiği.....	118

Şekil 4.39.	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün 350 °C sıcaklıkta önceden belirlenen tavlama süreleri ardından kaydedilen OSL sinyali.	119
Şekil 4.40.	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün toplam OSL sinyalinin ve OSL sinyal maksimumunun ilk okumaya göre normalize edilerek deneysel döngü sayısına karşı grafikleri.	120
Şekil 4. 41.	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün OSL sinyalinin başlangıç maksimum değeri ve toplam OSL sinyali için hesap yapıldığına göre 0,1 ila 100 Gy beta doz aralığında verdiği doz-yanıt grafikleri.	121
Şekil 4.42.	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün ilk okumaya göre normalize edilmiş OSL sinyalinin önceden belirlenen sürelerle karşı grafiği.	122
Şekil 4.43.	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün farklı süreler sonunda OSL sönüm eğrisinin fit işlemleri sonucu bileşenlere ayrılmış şekli.	123
Şekil 4.44.	Hızlı, orta ve yavaş bileşenlerin yaşam ömürlerinin solma sürelerine karşı değişimleri.	124
Şekil 4.45.	(a) Kütlece %0,05-%1 arasındaki Ag katkısının katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'ın OSL başlangıç sinyaline göre normalize edilen OSL sinyallerine etkisi. (b) $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$ 'in OSL sinyal maksimumuna göre normalize edilen sinyalinin % 0,5, 1 ve % 2 oranında Gd katkısı nedeniyle değişimi.	125
Şekil 4.46.	(a) $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un 0,2 Gy beta dozu sonrası 120 °C, 10 s ön ısıtmayla kaydedilen OSL sönüm eğrisi (b) $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un 0,2 Gy beta doz sonrasında 2 °C/s ısıtma hızıyla 450 °C'ye kadar kaydedilen TL ısıma eğrisi.	126
Şekil 4.47.	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un OSL sönüm eğrisinin üç bileşenli üstel azalan fonksiyona fit edilmesiyle elde edilen OSL bileşenleri.....	127

Şekil 4.48.	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un 0,2 Gy doz sonrası kaydedilen TL eğrisi ile 0,2 Gy doz sonrası 200 s süre ile mavi ışık ile uyarma sonrasında kaydedilen OSL okuması ardından kaydedilen “OSL sonrası TL” ve TL eğrisi karşılaştırmaları, (İç grafik; “Fark TL eğrisi”(TL- “OSL sonrası TL”).	128
Şekil 4.49.	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un TL eğrisi ve toplam OSL sinyal alanının ön ısıtma sıcaklığına karşı grafiği.	129
Şekil 4.50.	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un ilk okumaya göre normalize edilmiş OSL sinyal alanının deneysel döngü sayısına karşı grafiği.	130
Şekil 4.51.	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un toplam OSL sinyalinin 0,1- 500 Gy beta dozuna verdiği doz-yanıt grafiği.	131
Şekil 4.52.	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un optimum uyarma süresinin belirlenmesi grafiği.	133
Şekil 4. 53.	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un TL eğrisinin 50-400 s arası farklı uyarma sürelerinden sonrası kaydedilen “OSL sonrası TL” eğrileri. (iç grafik; toplam alanlara göre normalize edilen “Tepe 1” , “Tepe 2” ve “Toplam TL” eğrisinin uyarma sürelerine karşılık grafiği).....	134
Şekil 4.54.	110-330 °C arası alınan toplam alana göre normalize edilen “TL Tepe 1” eğrisinin farklı uyarma sürelerine karşı değişimi grafiği.	135
Şekil 4.55.	350 °C'ye kadar ön ısıtma yapılan $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un farklı uyarma süreleri sonunda 350 °C'ye kadar kaydedilen TL ışıma eğrisi.	137
Şekil 4.56.	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ malzemesinde derin tuzaklarla beslenen yüksek sıcaklık tepelerinin gösterimi.	138
Şekil 4.57.	Farklı uyarma süresi sonrası “Fark TL eğrisi”nin değişimi.	138
Şekil 4.58.	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un farklı enerjilerdeki foton ve elektronlara verdikleri enerji-yanıt grafiği.	140

Şekil 4. 59. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un toplam OSL sinyalinin 24 saate kadar değişim grafiği.....	140
Şekil 4.60. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un uzun süreli solma grafiği.	141
Şekil 4.61. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nun TL eğrisinden farklı ısıtma hızları yöntemi kullanılarak tuzak parametre hesaplaması.....	142
Şekil 4.62. CGCD yöntemi kullanarak $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nun TL eğrisinin bileşenlerine ayrıştırılması.	143
Şekil 4.63. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün 1 Gy beta doz sonrası farklı ısıtma hızları ile kaydedilen TL eğrisi.....	145
Şekil 4.64. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün “Tepe 1”ve “Tepe 2” tepelerinin T_m sıcaklıklarının farklı ısıtma hızına karşılık gelen değişimleri.	146
Şekil 4.65. “Fark TL eğrileri”nin farklı ısıtma hızlarına karşılık gelen TL eğrileri.	147
Şekil 4.66. “Fark TL eğrisi”nde “tepe1” tepesinin T_m sıcaklığının farklı ısıtma hızlarına karşı değişimi.....	147
Şekil 4.67. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün TL eğrisinin farklı ısıtma hızları kullanılarak elde edilen TL tepelerinin aktivasyon enerjilerinin hesabı.....	148
Şekil 4.68. ‘Fark TL eğrisi’'nin farklı ısıtma hızları kullanılarak tepe1'in aktivasyon enerjilerin hesabı.	149
Şekil 4.69. İzotermal sönüm yönteminin uygulaması sonucunda elde edilen eğriler.	150
Şekil 4.70. “Tepe 1” için $\ln(\tau)$ 'nın $1/kT$ 'ye karşı grafiği.....	150
Şekil 4.71. CGCD yöntemi kullanılarak $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün TL eğrisinin bileşenlerine ayrıştırması.....	151
Şekil 4.72. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un 10 Gy doz sonrası $2\text{ }^\circ\text{C/s}$ ısıtma hızında kaydedilen TL eğrisi.....	153
Şekil 4.73. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un 20 döngüye kadar tekrarlanabilirlik grafiği.....	154

Şekil 4.74.	FGT tekniğinin uygulanması: $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un 10 Gy doz sonrası 50 °C'den 370 °C'ye kadar 5 °C artışlarla 2 °C/s ısıtma hızları ile ardışık TL okumaları.....	155
Şekil 4.75.	120 °C'deki verinin doğal logaritmasının 1/kT'ye karşı grafiği.....	156
Şekil 4.76.	$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ için FGT tekniği kullanılarak (a) Aktivasyon enerjisi (b) frekans faktörünün hesaplanması.....	157
Şekil 4.77.	(a) 140 °C'ta 200 s bekleme süresi ile ölçülen izotermal TL sönüm eğrinin Denklem 4.5'e göre fit edilmiş grafiğini (b) İzotermal TL için $\ln(\tau)$ 'nın 1/kT'ye karşılık grafiği (c) "PID" için $\ln(\tau)$ 'nın 1/kT'ye karşılık grafiği.	161
Şekil 4.78.	CGCD yöntemi ile $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un TL eğrisinin bileşenlerine ayrıştırılması.	162
Şekil 4.79.	Farklı sıcaklıklarda normalize izotermal TL eğrilerinin değişim grafiği.	164
Şekil 4.80.	(a) $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un (90 μm 'den küçük)) nötron dozları sonrası OSL sönüm eğrileri (b) Toplam OSL sinyalinin nötrona dozlarına karşı değişimleri.	166
Şekil 4.81.	$\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un (90 μm 'den küçük) beta dozları sonrası OSL sönüm eğrileri (b) Toplam OSL sinyalinin beta dozlarına karşı değişimleri.	167
Şekil 4.82.	$\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un (90 μm 'den küçük) nötron doz sonrası Hoya U-340 filtresi kullanılarak kaydedilen TL eğrisi.	168
Şekil 4.83.	(a) $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un nötron dozları sonrası OSL sönüm eğrileri (b) Toplam OSL sinyalinin nötrona dozlarına karşı değişimleri (90-140 μm).	169
Şekil 4.84.	(a). $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un beta doz sonrası OSL sönüm eğrileri (b) Toplam OSL sinyalinin beta dozlarına karşı değişimleri (90-140 μm).	170

Şekil 4.85. $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un nötron doz sonrası Hoya U-340 filtresi kullanılarak kaydedilen TL eğrisi (90-140 μm).	171
Şekil 4.86. (a) $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un 10 Gy nötron doz sonrası TL eğrisi (b) $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un 10 Gy beta doz sonrası TL eğrisi (<90 μm küçük parçacık boyutlu).	172
Şekil 4.87. (a) 90-140 μm parçacık boyutuna sahip olan $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un 10 Gy nötron doz sonrası TL eğrisi (b) 10 Gy beta doz sonrası TL eğrisi.....	173
Şekil 4.88. (a) $^6\text{LiF:Mg,Ti}$ (TLD-600)'ün 10 Gy nötron doz sonrası TL eğrisi (b) $^7\text{LiF:Mg,Ti}$ (TLD-700)'ün 10 Gy nötron doz sonrası TL eğrisi.	174

SİMGELER VE KISALTMALAR

TL	: Termolüminesans
OSL	: Optiksel uyarımlı lüminesans
XRD	: X-ışını kırınımı
XL	: X-ray Lüminesans
CW-OSL	: Sürekli dalga OSL
$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu},\text{B}$	: $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu}(\%0,01),\text{B}(\%0,001)$
eV	: Elektron volt, enerji birimi
E	: Aktivasyon enerjisi
b	: Kinetik mertebesi
s	: Frekans faktörü
Gy	: Grey
k	: Boltzman sabiti
$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$	: Lityum tetraborat
$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$	: $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$
$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag},\text{Gd}$	: $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1),\text{Gd}(\%1)$
^{90}Sr	: Stronsiyum-90
^{90}Y	: İtiryum-90
a.u.	: Keyfi birim
T_m	: TL eğrisinin tepe maksimum sinyaline karşılık gelen sıcaklık
FGT	: Kesirsel ışıma eğri yöntemi
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
TLD-500	: $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ (karbon katkılı alüminyum oksit)
TLD-100	: $\text{LiF}:\text{Mg},\text{Ti}$ (magnezyum ve titanyum katkılı lityum florür)
μ	: Mikro (10^{-6} m uzunluk birimi)
MDD	: Minimum detekte edebileceği doz
PID	: Ani izotermal sönüm
VHR	: Farklı ısıtma hızları

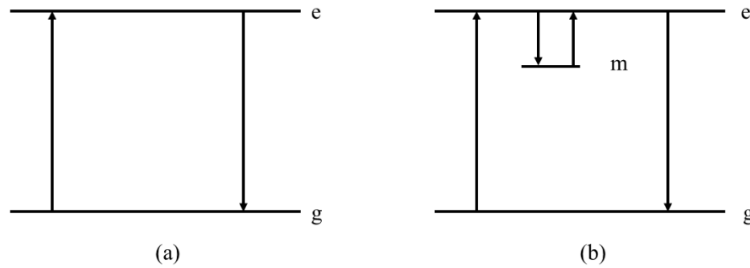
CGCD	: Bilgisayar yardımlı tepe ayrıştırma
PMT	: Fotokatlandırıcı tüp
^{252}Cf	: Kaliforniyum-252 (nötron kaynağı)
TLD-600	: $^6\text{LiF:Mg,Ti}$
TLD-700	: $^7\text{LiF:Mg,Ti}$
β	: Isıtma hızı
φ	: Akı
μ_g	: Geometrik faktör simetri faktör
POSL	: Atım OSL
s(BG)	: Kenarlıksız disk TL okumalarının standart sapması
LMOSL	: Lineer Modülasyon OSL
FTIR	: Fourier Dönüşümlü Infrared Spektrofotometre
IR	: Başlangıç artış yöntemi
VHR	: Farklı ısıtma hızları

1. GİRİŞ

1.1. Lüminesans Nedir?

Lüminesans, bir malzemenin dış kaynaktan gelen X-ışını, ultraviyole (morötesi) gibi yüksek enerjili radyasyon enerjisini soğurulmasını takiben genellikle görünür bölgede yaydığı bir elektromanyetik ışımadır. Bu ışıma karakteristik yarı-ömüre (τ_c) bağlı olarak floresans ve fosforesans olarak iki kategoriye sınıflandırılabiliriz. Karakteristik yarıömürün (τ_c), 10^{-8} s'den daha küçük olduğu durumlardaki ($\tau_c < 10^{-8}$ s) ışıma türüne floresans, karakteristik yarıömürün 10^{-8} s'den daha uzun sürdüğü ($\tau_c > 10^{-8}$ s) ışıma türüne ise fosforesans olarak adlandırılır. Fakat bu olaylar arasındaki ayrım açık değildir. Olaylar arasındaki en temel ayrım lüminesansın sıcaklığa olan bağımlılığına bakmaktır. Floresans olayı sıcaklıktan bağımsız iken fosforesans olayı sıcaklığa bağlıdır.

Şekil 1.1'de verilen lüminesansın ışık emisyonu bakımından sistemi göz önüne alarak iki olay arasındaki farkı açıklayabiliriz.

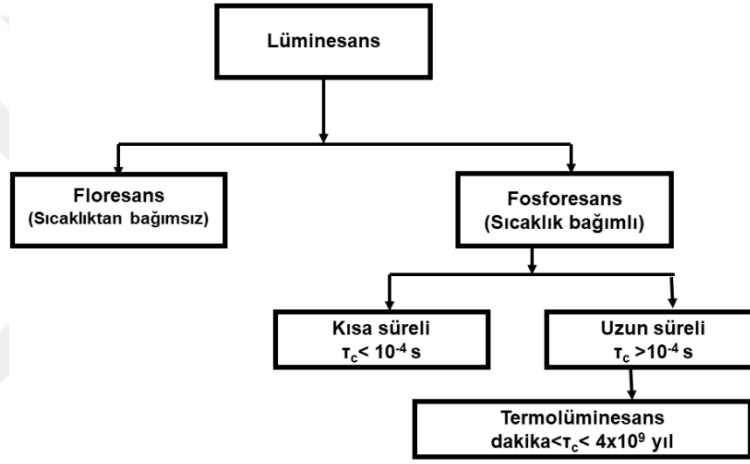


Şekil 1.1. (a) Floresans ve (b) fosforesans olayı (Furetta ve Weng, 1998)

Şekil 1.1'de verilen sistemde temel enerji enerjisi 'g' uyarılmış enerji seviyesi 'e' ve yarıkararlı enerji seviyesi 'm' ile temsil edilsin. Floresans olayında bir elektron uyarıldığında temel enerji seviyesi 'g' den uyarılmış enerji seviyesi 'e' yükselir ve tekrardan temel enerji seviyesi 'g' geçişi sırasında yayımladığı ışık emisyonudur (Şekil 1.1a).

Fosforesans olayında ise uyarılan elektronun, uyarılmış enerji seviyesi 'e' den temel enerji seviyesi 'g' duruma geri dönüşünde, yarıkararlı bir enerji seviyesi 'm' den dolayı uyarılma-emisyon arasında bir gecikme olabilmektedir. Bu olay fosforesans olayı olarak isimlendirilmektedir (Şekil 1.1b).

Şekil 1.2'de lüminesans olayı soyağacının şematik akış gösterimini göstermektedir. Dozimetre araştırmalarında kullanılan termolüminesans fosforesans grubuna girmektedir.



Şekil 1.2. Lüminesans olayının soyağacının şematik gösterimi (Murthy ve Virk, 2014).

1.1.1. Uyarım türlerine göre lüminesansın sınıflandırılması

Lüminesans uyarım türlerine göre sınıflandırılmaktadır. Uyarım türüne göre lüminesansın bazıları aşağıda açıklanmıştır.

- Floresasans : Işıma ile uyarılan ve uyarım ışması kalktıktan sonra 10^{-8} s'den fazla sürmeyen lüminesans türüdür.
- Termolüminesans (TL) : İyonize radyasyona maruz kalmış, yalıtkan ya da yarıiletken bir malzemenin soğurduğu enerjiyi lineer bir ısıtma hızında sıcaklıkla uyarılmasıyla malzemeden yayılan lüminesans türüdür.
- Elektrolüminesans : Maddeye, elektrik alan uygulanmasıyla meydana gelen lüminesans türüdür.
- Tribolüminesans : Mekanik etki ile maddeyi oluşturan kristallerin kırılması ve parçalanması sonucu yayılan lüminesans türüdür.
- Radyolüminesans : Hızlandırıcılardan, kozmik ışınlardan, radyoaktif maddelerden veya diğer kaynaklardan gelen yüksek enerjili parçacıkların etkisi ile meydana gelen lüminesans türüdür.
- Sonolüminesans : Yüksek frekanslı ses dalgaları veya fononlarla meydana gelen bir lüminesans türüdür.
- Biyolüminesans : Biyokimyasal etkileşimlerden meydana gelen lüminesans türüdür.
- Optiksel Uyarımlı Lüminesans (OSL) : Uyarımın uygun dalga boylu bir ışıkla yapıldığı bir lüminesans türüdür.

1.2. Lüminesans yöntemler (TL ve OSL)

Lüminesans uyarılma türlerine göre sınıflandırılmaktadır. Lüminesansın uyarım tekniklerinden olan TL ve OSL tekniği dozimetre araştırma ve uygulamalarında kullanılmaktadır.

1.2.1. Termolüminesans (TL)

1950’li yılların başlarından beri dozimetre alanında TL tekniği radyasyon dozu ölçümlerinde kullanılmaktadır (Daniel ve ark., 1953). Teknik 1960’ların başlarında arkeoloji (tarihlendirme) (Aitken, 1985; Mejdahl, 1969), 1980’lerden itibaren jeoloji alanında uygulama alanları takip etmiştir (Wintle ve Huntley, 1980). TL olayı, yalıtkan ya da yarı iletken bir malzemenin kristalindeki kusur ve safsızlıklar vasıtasıyla soğurduğu radyasyon enerjisini lineer bir ısıtma hızında ısıtılmasıyla malzemenin yaydığı bir ışık emisyonudur. Lineer ısıtma sırasında malzemeden çıkan ışık sıcaklığın bir fonksiyonu olarak bir ya da bir çok tepe içeren eğri biçiminde kaydedilir. Sıcaklığa karşı kaydedilen eğriye “TL ısıtma eğrisi” denir. Tez içerisinde kısaca “TL eğri” olarak adlandırılacaktır. TL eğri şekli, şiddeti ve pozisyonu TL sinyallerinden sorumlu “tuzak”ların tuzaklanma enerji seviyelerine ve tuzak parametrelerine bağlı olarak değişmektedir.

TL olayı, temelde iki aşamadan meydana gelir:

- i. İyonize radyasyona maruz bırakma: İyonize radyasyona maruz kalmış kristalin değerlik bandındaki elektronlar, aldığı radyasyon enerjisiyle değerlik bandından arkasında bir boşluk bırakarak kristalin bünyesinde bulunan kusurlar vasıtasıyla “tuzak”lara yakalanması.
- ii. Uyarım: Tuzaklanmış elektronları lineer olarak artacak biçimde ısıtma ile uyarılması.

Sıcaklık, zamanın bir fonksiyonu olarak lineer bir şekilde artar.

Sıcaklık bağıntısı,

$$T(t) = T_0 + \beta t$$

Burada T_0 : başlangıç sıcaklığı; t : zaman ve $\beta = \frac{dT}{dt}$ °C/s ısıtma hızıdır.

1.2.2. Optiksel Uyarımlı Lüminesans (OSL)

OSL, TL'e göre daha yeni bir uyarım tekniğidir. 1956 yılında Antonov-Romanovsky ve arkadaşları OSL uyarım tekniğinin dozimetre alanında kullanılmasını önermişlerdir (Antonov-Romanovsky ve ark., 1956). Braunlich ve ark. (1967) (Braunlich, 1967) ve Sanborn (Sanborn, 1967) tarafından teknik kullanılmıştır. Ancak 1990'lı yıllardan itibaren OSL tekniği dozimetre alanında yaygın olarak kullanılmaya başlanmıştır.

Akselrod ve arkadaşlarının 1990 yılında rapor ettikleri ve günümüzde ticari adı TLD-500 olarak bilinen $Al_2O_3:C$ kristali OSL dozimetresi olarak geliştirmesine kadar yüksek hassasiyetli OSL malzemesinin yokluğu, okuyucu cihazların yeterli donanımına sahip olmaması gibi nedenlerden dolayı OSL tekniği yaygın olarak dozimetre alanında kullanılamamıştır (Akselrod ve ark., 1990).

Bir elektronun tuzaktan kurtulma olasılığı Arrhenius eşitliği ile ifade edilir.

- TL için, $P_{TL} = \text{se}^{\left(-\frac{E}{kT}\right)}$ eşitliği ile verilirken
- OSL için, $P_{OSL} = \sigma\varphi$

ile verilmektedir.

Burada P; elektronun tuzaktan kurtulma olasılığı, s; frekans faktörü, E; aktivasyon enerjisi ya da tuzak derinliği, k; boltzman sabiti, T; sıcaklık, σ : foto iyonizasyon tesir kesiti, φ ; akı (CW-OSL için φ ; sabit, LM-OSL için φ ; $\varphi = \varphi_0 + \lambda t$).

OSL'nin TL'e göre avantajları vardır.

OSL tekniğinin TL'e göre avantajları;

- Okumaların oda sıcaklığında yapılması.
- Uyarımın daha kısa sürelerde yapılması.
- Daha ucuzdur.
- Hata hesabı daha düşüktür.
- Hızlı bir şekilde değerlendirme yapılır, kısa sürede doz-cevap bilgisine ulaşılır.
- Oda sıcaklığında okunmasından dolayı termal sönümleme yoktur.
- Oda sıcaklığında okumalar yapıldığından dolayı malzemelerde plastik bağlayıcı (binding) malzemesi kullanılabilmesi.
- Tavlama işlemine çoğu zaman gerek duyulmaması.

OSL tekniğinin dezavantajı;

- Tuzak-yük yapısı hakkında bilgi vermez.
- Tüm tuzakların boşaldığına dair net bilgi vermez.
- Uyarım esnasında tüm tuzaklar eş zamanlı olarak uyarıldığından dolayı malzemeden yayımlanan lüminesansın hangi tuzak gruplarından kaynaklandığı tam olarak belli değildir.

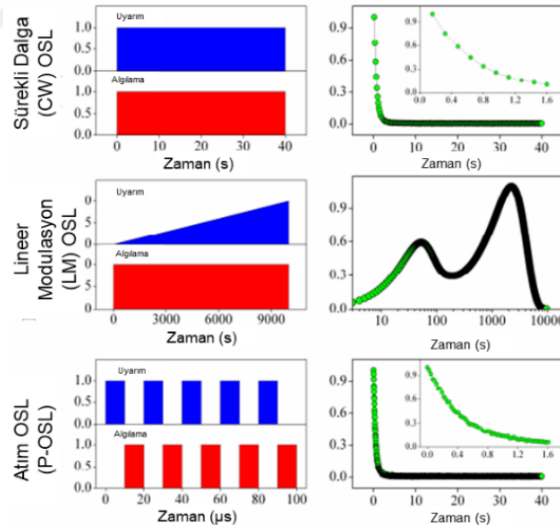
1.2.2.1. Optiksel Uyarımlı Lüminesans (OSL) türleri

Uygun dalga boyunda ışık (genellikle yeşil, mavi, kızılötesi LED'ler, vb.) kaynağı kullanılarak uyarımın optiksel olarak yapıldığı uyarılma türüne Optiksel Uyarımlı Lüminesans (OSL) denir.

OSL uyarım tekniği kendi içerisinde uyarım türüne göre başlıca 3 ana gruba ayrılır.

- 1) Sürekli Dalga OSL (CW-OSL): Sabit bir ışık şiddeti altında uyarılma süresi boyunca malzemeden yayımlanan ışığın (sinyal) eş zamanlı olarak kaydedildiği uyarım türüdür.
- 2) Lineer modülasyon OSL (LM-OSL): OSL ölçümleri boyunca uyarımı sağlayan ışığın şiddetinin lineer olarak artırılmasıyla sinyalin eş zamanlı kaydedildiği uyarım türüdür.
- 3) Atım OSL (POSL): Uyarım kaynağı atımlar şeklinde olur ve OSL sinyalinin sadece atımlar arasında kaydedildiği bir uyarım türüdür.

Şekil 1.3'te tortul kuvars kristaline CW-OSL, LM-OSL ve POSL uyarım tekniğinin uygulanması ile kaydedilmiş ışıma eğrilerini göstermektedir.



Şekil 1.3. Tortul kuvars kristali üzerinde CW-OSL, LM-OSL ve POSL uyarım yöntemleri kullanılarak elde edilen grafik (Universitet, 2008).

1.2.2.1.(1). Sürekli Dalga OSL (CW-OSL)

OSL uyarım teknikleri arasında “Sürekli Dalga OSL” dozimetre araştırma ve uygulamalarında en çok kullanılan tekniktir. Malzemenin lüminesans bilgilerine pratik ve hızlı okuma ile sağlandığından dolayı tercih edilmektedir.

Sürekli dalga OSL, sabit bir dalga boyu (λ) ve sabit aydınlanma yoğunluğunda (ϕ) optiksel uyarımlar için kaydedilen bir lüminesanstır.

Uyarım türü CW-OSL şeklinde yapılıyorsa, OSL sinyali,

$$I_{OSL} = n_0 p e^{-pt} + B = I_0 e^{-\frac{t}{\tau}} + B$$

şeklinde yazabiliriz.

Burada τ ; CW-OSL bozunum sabiti, I_0 ; lüminesans şiddeti, t ; zaman (s) ve B ; deneylerde arka plan sinyalleri katkısı olarak eklenen sabit değerdir.

OSL sinyali, zamanın (t) bir fonksiyonu olarak kaydedilirse OSL sönüm eğrisi üstel azalan bir davranış gösterir. Fakat çoğu durumda OSL sönüm eğrisi bir ya da birden çok eğrinin üst üste binmesiyle oluşabilir. Bu durumda OSL sinyali,

$$I_{OSL} = \sum_i I_{0i} e^{-\frac{t}{\tau_i}} + B$$

her bir bileşenin toplamı şeklinde yazılabilir.

Burada I_{0i} ; i . bileşen için lüminesans şiddeti, τ_i ; i . bileşen için bozunum sabiti, t ; zaman (s) ve B ; deneylerde arka plan sinyalleri katkısı olarak eklenen sabit bir değerdir.

OSL sönüm eğrisinin iki ya da daha fazla bileşenden meydana gelmesinin olası bazı sebepleri;

- ✓ Uyarım yapıldıktan sonra ya da uyarım esnasında yüklerin (elektronların) tuzaklarda yeniden tuzaklanması (re-trapping).
- ✓ Birden fazla lüminesans merkezinin olması.
- ✓ Derin tuzaklardan daha sık tuzaklara giden elektronlar (Fototransfer).

Bu teknikte, OSL ölçümü sırasında uyarım ışığı ve malzemeden yayımlanan ışık *eş zamanlı olarak kaydedildiğinden* uyarım ve emisyon arasındaki dalgaboyu ayırımı yapmak ve detektöre ulaşan saçılmış uyarım ışığından korunmak için optik filtre(ler) kullanılmalıdır.

1.2.2.1.(2). Lineer Modülasyon OSL (LM-OSL)

Bulur 1996 yılında Lineer Modülasyon OSL'yi (LM-OSL) alternatif bir OSL uyarım tekniği olarak ileri sürdü (Bulur, 1996). Sabit bir dalga boyu (λ) ve sabit aydınlanma yoğunluğunda uyarım boyunca eş zamanlı olarak kaydedilen *Sürekli Dalga OSL* yerine, LM-OSL tekniğinde OSL ölçümleri boyunca uyarımı sağlayan ışığın şiddetinin lineer olarak artırılmasıyla malzemeden yayımlanan sinyal eş zamanlı olarak kaydedilir. Bu uyarım gücünün değişimini TL ölçümlerinde sıcaklığın lineer ısıtma artışına benzer olarak düşünebiliriz. Başlangıçta uyarma gücü düşük olduğu için tuzaklanmış elektronların tuzaklardan kurtulma olasılıkları düşüktür. OSL sinyali uyarma gücü maksimuma ulaşana kadar tuzaklanmış elektronların, tuzaklardan kurtulma olasılığı artar. “*Lineer Modülasyon OSL*” yöntemi ile kaydedilen OSL bozunum bileşenleri, tuzakların farklı tip sinyal bileşenlerinden gelen bir seri eğriler oluşturur. Her tepe farklı fotoiyonizasyon tesir kesit alanına sahip bir tuzaktan kaynaklandığı düşünülmekte ve büyük fotoiyonizasyon tesir kesitine sahip olan tuzaklar, daha küçük fotoiyonizasyon tesir kesitine sahip olan tuzaklardan daha hızlı bir şekilde boşalır (Bölükdemir, 2007; Sarıkaya, 2011; Yeltik, 2009).

1.2.2.1.(3). Atım OSL (POSL)

Sanderson ve Clark (1994) tarafından alkali feldispart üzerine yapılan ölçümlerde tanıtılan üçüncü OSL uyarım türü “Atım OSL” yöntemidir (Sanderson ve Clark, 1994). Bu yöntemde, uyarım kaynağı atımlar şeklindedir. OSL sadece her atımların bitimi sonunda kaydedilir. Bu teknik farklı yaşam-ömür (yarı-ömür)’e sahip yeniden birleşme merkezlerinin ayrılmasına olanak sağlar. “Sürekli Dalga OSL” ile olduğundan daha az optik filtreleme gerektiğinden, emisyon ışığı daha geniş bir dalga boyu aralığında gözlemlenebilir. Örneğe verilen kısa atımlar nedeniyle çok hızlı bir şekilde OSL ölçümü mümkün olur. Bu yöntemde malzemenin ardışık çoklu okuması, malzemedeki sinyal tek bir seferde silinmeyeceğinden mümkündür. Bir çok malzeme POSL yöntemi ile çalışılmış ve sonuçları rapor edilmiştir (Chapot ve ark., 2014; Feathers ve ark., 2012; Tsukamoto ve Rades, 2016).

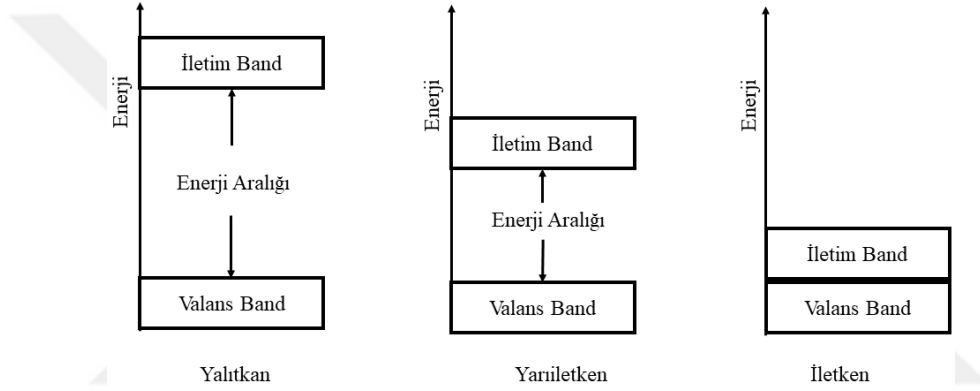
1.3. Termolüminesans (TL) olayı

Termolüminesans mekanizmasını tam olarak açıklayabilen bir model yoktur. TL olayını katılardaki enerji-band modelini kullanarak basite indirgeyerek açıklayabiliriz. Enerji band modeline göre mutlak 0 K’de elektronların dolu bandına değerlik bandı ve değerlik bandını izleyen ilk boş banda ise iletim bandı olarak adlandırılır. Bu iki band arasındaki bölge yasak enerji aralığını oluşturmaktadır. Katılar yasak enerji aralığına göre yalıtkan, yarıiletken ve iletken olmak üzere başlıca 3 ana gruba ayrılırlar:

- a) İletken: Yasak enerji aralığı ~ 1 eV’den küçük olan katılardır. Değerlik bandı ile iletim bandı çok küçük yasak enerji aralığından dolayı iç içe geçmiştir (çakışmıştır). Oda sıcaklığında bile valans bandındaki elektron iletim bandına çıkabilmektedir.

- b) Yarıiletken: Yasak enerji aralığı ~ 1 ila 3 eV aralığında değişmektedir. Yani düşük bir enerji verilerek elektronların değerlik bandından iletim bandına geçmesi mümkündür.
- c) Yalıtkan: Yasak enerji aralığı ~ 3 ila 11 eV aralığındadır.

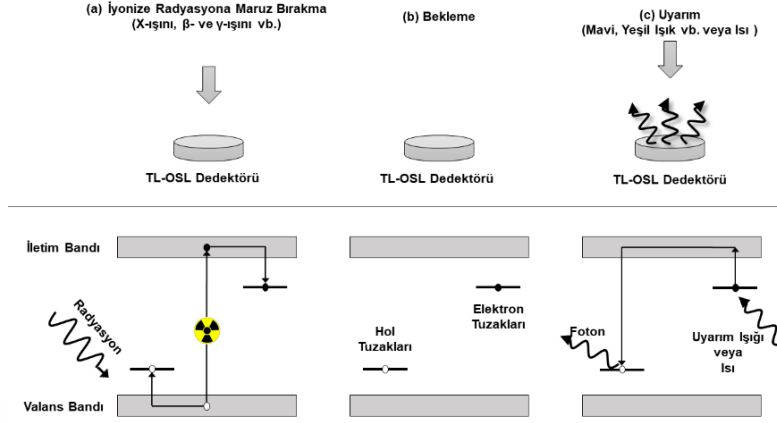
Yasak enerji aralığına göre katılarda ki enerji band modeli Şekil 1.4’ de verilmiştir.



Şekil 1.4. Yalıtkan, yarı iletken ve iletken katılarda enerji band modeli.

Doğada kusursuz kristal yoktur. Bütün gerçek kristaller bünyelerinde kusurlar, safsızlıklar barındırmaktadır. Kusursuz bir kristalin lüminesans vermesi beklenmez. TL olayında, kristalin kusur ve safsızlıklarından faydalanılmaktadır. (Kristal kusur ve tipleri Adnan Özdemir YL tezinde verilmiştir (Özdemir, 2015). Kristaldeki bu düzensizlikler (kusurlar-safsızlıklar) malzemenin yasak enerji aralığında yeni enerji seviyeleri oluşturmakta ve bu enerji seviyeleri elektronlar için “tuzak” görevi görmektedir. Dozimetrik malzeme araştırmalarında yalıtkan ya da yarı iletken malzemeler kullanılmaktadır.

TL olayını basitleştirilmiş enerji-band modelini kullanarak açıklayalım.



Şekil 1.5. Termoluminesans olayının katılardaki enerji-band modeli kullanılarak açıklanması (Yukihara ve McKeever, 2011).

Şekil 1.5a’da verilen iyonize radyasyon (dozimetrik) malzemeye geldiğinde ne gibi olaylar olmaktadır?

Termoluminesans olayı temelde 2 adımda gerçekleşir.

- ✓ Adım1: İyonize radyasyon ile enerji verme (egzite etme)
- ✓ Adım2: Isı veya ışık ile uyarma (stimule etme)

Adım1: İyonize radyasyon ile enerji verme (egzite etme); yalıtkan ve yarıiletken bir dozimetrik malzeme iyonize radyasyona maruz bırakıldığında kristalindeki değerlik bandındaki elektron(lar), radyasyon nedeniyle bir enerji kazanıp kararsız bir duruma geçer. Elektron aldığı enerjiden dolayı değerlik bandından ayrılırken, ayrıldığı yerde bir boşluk bırakarak iletim bandına geçer. İletim bandında 10^{-8} s’ den kısa bir süre kalıp tekrardan eski durumuna (kararlı duruma) dönmek ister, fakat kristalin bünyesinde bulunan bazı kusurlarda (enerji seviyeleri) tuzaklanır.

Elektronların tuzaklarda kalma süreleri bir kaç dakikadan milyon yıl mertebesine kadar sürebilmektedir.

Bir elektronun tuzaktan kurtulma olasılığı Arrhenius eşitliği ile verilir:

$$P = \text{sexp}\left(-\frac{E}{kT}\right)$$

Burada P; birim zamandaki olasılık, s (s⁻¹); frekans faktörü, E (eV); tuzak derinliği ya da aktivasyon enerjisi, T(K); mutlak sıcaklık ve k ise boltzman sabitidir (0,00008617 eV/K).

İletim bandına yakın olan tuzaklar “elektron-tuzakları”, değerlik bandına yakın olan tuzaklar ise “hol-tuzakları” olarak adlandırılmaktadır.

Sığ tuzaklarındaki elektronlar oda sıcaklığında bile tuzaklardan kurtulabilmektedir. Bu nedenle, sığ tuzaklar kararsız tuzaklardır. Dozimetrik amaçlarla kullanılmamaktadır. ‘Sığ tuzaklar’ TL eğrisinde düşük sıcaklık bölgesinde (30-150 °C), ‘dozimetrik tuzaklar’ TL eğrisinde 150-350 °C sıcaklık bölgesinde ve ‘derin tuzaklar’ ise >350 °C’de üzerinde eğri olarak kendini göstermektedir

İletim bandından değerlik bandına gidildikçe tuzak derinliği artmakta ve sığ tuzaklara göre daha kararlı ve elektronları “uzun” süre tutabilecek elektron tuzakları oluşmaktadır. Yeniden birleşme merkezi (lüminesans merkezi) fermi enerji seviyesinin altında değerlik bandına yakın bir yerde yer almaktadır.

Şekil 1.5b’de gösterilen durum ise, iyonize radyasyona maruz kalmış dozimetrik malzeme, dışardan uyarım yapılmadığı sürece elektronlar tuzaklarda “uzun süre” kalacaklardır.

Adım2: Isı veya ışık ile uyarma (stimule etme); tuzaklanmış elektronların tuzaklardan kurtulabilmeleri için dışardan sağlanan bir uyarıcıya ihtiyaç vardır. Bu uyarıcılar ısı ile olabileceği gibi uygun dalga boylu “ışık” ile de olabilmektedir (Şekil 1.5c). TL’de uyarıcı kaynağı ısıdır. Tuzaklanmış elektronları, tuzaklardan kurtarmak için bir eşik enerjisi gerekmektedir. Elektronlar yeterli bir miktarda

enerjiyi aldıktan sonra gidebileceği temel olarak 3 olası durum vardır (Bölüm 1.3.1’de ayrıntılı bir şekilde açıklanmıştır):

- 1. Olasılık: elektronun başka tuzaklara yakalanmadan direkt lüminesans merkezlerinde mevcut hollerle birleşmesi.
- 2. Olasılık; uyarılan elektronun kendi tuzağına ya da başka bir tuzağa(lara) yakalanması.
- 3. Olasılıkta: 1. olasılık ve 2. olasılık arasında olan durumlar.

Tuzaktan kurtulan elektronlar iletim bandına geçip orada 10^{-8} s’den daha az süre kaldıktan sonra geride bıraktığı hollerle lüminesans merkezlerinde birleşip bir anihilasyon (birbirini yok etme) gerçekleşir. Ve bunun sonucunda malzemeden ışık (foton) yayımlanır. Bu foton ışığını elektrik sinyallerine çevirip sıcaklığa karşı TL sinyali (TL eğrisi) kaydedilir.

1.3.1. Termolüminesans kinetikleri

TL olayı, temel olarak ışınlama (egzitasyon) ve ısı ile uyarma (stimülasyon) olmak üzere iki aşamadan meydana gelmektedir. Tuzaklanmış elektronların yeterli enerjiye sahip bir uyarım enerjisi sonucu bulunduğu “tuzak”lardan kurtularak gidebileceği 3 olası durum vardır.

- i) Direk lüminesans merkezlerindeki mevcut hollerle birleşip lüminesans vermesi durumu (birinci derece kinetik) ($b=1$)
- ii) Başka tuzaklarda tuzaklanması ya da yeniden (aynı tuzakta) tuzaklanması (ikinci derece kinetik) ($b=2$)
- iii) i) ve ii) ye uymayan ya da ara durumlar ($1 < b < 2$)

burada b: kinetik derecesi.

1.3.1.1. Birinci derece TL kinetiği (b=1 durumu)

Birinci derece (b=1) TL kinetiği, tuzaktan kurtulan elektronların yeniden tuzaklanma olasılığı, lüminesans merkezlerinde tuzaklanma olasılığı ile karşılaştırıldığında ihmal edilebilir olduğu durumlar için geçerli bir modeldir (Randall ve Wilkins, 1945). Bu durumda herhangi bir sıcaklıkta TL şiddeti (I), direkt olarak tuzaktan kurtulan elektronların sayısı ile orantılıdır.

Denklem 1.1. lüminesans şiddeti bağıntısı,

$$I(t) = -c \left(\frac{dn}{dt} \right) = cnp \quad (1.1)$$

Burada c sabittir (c=1 alınabilir),

$$n = n_0 \exp \left[-s \exp \left(-\frac{E}{kT} \right) \right] \text{ ve } p = s \exp \left(-\frac{E}{kT} \right)$$

ile verilmektedir.

Bu eşitsizlikleri denklem 1.1’de yerine yazarsak, TL şiddeti

$$I(t) = n_0 s \exp \left(-\frac{E}{kT} \right) \exp \left[-s \exp \left(-\frac{E}{kT} \right) \right] \quad (1.2)$$

eşitliği elde edilir.

Burada I(t); herhangi bir t anında elde edilen TL şiddeti, n_0 ise t=0 anında tuzaklarda bulunan tuzaklanmış elektron yoğunluğu, T; sıcaklık, E; aktivasyon enerjisi ya da tuzak derinliği, s; frekans faktörü ve k; boltzman sabitidir.

Isıtma hızı $\left(\beta = \frac{dT}{dt} \right)$ lineer olacak şekilde ele alınır ve denklem 1.2’de gerekli matematiksel düzenlemeler yapılırsa,

$$\int_{n_0}^n \frac{dn}{n} = - \int_{t_0}^t s \exp \left(-\frac{E}{kT} \right) dt \quad (1.3)$$

eşitliği elde edilir.

Denklem 1.3’de gerekli matematiksel işlemlerden sonra “n” ifadesi bulunup ve denklem 1.1’de yerine konularak tekrar düzenlenirse,

$$I(T) = n_0 s \exp\left(-\frac{E}{kT}\right) \exp\left[-\frac{s}{\beta} \int_{T_0}^T \exp\left(-\frac{E}{kT'}\right) dT'\right] \quad (1.4)$$

eşitliği elde edilir.

Denklem 1.4 birinci mertebe kinetiğe sahip (b=1) TL ışıma eğrisinin sıcaklığa bağımlı diferansiyel denklem ifadesini yöneten eşitliktir.

1.3.1.2. İkinci derece TL kinetiği (b=2 durumu)

Birinci derece kinetiğin aksine, ikinci derece TL kinetikler elektronun yeniden tuzaklanma olasılığının, lüminesans merkezlerinde tuzaklanma olasılığından daha yüksek olduğu durumlar için geçerli bir modeldir (Garlick ve Gibson, 1948).

İkinci derece (b=2) TL kinetiği durumunda, TL şiddet bağıntısı,

$$I(t) = \frac{dn}{dt} = -n^2 s' \exp\left(-\frac{E}{kT}\right) \quad (1.5)$$

ile verilir. Denklem 1.5, birinci derece TL kinetiği için verilen denklem 1.1’den farklıdır. Bunların farklı olmasının sebebi, elektronların yeniden tuzaklanma olasılıklarının varsayımıdır. Birinci mertebe kinetiklerde yeniden birleşme olasılığı çok düşüktür. Burada $s' = s/N$ ile gösterilir ve genellikle ön-üssel faktör olarak adlandırılır. s' , $\text{cm}^3 \text{s}^{-1}$ boyutunda bir sabit, $N(\text{cm}^{-3})$ ise tuzak-yük yoğunluğudur.

Denklem 1.5’in integrali (sabit T sıcaklığı için) alınır,

$$n = n_0 \left[1 + s' n_0 t \exp\left(-\frac{E}{kT}\right)\right]^{-1} \quad (1.6)$$

eşitliği elde edilir.

Denklem 1.6'da verilen “n” ifadesi denklem 1.5'te yerine konulup sabit bir ısıtma hızı için $\left(dt = \frac{dT}{\beta}\right)$ (gerekli) integraller alındığında, sıcaklığa bağlı TL şiddeti $I(T)$;

$$I(T) = n_0^2 s' \exp\left(-\frac{E}{kT}\right) \left[1 + \left(\frac{s' n_0}{\beta}\right) \int_{T_0}^T \exp\left(-\frac{E}{kT'}\right) dT'\right]^{-2} \quad (1.7)$$

eşitliği elde edilir.

Denklem 1.7 ikinci mertebe kinetiğe sahip (b=2) TL ısıtma eğrisinin sıcaklığa bağımlı diferansiyel denklem ifadesini yöneten eşitliktir.

1.3.1.3. Genel derece TL kinetiği (1<b<2 durumu)

Genel derece TL kinetiği, McKeever ve Chen-McKeever tarafından tartışılmıştır (Chen ve McKeever, 1997; McKeever, 1988). Genel mertebe TL kinetik için kinetik mertebe (b) değerinin 1<b<2 arasında bir değer olduğunu öngörmüşlerdir. Genel mertebe TL kinetiği için tuzakdan kurtulan elektronun birinci ve ikinci mertebede olan varsayım durumunun bir nevi “orta” durumu olarak düşünülebilir. Sonuç olarak genel dereceden kinetik için bir fiziksel model mevcut değildir. Genel mertebe kinetikte aynı enerji seviyesinde tek tip tuzakların olduğu varsayılmaktadır.

Tek bir enerji seviyesinde bulunan yük taşıyıcılarının yoğunluğunun (n), n^b ile orantılı olduğu varsayılır. Bu durumda tuzaklardan kurtulma olasılığı denklem 1.8 ile verilir (Ausin ve Rivas, 1972; May ve Partridge, 1964),

$$I(t) = \frac{dn}{dt} = -s'' n^b \exp\left(-\frac{E}{kT}\right) \quad (1.8)$$

Burada, s'' ön-üssel faktördür. b ise genellikle 1 ve 2 arasında herhangi bir değer alır ve kinetik mertebeye olarak tanımlanır. s'' ön-üssel faktörü, $\text{cm}^{3(b-1)}\text{s}^{-1}$ boyutunda ifade edilir. s'' nün boyutları b mertebesi ile değişir. Ayrıca, $b=2$ olduğunda, s'' , s' ye indirgenir. Denklem 1.8'de gerekli düzenlemeler yapıp integrali alınırsa,

$$n = n_0 \left[1 + s(b-1)t \exp\left(-\frac{E}{kT}\right) \right]^{1/(1-b)} \quad (1.9)$$

eşitliği elde edilir.

Burada, $s = s''n_0^{b-1}$ olarak ifade edilirken birimi de $1/\text{s}$ 'dir. Frekans faktörü (s), verilen bir doz için sabittir fakat doz değiştirildiğinde frekans faktörü de değişir. Buna göre lineer bir ısıtma hızı ($dT = \beta dt$) kullanılarak gerekli matematiksel işlemler yapıldığında sıcaklığa bağlı TL şiddeti $I(T)$,

$$I(T) = sn_0 \exp\left(-\frac{E}{kT}\right) \left[1 + \frac{s(b-1)}{\beta} \int_{T_0}^T \exp\left(-\frac{E}{kT'}\right) dT' \right]^{-b/(b-1)} \quad (1.10)$$

olarak yazılabilir.

Denklem 1.10 genel mertebeye kinetiğe sahip TL eğrinin sıcaklığa bağımlı diferansiyel denklem ifadesini yöneten eşitliktir.

Denklem 1.10, ($b=1,0001$) durumu için Denklem 1. 4'ü , $b=2$ için Denklem 1.7 'yi sağlamaktadır.

1.3.2. Tuzak parametrelerinin belirlenmesi için analiz metodları

TL/OSL aynı fiziksel prensiplere dayanır. Sadece uyarım biçimleri farklıdır. TL'de uyarım, ısı ile olurken, OSL'de ise uygun dalga boylu ışık kullanılarak yapılmaktadır. Alfa, beta, X ışınları gibi iyonize radyasyona maruz kalmış malzemenin kristali, bünyesinde bulunan kusur ve safsızlıklar vasıtasıyla gelen radyasyon enerjisini soğurur ve ardından lineer bir ısıtma hızında

ısıtıldığında bir ya da bir çok tepe içeren eğri biçiminde kaydedilir. TL eğrinin tepelerinin pozisyonu ve şiddeti, TL emisyonundan sorumlu enerji seviyelerinin çeşitli tuzak parametreleri (E, b, s) ile ilişkili olarak değişmektedir.

TL ve OSL süreçlerinden sorumlu tuzaklar spesifik parametreler ile karakterize edilirler. Bu parametrelerden bazıları; tuzak derinliği olarak da bilinen aktivasyon enerjisi (E), frekans faktörü (s), kinetik parametresi (b), optiksel uyarım için fotoiyonizasyon tesir kesiti (σ)'dır. Bu parametrelerin bilinmesi, lüminesans mekanizmasını daha iyi anlamamıza ve yorumlamamıza olanak sağlar. Dozimetre uygulamaları için de tamamlayıcı bilgiler verir.

1.3.2.1. Frekans faktörünün belirlenmesi (s)

TL eğrisinin tepelerinin kinetik derecesi (b), maksimum şiddete karşılık gelen tepe maksimum (T_m) sıcaklığı ve ona karşılık gelen aktivasyon enerjisi (E) biliniyorsa frekans faktörü (s) hesaplanabilir. TL olayını yöneten eşitliklerinden frekans faktörü kinetik mertebesine karşılık gelen maksimum koşulundan (birinci türev) hesaplanabilir.

TL teorisinde kinetik mertebeye karşılık gelen eşitlikler, birinci derece kinetikler için TL eşitliği denklemi 1.4'te verilmiştir. Denklem 1.4'ün T_m 'a karşılık gelen ifadesi tuzak parametreleriyle ilişkilidir.

Denklem 1.4'te verilen $I(T)$ 'nin sıcaklığa göre birinci türevi alınarak $T=T_m$ 'deki değeri hesaplanırsa,

$$\left(\frac{dI(T)}{dT}\right) = 0$$

Birinci derece kinetiğe karşılık gelen ifadeyi gerekli düzenlemeler yapılırsa,

$$s \exp(-E/kT_m) = \frac{\beta E}{kT_m^2}$$

ifadesi elde edilir.

Birinci derece TL kinetiği için frekans faktörü:

$$s = \frac{\beta E}{kT_M^2} \exp(E/kT_m) \quad (1.11)$$

ifadesi ile verilir.

Burada β ; ısıtma hızı sabitidir. E; aktivasyon enerjisi, k; Boltzmann sabiti ve T_m : maksimum şiddete karşılık gelen tepe maksimum sıcaklığıdır.

Benzer uygulama genel mertebe kinetikler için denklem 1.10'a uygulanırsa,

$$s = \frac{\beta E}{kT_M^2} \exp(E/kT_m) \left[(b-1) \frac{2kT_m}{E} + 1 \right]^{-1} \quad (1.12)$$

ifadesi elde edilir. Bu ifade genel mertebe kinetikler için frekans faktörü eşitliğidir.

Denklem 1.12'de $b=1,0001$ durum için denklem 1.11'i sağlar.

Benzer işlemler ikinci mertebe kinetikler için yapılabilir. Benzer şekilde denklem 1.12'de $b=2$ için yazarsak, ikinci mertebe kinetik için frekans faktörü ifadesini,

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

olarak buluruz.

Frekans faktörünün tipik aralığı 10^5 ile 10^{13} s^{-1} aralığındadır.

1.3.2.2. Kinetik derecenin (b) belirlenmesi için yöntemler

TL eğrisinde, TL sıcaklık tepelerinin kinetik mertebe derecesinin bilinmesi onun dozimetrik özelliklerinin araştırılmasında ve analizinde çok önemlidir.

Kinetik derecenin belirlenmesinde bir kaç yöntem vardır. Bunlardan bazıları aşağıda verildiği gibidir:

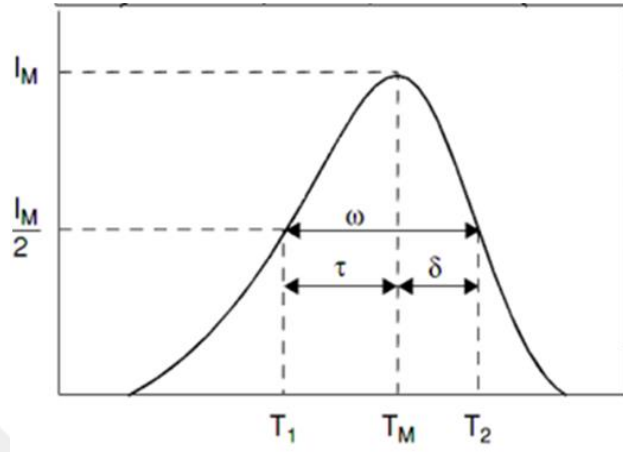
➤ Değişken doz testi ile kinetik derecenin belirlenmesi

Pratik olarak, Termoluminesans eğrisinin kinetik mertbe derecesi değişken doz yöntemi ile test edilebilir. Yöntem aynı zamanda doz-yanıt testi olarak da bilinmektedir. Deneysel prosedürde malzemeye bir test dozu verilir ve TL okuması yapılır. TL eğrisinin tepe maksimum sinyaline karşılık gelen tepe maksimum (T_m) sıcaklığı kaydedilir. Döngü artan dozlar için tekrarlanır. TL teorisine göre birinci derece kinetiğe sahip TL eğrileri için T_m sıcaklığı radyasyon dozundan bağımsızdır ve artan radyasyon dozu ile T_m değeri ± 2 °C sınırları içerisinde değişmez. Artan dozlar ile birlikte T_m sıcaklığının düşük sıcaklıklara doğru kayması durumunda TL tepesinin ikinci dereceden kinetiğinin olduğu anlaşılır.

➤ Tepe şekil yöntemi ile kinetik derecenin belirlenmesi

TL ışıma eğrisinin tepe şeklinin yardımıyla kinetik derecesi bulunabilir. Harperin ve Braner (Halperin ve Braner, 1960), TL ışıma eğrisi üzerinde tepenin kinetik derecesini belirlemek için geometrik faktör μ_g ifadesini tanımlayarak tepe şeklini çalışmışlardır (Şekil 1.6).

Pratik olarak TL ışıma eğrisi T_m civarında asimmetrikse birinci mertbe, simetrik ise de ikinci mertbe kinetiğine sahiptir.



Şekil 1.6. Yalın TL eğri için geometrik şekil büyüklükleri τ , δ , ω (Pagonis ve ark., 2006).

T_1 ve T_2 ; sırasıyla T_m sinyal değerinin yarıya düştüğü sinyalin karşılık geldiği sıcaklık değeridir. τ ; TL tepenin düşük sıcaklık kısmındaki yarı genişlik olup

$$\tau = T_1 - T_m \text{ ile verilir}$$

δ ; TL tepenin yüksek sıcaklık kısmındaki yarı genişlik olup

$$\delta = T_2 - T_m \text{ ile verilir}$$

$$w = T_2 - T_1 \text{ arası yarı genişliktir.}$$

μ_g ; geometrik faktör ya da simetri faktörü

$$\mu_g = \frac{\delta}{w} = \frac{T_2 - T_m}{T_2 - T_1}$$

ile verilmektedir.

$\mu_g \sim 0,42$ değerinde ise birinci dereceden kinetik ($b=1$), $\mu_g \sim 0,52$ değerinde ise ikinci dereceden kinetik varsayılır ($b=2$). Eğer μ_g değeri bu iki değer arasında ise tepe, genel mertbe kinetiğine sahiptir.

TL eğrisinin simetri özelliği birinci derece kinetik ve ikinci derece kinetik arasındaki ayırımı kullanılabılır.

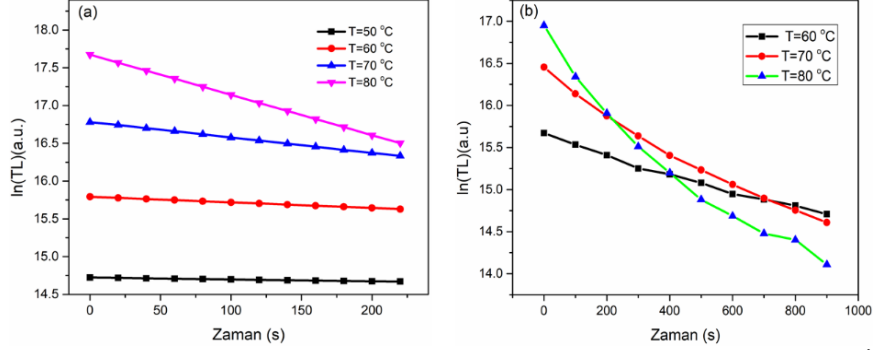
➤ İzotermal bozunum testi ile kinetik derecenin belirlenmesi

Lüminesans şiddetinin zamanla bozunumunun üstel bir yasayı izlediğini varsayan izotermal bozunum yöntemi TL eğrisinin birinci mertebe kinetiğe sahip olup olmadığını test etmek için uygulanabilir. Fakat üstel bozunum nadiren görülür. Bunun sebebi, tek bir TL ışıma eğrisi birçok ayrık karmaşık yapılarından dolayı farklı oranlarda bozunumu olan muhtemel enerji seviyelerini içerebilir. Bu nedenle izotermal bozunum yöntemi testinin sonuçlarının yorumlanmasında dikkatli olunmalıdır.

➤ Termal solma testi ile kinetik derecenin belirlenmesi

Termal solma testi ile TL ışıma eğrisinin kinetik mertebe derecesi bulunabilir. Bu deneysel yöntemde örneğe test dozu verilir ve belli bir sıcaklığa kadar ön ısıtılır. Bu sıcaklıkta önceden belirlenen sürelerde bekletildikten sonra TL ışıma eğrileri kaydedilir. Malzeme tekrar tavllanır (uygun tavlama koşulu ile) ve aynı test doz tekrar verilir ve ayrı bir spesifik sıcaklıkta, bekleme süresi değiştirilerek TL ölçümleri kaydedilir. Bu süreç aynı deneysel koşullar altında (ön ısıtma hızı, okuma hızı, ön-ısıtma sıcaklığında bekleme süresi gibi) test dozundan sonra sadece süreler değişerek tekrarlanır. Her iki durumda da çalışılan tepenin kinetik derecesi, yarı logaritmik (semi-log) skalada zamana karşı lüminesans şiddeti grafiği çizdirilip bulunabilir (Şekil 1.7).

Birinci derece kinetik için çizilen, grafikte düz bir çizgi iken (Şekil 1.7a) diğer derece kinetikler için lineer olmayan çizgiler oluşur (Şekil 1.7b). Bu lineer olmayan çizgiler ikinci derece veya genel derece kinetiğine karşılık gelebilir.



Şekil 1.7. (a) Birinci derece TL tepesi için izotermal bozunum eğrisi. (b) İkinci derece veya genel derece TL tepesi izotermal bozunum eğrisi (Pagonis ve ark., 2006).

1.3.2.3. Tuzak parametrelerinin belirlenmesi yöntemleri

TL ışıma eğrisinden aktivasyon enerjisi (E), frekans faktör (s) ve kinetik merteye derece (b) değerlerini içeren tuzak parametrelerinin hesaplanması yarım yüzyıldır araştırma konusu olmuştur. Deneysel olarak ölçülen TL eğrisinden, tuzak parametrelerinin belirlenmesinde kullanılan deneysel/teorik yöntemler literatürde tanımlanmıştır (Aitken, 1985; Azorín, 1986; Chen ve McKeever, 1997; Chen ve Pagonis, 2011; Kirsh, 1992; McKeever ve ark., 1985; Pagonis ve ark., 2006). Bu yöntemlerin bazıları aşağıda sıralanmıştır.

- Başlangıç artış yöntemi
- Bütün parıldama tepe yöntemi
- Farklı ısıtma hızları yöntemi ya da Hoogenstraten yöntemi
- İzotermal bozunum yöntemi
- Tepe şekil yöntemi
- Bilgisayar yardımlı tepe ayrıştırma yöntemi (CGCD)
- Kesirli ışıma eğrisi yöntemi (FGT)

Her bir yöntemin kendi içerisinde avantajı ve dezavantajı vardır. CGCD ve FGT yöntemleri hariç diğer deneysel yöntemler, üzerinde çalışılan TL tepesinin komşu diğer TL tepelerinden tamamen ya da kısmen yalın olmasını gerektirir.

1.3.2.3.(1). Başlangıç artış yöntemi (IR yöntemi)

Başlangıç artış yöntemi diğer komşu tepelerden izole edilmiş yalın TL tepesinin aktivasyon enerjisini tahmin etmekte yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. Metodun uygulanabilirliği yalın TL tepesinin başlangıç artış bölgesinde, tuzaklanmış elektron yük yoğunluğunun neredeyse sabit olduğu varsayımına dayanır. Bu yöntemin avantajı kinetik derece (b) bilgisi gerektirmeden aktivasyon enerjisini tahmin etmek için kullanılan bir yöntem olmasıdır. TL sinyalinin tepe maksimumuna karşılık gelen sinyal (I_m) değerinin %15'ini aşmamak üzere bir bölgesine uygulanır.

$$I(T) = n_0 \exp\left(-\frac{E}{kT}\right) \exp\left[-\frac{s}{\beta} \int_{T_0}^T \exp\left(-\frac{E}{kT}\right) dT\right] \quad (1.13)$$

Bir TL ışıma eğrisinin başlangıç artış bölgesinde ($T \ll T_m$) ve ($I(T) \ll I_m(T)$) varsayımı yapılırsa denklem 1.13,

$$I(T) = A \exp\left(-\frac{E}{kT}\right) \quad (1.14)$$

olarak basitleştirilebilir.

Burada A; sabittir. E; aktivasyon enerjisi ve k; boltzman sabitidir.

Denklem 1.14'ün logaritması alındığında $\ln(I(T))$ 'nin $1/kT$ 'ye göre grafiğinin eğimi -E olan lineer bir doğrudur. Eğrinin kesişimi frekans faktörü ile ilişkilidir (Garlick ve Gibson, 1948). Bu yöntemle bulunan aktivasyon enerjisi radyasyon dozundan bağımsızdır.

Burada dikkat edilmesi gereken kaç verinin kullanılacağıdır. Bazı yazarlar TL maksimum şiddetinin %10-15'i arasında kalan bir kaç verinin alınmasını önermektedir (Pagonis ve ark., 2006). Diğer komşu TL tepelerinden iyi bir şekilde izole edilmiş yalın TL tepelerine uygulanmalıdır. Her ne kadar başlangıç artış noktasındaki elektron yoğunluğunun sabit olduğu varsayılsa da eğer TL eğrisinin başlangıç artış bölgesi önemli ölçüde termal sönümlemeye uğruyorsa düşük aktivasyon enerji değerine neden olabilir. Termal sönümleme parametresinin bilinmesi (W, C) durumunda Petrov ve Bailiff tarafından termal aktivasyon enerjisinin düzeltilmesi için önerilen yöntem uygulanabilir (Petrov ve Bailiff, 1995).

1.3.2.3.(2). Farklı ısıtma hızlarına dayanan yöntem

TL teorisine göre farklı ısıtma hızları TL eğrisinin T_m 'lerinin değişmesine neden olur. Farklı ısıtma hızları veya Hoogenstraten yöntemi popüler grafik tabanlı bir dizi ısıtma hızının kullanıldığı bir yöntemdir (Hoogenstraaten, 1958). Bu yöntemde aktivasyon enerjisi ve frekans faktörü hesaplanabilir. Yöntemin avantajı kinetik derece b'den bağımsız olmasıdır (Pagonis ve ark., 2006). Deneyssel prosedürde, malzemeye test dozu verilir ve belirlenen bir ısıtma hızında TL okuması yapılır. Aynı test dozu tekrar verilir ve başka bir ısıtma hızında TL okuması kaydedilir. Döngü artan farklı ısıtma hızları kullanılarak tekrarlanır. Her bir farklı ısıtma hızı için TL eğrisinin maksimum sinyalinin karşılık geldiği eğrinin T_m değerleri kaydedilir. $\ln(\frac{T_m^2}{\beta})$ 'nin $1/kT_m$ 'ye karşı grafiği çizilir. Eğrinin eğimi aktivasyon enerjisi (E), kesişimi ise frekans faktörü ile ilişkilidir (Chen ve Winer, 1970; Hoogenstraaten, 1958). Frekans faktörü, aktivasyon enerjisinden bağımsız hesaplandığı için bu yöntemde daha sağlıklı sonuçlar alınır. Li ve arkadaşları, (Li ve ark., 1997) ve Bulur ve ark., (Bulur ve ark., 1998) hoogenstraaten yönteminin optiksel olarak uyarılmış tuzakların termal aktivasyon enerjilerini (OSL'den sorumlu TL tuzakları) belirlemede kullanılabilir olduğunu göstermişlerdir. Her bir

ısıtma oranı için, OSL sinyalinin redüksiyon hızının (yani, her bir sıcaklıkta OSL yüzdesel kaybının) tavlama sıcaklığına karşı grafiği çizilir. Bu, tepe şekil eğrisine uyan bir eğri olur. $\ln\left(\frac{T_m^2}{\beta}\right)$ 'nin $1/kT_m$ 'ye karşı grafiği çizilir ve eğimden aktivasyon enerjisi hesaplanabilir. Bulur ve ark, (Bulur ve ark., 1998) her bir ısıtma hızında OSL yoğunluğunun kesirli kaybının birinci türevlerini alarak analiz yöntemini modifiye edip fraksiyonel TL yönteminden hesaplanana benzer ısı aktivasyon enerjisi ve frekans faktörü elde etmişlerdir.

TL ısıma eğrisi termal sönümlemeden etkileniyorsa bu yöntemde elde edilen aktivasyon enerjisi ve frekans faktör değerleri tahmin edilenden daha büyük değer olarak hesaplanabilir (Pagonis ve ark., 2006). Yöntem TL tepe maksimum sıcaklığının (T_m) doğru bir şekilde belirlenmesine dayandığından yüksek ısıtma hızlarında termal gecikme etkisinin de hesaba alınması gereklidir. Gecikme ısıtıcı element ile örnek arasındaki sıcaklık gradyenine bağlıdır. Bu düzeltme hesaba katılmayacak olursa bulunan sonuçlar doğruyu yansıtmaz. Kitis ve Tuyn tarafından termal gecikmeyi düzeltmek için aşağıdaki bağıntı önerilmiştir (Kitis ve ark., 1998).

$$T_m^j = T_m^i - C \cdot \ln\left(\frac{\beta_i}{\beta_j}\right)$$

Burada T_m^j , T_m^i , β_j ve β_i ; ısıtma hızlarında tepelerin maksimum sıcaklıklarıdır. C; ısıtıcı eleman ve örnek arasında var olan sıcaklık farkının ihmal edilebileceği iki düşük ısıtma hızı kullanılarak elde edilen bir sabittir. C'yi bulmak için 1 °C/s'nin altındaki ısıtma hızları tercih edilebilir.

1.3.2.3.(3). Tepe şekil yöntemi

Tepe şekil yöntemi herhangi bir deneysel prosedür içermeyen iyi bilinen hesaplamalı bir yöntemdir. Bu yöntemde TL ısıma eğrisinden, aktivasyon enerji (E), frekans faktörü (s) ve kinetik derece (b) hesaplanabilir. Başlangıç artış

yönteminin aksine tepe şekil metodu kinetik mertebe (b)'ye bağlıdır. Eğrinin kinetik mertebesi birinci derece ise eğri tepe asimetrik, ikinci derece mertebe ışıma tepesi hemen hemen simetriktir. Tepe şekil yönteminde E, s ve b'yi hesaplamak için sadece üç parametre (T_1 , T_2 , T_m) kullanılır (Bölüm 1.3.2.2-Şekil 1.6). Eğer $\mu_g \sim 0,42$ değerinde ise birinci dereceden TL kinetiği ($b=1$), $\mu_g \sim 0,52$ değerinde ise ikinci derece TL kinetiği ($b=2$) kinetik karakteristiğidir. Eğer μ_g değeri bu iki değer arasında ($1 < b < 2$) ise genel mertebe TL kinetiğine sahiptir.

Bir TL tepesinin tepe şekil yöntemiyle Chen metodu kullanılarak kinetik mertebesine göre aktivasyon enerjisi (E) değerini Çizelge 1.1'de verilen formüller kullanılarak hesaplanabilir.

Çizelge 1.1. Chen yöntemi kullanılarak kinetik mertebesine göre aktivasyon enerjileri.

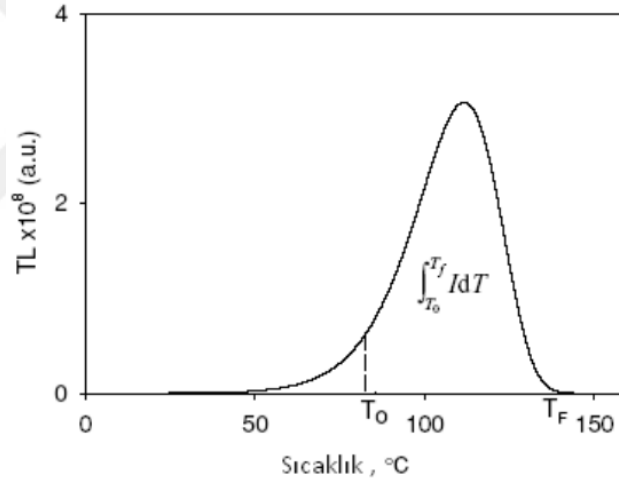
Kinetik mertebe	E_τ	E_δ	E_w
$b=1$ ($\mu_g=0,42$)	$= \frac{1,51kT_m^2}{\tau} - 1,58(2kT_m)$	$= \frac{0,976kT_m^2}{\delta}$	$= \frac{2,52kT_m^2}{w} - 2kT_m$
$b=2$ ($\mu_g= 0,52$)	$= \frac{1,81kT_m^2}{\tau} - 2(2kT_m)$	$= \frac{1,71kT_m^2}{\delta}$	$= \frac{3,54kT_m^2}{w} - 2kT_m$
$1 < b < 2$	$= \frac{1,720kT_m^2}{\tau} - 1,874(2kT_m)$	$= \frac{1,487kT_m^2}{\delta}$	$= \frac{3.234kT_m^2}{w} - 2kT_m$

Balarin frekans faktörünü tuzak derinliği (E) bilinen bir TL malzemesi için aşağıda verilen ifadeyle formülleştirmiştir (Balarin, 1979):

$$s = \frac{\beta E}{T_m^2 k} \frac{1}{1 + (b-1) \frac{2kT_m}{E}} \exp\left(\frac{E}{kT_m}\right)$$

1.3.2.3.(4). Bütün parıldama tepe yöntemi

Daha önceden değinilen metotlarda TL eğrisinden tuzak parametresi hesaplamaları yapılırken kullanılan yöntemlere göre TL eğrisinin bir ya da birkaç veri noktalarında kısıtlamalar vardı. Örneğin, başlangıç artış metodunda düşük sıcaklık bölgesindeki birkaç veri, tepe şekil yönteminde sadece üç parametre (T_1 , T_2 ve T_m), farklı ısıtma hızlarında ise tek bir veri (I_m , T_m) kullanılır. Bu yöntemlerin aksine, bir ya da birkaç veri yerine “bölge metotları” ya da “bütün parıldama tepe” yönteminde eğri altında kalan tüm veriler kullanılır. Bu yöntem, iyi izole edilmiş yalın TL eğrilerine uygulanabilir. Bu yöntemde TL eğrisinden E, b ve s hesaplanabilir.



Şekil 1.8. Bütün parıldama tepe yönteminin yalın TL eğrisine uygulaması (Pagonis ve ark., 2006).

Şekil 1.8’da temsili olarak gösterilen TL eğrisi gibi belirli bir sıcaklık bölgesindeki TL sinyalinin başlangıç yükselme bölgesinde verilen T_0 sıcaklığından eğrinin sonundaki T_f final sıcaklığına kadar eğrinin altında kalan bölgenin $n(T)$ integral değeri denklem 1.15 ile hesaplanabilir.

$$n(T) = n = \frac{1}{\beta} \sum_{T_0}^T I(T) \Delta T \quad (1.15)$$

Burada $I(T)$; TL şiddeti, β ; ısıtma hızı, ΔT ; ise ölçümler arasındaki sıcaklık farkıdır.

$n(T)$ belirlendikten sonra kinetik derecesi için denklem 1.16'daki ifade kullanılır.

$$\ln \left(\frac{I(T)}{n(T)^b} \right) = \ln \left(\frac{s^1}{\beta} \right) - \frac{E}{kT} \quad (1.16)$$

Burada $s^1 (m^{3(b-1)} s^{-1})$ genel mertebe kinetik için efektif frekans faktörüdür.

Denklem 1.16'yı kullanılarak, $\ln(I/n^b)$ 'nin $1/kT$ 'ye karşı grafiği çizilir. Eğer kinetik mertebe (b) (daha önceden) biliniyorsa çizilen grafiğin eğimi bir doğru çizgidir. Kinetik derece " b " değeri bilinmiyorsa 1.16 denkleminde " b " nin çeşitli değerleriyle birkaç çizgi çizilir ve en iyi lineer doğru seçilerek işlem yapılır. En iyi doğrunun eğim değeri " $-E$ " değerini ve kesişimi ise frekans faktörü ile ilişkilidir.

1.3.2.3.(5). İzotermal bozunum yöntemi

İzotermal analiz, sabit sıcaklıkta TL şiddetinin zamana karşı grafiği çizilerek tuzak parametrelerini belirlemek için kullanılan başka bir yöntemdir. Yöntem, radyasyona maruz kalmış örneği, fosforesans bozunumunun gözlemlenebileceği belirli bir sıcaklığa ısıtmaktan ibarettir. Tuzaklanmış yük taşıyıcıların azalma oranı zamanın bir fonksiyonu olarak ölçülen lüminesanstan izlenir. Bu eğri fosforesans sönüm eğrisidir. Sabit sıcaklıkta TL şiddetinin zamana karşı grafiği izotermal bozulma eğrisi olarak adlandırılır.

Birinci mertebe kinetik durumunda, zamanın bir fonksiyonu olarak izotermal sönüm fonksiyonu,

$$I(t) = I_0 \exp[-s \exp(-E/kT)t] \quad (1.17)$$

eşitliği ile verilir.

Burada $I(t)$, t zamanındaki ve sabit bir T sıcaklıktaki lüminesans sinyalıdır; I_0 , $t = t_0$ ' da ki başlangıç şiddeti değeridir; E , aktivasyon enerjisi ve k , boltzmann sabitidir.

Denklem 1.17'yi kullanarak $\ln(I(t)/I_0)$ 'un t 'ye karşı grafiği bir doğru olup bu doğrunun eğimi,

$$m_i = s \exp(-E/kT_i) \quad (1.18)$$

eşitliği elde edilir. Denklem 1.18'in logaritması alınarak,

$$\ln(m_i) = \ln s - \frac{E}{kT_i}$$

ifadesi elde edilir. Aktivasyon enerjisi, iki sabit sıcaklıkta T_1 ve T_2 'de ölçülen herhangi iki farklı eğimden (m_1 ve m_2) değerlendirilebilir:

$$\ln\left(\frac{m_1}{m_2}\right) = \frac{E}{k} \left(\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2}\right)$$

buradan gerekli düzenlemeler yapılırsa;

$$E = \frac{kT_1 T_2 \ln\left(\frac{m_1}{m_2}\right)}{T_1 - T_2}$$

olarak bulunur.

Sabit birkaç sıcaklıkta ölçülen bozunma varsa, $\ln(m_i)$ 'nin $1/kT$ 'ye karşı grafiği bir doğrudur ve bu doğrunun eğimi $-E$, keşişimi ise $\ln(s)$ 'yi verir.

1.3.2.3.(6). Kesirli ısıma eğrisi yöntemi (FGT)

TL eğrisi yalın ise ya da birbirinden iyice izole edildiği zaman tuzak parametreleri hesaplamaları literatürde verilmiştir. Çoğu durumda TL eğrisi iki ya da daha fazla tepenin birleşiminden ya da birbirine yakın, yalın olmayan kompleks eğrilerden oluşabilmektedir. Literatürde, kompleks TL eğrilerden tuzak parametresi hesaplama yöntemleri kısıtlıdır. Gobrecht ve Hofman tarafından geliştirilen “Kesirli ısıma eğrisi” yöntemi ile TL eğri şekline bakılmaksızın TL eğrisinden aktivasyon enerjisi ve frekans faktörünü belirlemede kullanılan yöntemdir (Gobrecht ve Hofmann, 1966). Yöntemin ana avantajı kinetik mertebeden ve dozdan bağımsız olmasıdır. FGT tekniği başlangıç artış yönteminin ardışık tekrarlayan bir dizi uygulamasını içerir. Başlangıçtaki artış bölgesinde tuzaklanmış elektronların miktarı kritik bir sıcaklığa kadar neredeyse sabit olduğu kabul edilir. TL eğrisindeki herhangi bir tepenin ilk yükselen kısmı denklem 1.14'e göre sıcaklık ile değişir. FGT tekniği, bir kaç derecelik ardışık sıcaklık artışlarıyla tekrarlanan ısıtma ve soğutma döngülerinden oluşur. Her bir ısıtma ve soğutma döngüsü için $\ln(I)$ 'nin $1/kT$ 'ye karşı grafiği çizilir. Bu eğrinin eğimi aktivasyon enerjisi ($-E$), keşişimi ise frekans faktörü ile ilişkilidir. Burada dikkat edilmesi gereken, daha hassas bir biçimde E ve s yi belirlemek için grafikte en iyi lineer bölge alanını seçmektir. E - T grafiğinde her bir plato bölgesi, TL ısıma eğrisini oluşturan TL tepelerin her birine karşılık gelen bireysel aktivasyon enerjisini verir.

1.3.2.3.(7). Bilgisayar yardımlı tepe ayrıştırma (CGCD) yöntemi

1980'lardan beri bir çok araştırmacı tarafından yaygın olarak kullanılan CGCD yöntemi deneysel prosedür gerektirmeden TL eğrisinden tuzak parametreleri hesaplamalarında en çok kullanılan yöntemlerden birisidir.

Dozimetrik malzemelerin tek bir TL tepesinden oluşan yalın TL ışıma eğrileri nadirdir. Malzemelerin çoğunda TL ışıma eğrisi iki ya da daha fazla sayıda TL tepelerine sahiptir. Çoğu durumda eğrilerin bitişik olarak üst üste binecek şekilde birbirine çok yakın aralıklıklarla (kompleks) TL ışıma eğrileri vardır. Kompleks TL ışıma eğrilerinin bileşenlere ayrıştırılması ve bu bileşenlerden tuzak parametrelerin hesaplanması, malzemenin dozimetrik amaçları ve uygulama alanlarındaki kullanımı açısından çok önemlidir.

Kitis ve arkadaşları, genel mertebe kinetik için herhangi bir malzemenin TL eğrisi bileşenlerine ayrıştırmada kullanılabilir eşitliği denklem 1.19'de vermiştir (Kitis ve ark., 1998):

$$I(T) = I_m b^{\frac{b}{b-1}} \exp\left(\frac{E}{kT} \frac{T-T_m}{T_m}\right) \left[(b-1)(1-\Delta) \frac{T^2}{T_m^2} \exp\left(\frac{E}{kT} \frac{T-T_m}{T_m}\right) + Z_m \right]^{-\frac{b}{b-1}}, b \neq 1 \quad (1.19)$$

Burada, I_m : maksimum şiddet, T_m : maksimum sıcaklık, b : kinetik mertebe,

$$\Delta = \frac{2kT}{E}, \Delta_m = \frac{2kT_m}{E} \text{ ve } Z_m = 1 + (b-1)\Delta_m \text{ olarak verilmektedir.}$$

Fit işlemi sonucunda elde edilen E , b ve s parametrelerin doğrulukları (hassasiyetleri) denklem 1.20'de tanımlanan FOM eşitliğine göre değerlendirilebilir (Balian ve Eddy, 1977).

$$FOM = \sum_i \left| \frac{Y_{\text{Deneyssel}} - Y_{\text{Fit}}}{A} \right| \quad (1.20)$$

Burada $Y_{\text{Deneyssel}}$ deneysel olarak elde edilen TL eğri değerleri, Y_{Fit} fit eğrisindeki sayım değerleri, A ise fit eğrisi altında kalan alanı göstermektedir.

Araştırmacılar, bulunan FOM değeri %0 ile %2,5 arasında değişiyorsa iyi fit olduğunu, %2,5 ile %3 arası için uyumlu olduğunu ve %3,5'dan büyük olarak bulunan FOM değerleri için fit eğrisinin uyumsuz olduğunu belirtmektedirler (Balian ve Eddy, 1977; Misra ve Eddy, 1979).



2. ÖNCEKİ ÇALIŞMALAR.

Lityum tetraborat ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$) doğada saydam, renksiz ve son derece nadir bulunan diomignit minerali olarak bilinir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ optik özellikleri yüksek stabilitesi, kimyasal kararlılık, geniş bir yasak enerji aralığına sahip olması ve vakum ultraviyole (VUV) bölgesinde 160 nm'ye kadar uzanan geniş şeffaflık aralığı nedeniyle bir çok araştırmacı tarafından özel bir ilgi çekmiştir (Burak ve ark., 2002a, b; Chennakesavulu ve ark., 2007; Gurga ve ark., 2007). Katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ malzemesi yüksek oranda solması, düşük lüminesans sinyali vermesi ve higroskopik yapısı gibi dezavantajları vardır. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ doğrusal olmayan optik malzemelerde, piezoelektrik malzemesi ve uygun safsızlıklar ile katkılındığı zaman (Örneğin, Mn, Ag, Eu, Cu) dozimetre malzemesi olarak kullanılması umut vaat eden çok yönlü bir ana malzemedir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Mn}$, Lityum Florür (LiF)'e düşük atomik numarayla rakip olmuş bilinen en eski dozimetrik malzemelerdendir (Schulman ve ark., 1967). Bir çok araştırmacı uygun iyon katkılayarak dozimetrik özelliklerini TL ve OSL tekniği kullanılarak çalışmışlardır (Aydın ve ark., 2013; Ekdal ve ark., 2014; Ozdemir ve ark., 2017; Ozdemir ve ark., 2018; Ozdemir ve ark., 2016; Patra ve ark., 2016; Srivastava ve Supe, 1989).

Dozimetrik yöntemler termolüminesans (TL) ve optiksel uyarımlı lüminesans (OSL), radyofotolüminesans pasif katı-hal detektörleri kullanarak veya herhangi diğer yöntemler ile detektör malzemede radyasyonun etkisiyle soğurulan dozu tahmin etmede kullanılmaktadırlar. Bu dozimetrik yöntemler, kişisel ve çevresel dozimetri, retroskopi/kaza dozimetresi, radyasyonun klinik uygulamaları ve yüksek LET dozimetresi gibi radyasyonun çeşitli uygulamalarında soğurulan dozun doğru bir şekilde belirlenmesinde kullanılmaktadır. İyonize radyasyonun belirlenmesinde TL yöntemini kullanılması birkaç on yıldır yapılmaktadır. Uzay dozimetresi, arkeolojik ve jeolojik tarihlendirme, klinik dozimetre, kişisel ve çevresel doz görüntüleme gibi çok çeşitli alanlarda uygulama yeri bulmuştur (Kortov, 2007; McKeever, 1985; McKeever ve ark., 1995). TL özellikle kişisel

dozimetre uygulamalarında önemli bir rol oynamaktadır (Jones ve Stokes, 2011; Moscovitch ve ark., 2006; R. Cassata ve ark., 2002). Modern lüminesans dozimetresinin gelişimi daha çok OSL dozimetresine yönlendirir (Bøtter-Jensen ve ark., 2003; WS McKeever, 2002). Son yıllarda araştırmacılar lityum tetraboratın optiksel uyarımlı lüminesans kullanarak yaydığı ışık üzerine çalışmaya yoğunlaşmışlardır. Bu malzemenin OSL karakteristikleri ve optiksel analizleri farklı gruplarca çalışılmış olmasına rağmen lüminesans oluşum mekanizmasını anlayabilmek için hala daha çok sayıda detaylı çalışmaya ihtiyaç vardır. Yapılan çalışmaların sayısı az ve yetersizdir (Aydın ve ark., 2013; Danilkin ve ark., 2010; Kananen ve ark., 2016; Rawat ve ark., 2012; West ve Kearfott, 2015). Şimdiye kadar yapılan OSL ve optiksel özellik çalışmalarında birlikte veya tek tek Ag^+ ve Cu^+ katkılanmış lityum tetraborat en fazla çalışılan malzemelerden birisidir (Cruz-Zaragoza ve ark., 2016; Ignatovich ve ark., 2007; Kananen ve ark., 2016; Patra ve ark., 2012; Rawat ve ark., 2012). $Li_2B_4O_7:Cu$ malzemesinin OSL sinyali, $Li_2B_4O_7:Ag$ malzemesi ile karşılaştırıldığında daha az sinyal elde edilmiştir. Bu belki de gümüş (Ag) iyonunun TL yayılım dalga boyu 270 nm'nin çoğu geleneksel fotokatlandırıcı tüpün (PMT'nin) kaydedebildiği aralıktan (300-650 nm) uzak olmasının sonucudur. Ignatovich ve arkadaşları Ag^+ ile katkılanmış ve Mn^{+2} ile katkılanmış tek kristal halindeki $Li_2B_4O_7$ 'i farklı dopant konsantrasyonlarıyla çalışmışlardır. Optiksel soğurma ve fotolüminesans karakterizasyon çalışmaları tek tip Ag^+ 'nın metal merkezli geçişini ($4d^95s \leftrightarrow 4d^{10}$) göstermiştir (Ignatovich ve ark., 2007). Kananen ve arkadaşları $Li_2B_4O_7:Ag$ malzemesinin iyonlaştırıcı radyasyona maruz bırakıldıktan sonra yüksek hassasiyetli OSL sinyali kaydetmiştir (Kananen ve ark., 2016). Kristalde Ag^+ iyonları Li^+ iyonlarıyla yer değişmektedir veya kristal içerisinde ara bölgelere yerleşmektedir.

Araştırmacılar Ag katkılı $Li_2B_4O_7$ 'in kusur kombinasyonu özellikleri nedeniyle tek OSL malzemesi olduğunu rapor etmişlerdir. Lityum tetraborat gümüş ile katkılanıp nötron dozimetresi olarak özellikleri OSL yöntemi kullanılarak Patra

ve arkadaşları tarafından araştırılmıştır (Patra ve ark., 2016). Bu çalışmada, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ malzemesinin OSL dozimetrik karakteristiklerini çalışılmış sonra da nötron/karışık alan dozimetresi olarak özellikleri incelenmiştir. Nötron akısı $3 \times 10^8 - 3 \times 10^9 \text{ n/cm}^2$ aralığında değişirken nötron doz-cevap eğrisini çizmiş ve bunun lineer olduğunu rapor etmişlerdir. Çalışmada bunun 3mSv-30 mSv'ye karşılık geldiği (ANSI standard ANSI/ANS-6.1.1-1977) ve $Q_F=2$ alındığında bunun karşılığı olan soğurulan doz miktarının 1,5 mGy ile 15 mGy'ye karşılık geldiği rapor edilmiştir. Nötronlar için daha geniş bir doz aralığını ve MDD değerlerini de içine alan daha ileri bir çalışmanın planlandığını rapor etmişlerdir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ 'ün nötron dozimetresi olarak kullanılabileceğini ve uygun bir okuyucu sistemi ile nötron radyografide kullanılabileceğini açıklamışlardır.

Annalakshmi ve arkadaşları, katıhal sentez reaksiyon metodunu kullanarak mangan katkılı lityum tetraboratı ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Mn}$) sentezlemiştir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Mn}$ malzemesinin ana dozimetrik tepenin karşılık geldiği sıcaklığı 250 °C olarak kaydetmiştir. Literatürde çalışılan diğer lityum boratlar arasında en yüksek sinyale sahip olan $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Mn}$ 'dır (Annalakshmi ve ark., 2011). Malzemenin 10 Gy'e kadar lineer davranış gösterdiği rapor edilmiştir. Optimum TL sinyali elde etmek için mangan konsantrasyonlarını kütlece yüzde olarak 0,18 ile 0,75 arasında incelemiş ve en yüksek TL şiddetini veren konsantrasyonu 0,32 olarak bulunmuştur. Zaman içindeki solmanın uzun süreler boyunca oldukça stabil olduğu rapor edilmiştir. Nötron doz yanıtlarının $^6\text{LiF:Mg,Ti}$ (TLD-600)'ünün %25'i olduğunu rapor etmişlerdir. Palan kütlece %0,005 gümüş katkılı lityum tetraborat ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$) fosforunu katıhal sentez yöntemi kullanılarak başarılı bir şekilde sentezlemiştir. Yapısal karakterizasyon analizlerini X-ışını Kırınımı (XRD), Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) yöntemlerini kullanarak karakterize etmiştir. XRD sonuçlarında kristal yapısının tetragonal yapıya sahip olduğunu ve kristal örgü parametrelerinin $a=b=9,4790$, $c=10,2900$ değerlere sahip olduğunu ve SEM görüntüsünden parçacık boyutunun $\sim 1-2 \mu\text{m}$ olduğunu rapor etmiştir. TL ışıma eğrisini ve OSL sönüm eğrilerini 0,2 Gy beta dozundan sonra kaydetmiştir.

TL eğrisinin iki TL tepesinden oluştuğunu ve birinci TL tepesinin tepe maksimum sıcaklığının ~ 125 °C’de olduğunu diğer TL tepesinin ~ 280 °C’de olduğunu rapor etmiştir. OSL sönüm eğrisini $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3\text{:C}$ OSL dozimetresinin sönüm eğrisiyle karşılaştırılmıştır. ~ 5 kez daha büyük şiddette OSL sinyali elde etmiştir. TL eğrisinin kinetik parametrelerini tepe şekil yöntemini uygulayarak çalışmıştır. Sonuç olarak, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ malzemesinin iyi TL/OSL özellikleri gösterdiği ve radyasyon dozimetresinde kullanılabileceği önerilmiştir (Palan ve ark., 2016).

Rawat ve arkadaşları, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu}$ (0,25 % mol), Ag (0,25 mol %) tek kirstalini Czochralski yöntemi kullanarak üretmiştir. Kristalin TL eğrisi 1 K/s ısıtma hızında okunduğunda 375, 441 ve 516 K’de üç TL eğrisinden oluşmaktadır. Elde edilen TL eğrisini TLD-100’ün TL eğrisi ile karşılaştırmıştır. 1 mGy ile 1 kGy arasında lineer doz-yanıt karakteristiği gösterilmiştir. Kristalin CW-OSL ölçümlerini mavi ışık kullanılarak kaydetmiştir. TL eğrisindeki üç tepenin mavi ışığa hassas olduğunu bulmuştur. Üç TL tepesinin birinci derece kinetiğine sahip olduğunu bildirmiştir. TL- CW-OSL arasındaki ilişkiyi çalışmıştır (Rawat ve ark., 2012).

Singh ve arkadaşları, kütlece %0,025 ile %5 arasında değişen 7 farklı konsantrasyonda $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ malzemesine gümüş katkılıyıp, dopant konsantrasyonlarının CW-OSL eğrisi üzerine etkisini araştırmıştır. Maksimum OSL sinyalini $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}(\%1)$ üretiminde elde etmiştir. LM-OSL eğri şeklini kullanarak tepe şekil yöntemi ile $\mu g=0,77$ olarak hesaplanmıştır. Bu sonuca göre birinci derece olmayan (non-first order) kinetiğine sahip olduğunu rapor etmiştir. LM-OSL eğrilerininin tepe maksimumu 1-100 s arası değişen sürelerde uyarım süresi arttıkça yüksek sıcaklıklara doğru kaydığını rapor etmiştir. Yazar sonuç olarak LM-OSL eğrisinin birden çok bileşenden oluştuğunu bildirmiştir (Singh, 2017).

3. MATERYAL VE METOD

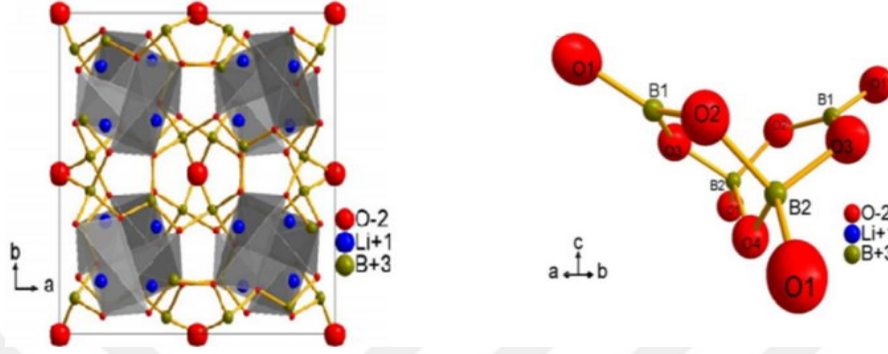
3.1. Materyal

3.1.1. Lityum tetraborat ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$)

Kişisel ve klinik dozimetre uygulamalarında gama ve nötron radyasyonlarının bulunduğu karışık ortamda, doku tarafından soğurulan radyasyon dozunu yüksek hassasiyet ile tahmin edilmesi insan sağlığı açısından çok önemlidir. Bu ise insan biyolojik doku eşdeğeri (Z_{eff} : 7,44) olan malzemenin dozimetrik malzeme olarak kullanımını gerektirir. İdeal bir dozimetre malzemesinin atom numarası (Z), olabildiğince insan biyolojik doku eşdeğerine yakın olması, ölçümlerin foton enerjisinden bağımsız hale getirir. Yani doku eşdeğeri malzemesi olması 20 ile 100 keV arasında değişen enerjilere sahip olan γ (gama) veya X (X-ışını) radyasyona maruz kaldığı zaman çok önemli hale gelir. Düşük enerjilerde, fotoelektrik etkileşim baskındır ve fotoelektrik etkileşim nedeniyle foton hızmasındaki zayıflama atom numarasının üçüncü kuvvetine (Z^3) bağlıdır. Böylece bu enerji aralığında daha yüksek atom numarasına sahip olan materyaller, doza beklenenden daha yüksek yanıt (over response) verirler.

Radyasyon dozimetresinde en yaygın kullanılan ana malzemelerden bazıları şunlardır: Lityum tetraborat ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$), magnezyum tetraborat (MgB_4O_7), sodyum tetraborat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$), berilyum oksit (BeO), kalsiyum sülfat (CaSO_4), alüminyum oksit (Al_2O_3), lityumflorür (LiF), magnezyum oksit (MgO), vb. Bu malzemeler arasında insan dokusuna en yakın malzeme, biyolojik doku eşdeğeri Z_{eff} : 7,3 olan $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ' dir. Ogorodnikov tarafından $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ malzemesinin ~ 9 eV' luk geniş bir yasak enerji aralığına sahip olduğu hesaplanmıştır (Ogorodnikov ve ark., 2000). Bu geniş bant aralığı çeşitli geçiş ve nadir toprak iyonlarıyla katkılama yapılmasına olanak sağlamaktadır.

Şekil 3.1. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'ın ana krsital yapısını göstermektedir.



Şekil 3.1. Lityum tetraborat($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$)' ın ana krsital örgü yapısı (Romet, 2017).

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'nin erime noktası 917°C ve özkütlesi $2,45 \text{ g/cm}^3$ 'dir. Kristal örgü yapısı tetragonalıdır. Kristal örgü parametreleri $a=b=9,479 \text{ Å}$ ve $c=10,280 \text{ Å}$ ile verilmektedir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ana kristal yapısı iki düzlemsel 14 trigonal (BO_3) ve iki dörtlü BO_4 molekülünden oluşan bir bor-oksijen kompleksinden $[\text{B}_4\text{O}_9]^{6-}$ oluşur (Romet, 2017).

3.1.2. Araştırmada kullanılan cihazlar ve özellikleri

Tez kapsamında araştırmalarda kullanılan cihazlar ve özellikleri aşağıda verilmiştir.

3.1.2.1. Risø TL/OSL DA-20 Okuyucu Cihazı

Çukurova Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü TL/OSL laboratuvarında bulunan Risø TL/OSL DA-20 Model cihaz, tarihlendirme ve dozimetre araştırmalarında dünyada en yaygın olarak kullanılan cihazlardan biridir. Tez kapsamında sentezlenen malzemelerin TL/OSL ölçümleri Risø TL/OSL DA-20 model cihaz ile gerçekleştirilmiştir. Şekil 3.2. Risø TL/OSL DA-20 model okuyucuyu cihazını göstermektedir.



Şekil 3.2. Risø TL/OSL DA-20 model okuyucu cihazı.

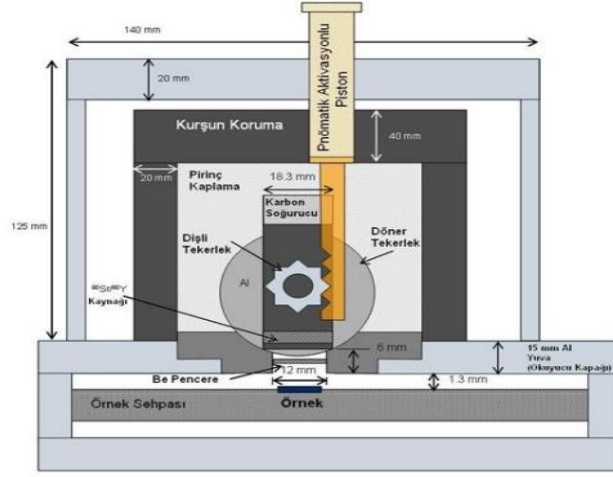
Cihaz, 48 örneğin oda sıcaklığı ile 700 °C arasında herhangi bir sıcaklığa kadar bağımsız olarak ısıtılmasını ve beta kaynağını kullanarak radyasyona tutulmasını sağlar. Cihaz tüm fonksiyonlarıyla bilgisayar kontrollü bir cihazdır. Bu kontrolün sağlanabilmesi ve elde edilen ölçüm sonuçlarının analiz edilebilmesi için “Analyst” ve “Sequence” adı verilen iki program kullanılmaktadır.

Risø TL/OSL DA-20 Model cihaz temel olarak 5 ana kısımdan oluşmaktadır:

1. Radyasyon kaynağı
2. Isıtma sistemi
3. Fotokatlandırıcı tüp
4. IR-mavi ışık LEDs
5. Kontrolör

1. Radyasyon kaynağı

Risø TL/OSL DA-20 model cihazda yarılanma ömrü 30 yıl olan ve 2,27 MeV’luk maksimum enerjili beta parçacıkları yayan, 1,48 GBq’lık (40 mCi) aktiviteye sahip $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ beta kaynağı bulunmaktadır. Kaynak silindirik özel bir kurşun blok içerisine yerleştirilmiştir (Şekil 3.3). Kaynak, kuvars kristaline göre kalibre edilmiştir. Kuvars için örnek pozisyonundaki doz soğurma oranı 6,689 Gy/dakika’dır.



Şekil 3.3. Risø TL/OSL cihazında bulunan beta radyasyon kaynağı sistemi (Universitet, 2008).

2. Isıtma sistemi

Risø TL/OSL DA-20 model cihazda bulunan yüksek dirençli alaşımdan yapılan ısıtıcı aparatı ve kaldırma mekanizması fotokatlandırıcı tüpünün hemen altında bulunur (Şekil 3.4a ve Şekil 3.4b).



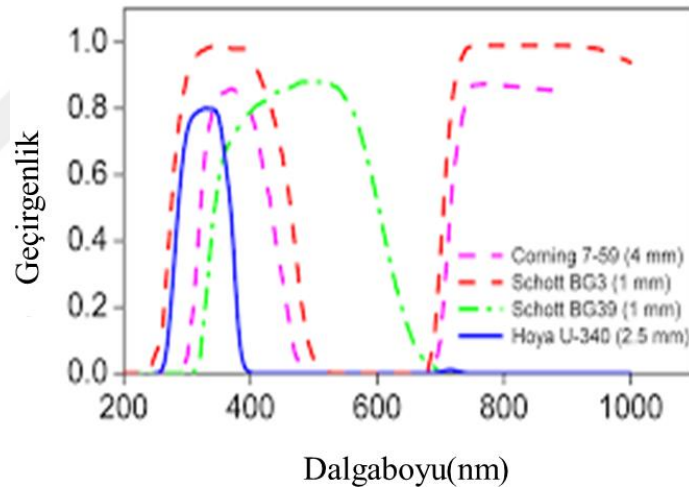
Şekil 3.4. (a) Risø TL/OSL DA-20 model cihazdan bulunun ısıtıcı aparatı (b) Örnek tablası üzerinde TL okuma süresinde kaldırma sisteminden bir kesit (Universitet, 2008).

Isıtıcı aparatı, örneği ısıtmak ve örneği ölçüm pozisyonuna getirme görevini gerçekleştirmektedir. Ölçümler, malzemeyi yanmadan ve oksidasyondan

koruyan ve soğutan azot ortamında gerçekleştirilmektedir. Isıtma sürekli bir anahtarlama olmayan sabit frekans sinüs dalgası jeneratörü tarafından sağlanmaktadır. TL ölçümleri lineer ısıtma hızında, oda sıcaklığından 700 °C'ye kadar yapılabilmektedir.

3. Fotokatlandırıcı tüp (PMT)

Risø TL/OSL DA-20 model okuyucusunda standart foton dedektörü Mavi/UV ışığa duyarlı bir fotokatlandırıcı tüptür (PMT). Yayılan lüminesans bir fotokatlandırıcı tüpü (PMT) ve sistem içerisinde yer alan optik filtreler aracılığıyla detekte edilir. Bu filtrelerden bazılarında olan Hoya U-340, Schott BG-39 ve Corning 7-59 filtrelerinin optiksel geçirgenlikleri Şekil 3.5'te gösterilmektedir.

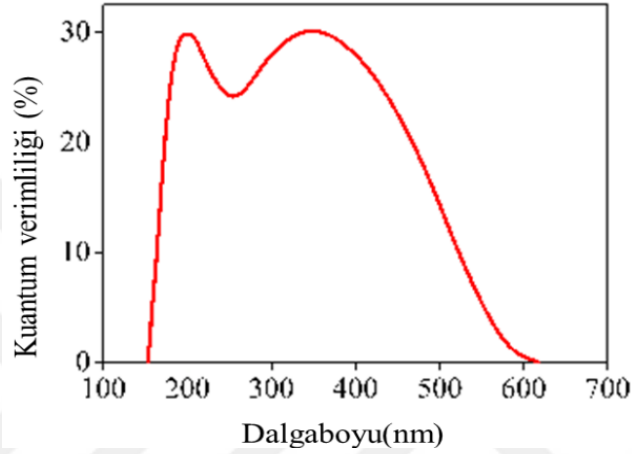


Şekil 3.5. Corning 7-59, Schott BG-3, Schott BG-39 ve Hoya U-340 optik filtrelerin geçirgenlik aralıkları (Universitet, 2008).

Yapılan çalışmada kullanılan filtreler:

- 7,5 mm Hoya U-340 (OSL okumaları için 7,5 mm kalınlık, geçirdiği aralık 290 and 390 nm)
- 8,0 mm Schott BG-39 (TL okumaları için 8.0 mm kalınlık, geçirdiği aralık 340 and 680 nm)

PMT’de ışığa duyarlı bileşen CsSb bialkali katoddur. Cihazda maksimum algılama verimi ~190-600 nm geçirgenliğe sahip EMI 9235 QA model PMT tüp vardır (Şekil 3.6). Bu özelliği sayesinde feldispat ve kuvarsın lüminesans ölçümleri yapılmaktadır. PMT katodu ile örnek arasındaki mesafe 55 mm’dir.

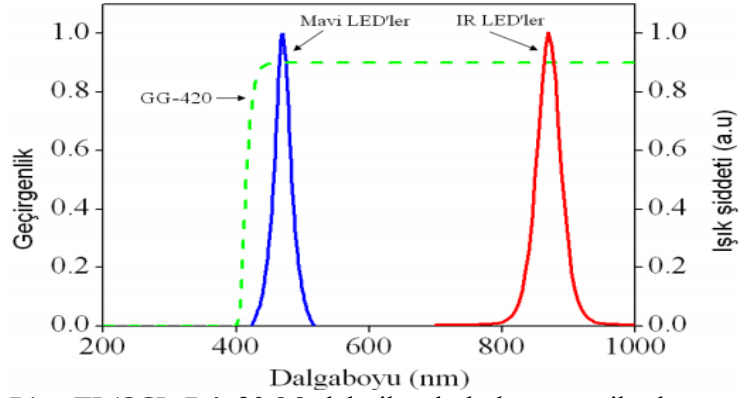


Şekil 3.6. Risø TL/OSL DA-20 Model cihazda bulunan EMI 9235 QA model PMT’ün kuantum verimi (Universitet, 2008).

4. IR ve mavi LEDs ışık

Risø TL/OSL DA-20 model cihazın önemli parçalarından biri de IR ve mavi ışık LEDs kaynağıdır. Kuvars ve diğer örnekler LEDs yardımıyla uyarılır.

Mavi ve IR LEDs’lerden oluşan IR ve mavi ışık kaynağının dalga boyu-ışık şiddeti grafiği Şekil 3.7’de gösterilmektedir .



Şekil 3.7. Risø TL/OSL DA-20 Model cihazda bulunan optiksel uyarım kaynağı olan IR ve mavi LEDs geçirgenlik-dalgaboyu grafiği (Universitet, 2008).

Maksimum 470 ± 20 nm dalga boyunda mavi ışık LEDs'ler ve maksimum 870 ± 20 nm boyunda da IR LEDs kaynağı bulunmaktadır. Bu iki ışık kaynağı optiksel uyarım kaynağı olarak kullanılmaktadır.

- 870 nm IRLEDs için örnek üzerinde $> 135 \text{ mW/cm}^2$ sağlamaktadır.
- 470 nm BlueLEDs için örnek üzerinde $> 80 \text{ mW/cm}^2$ sağlamaktadır.

5. Kontrolör

Malzemenin TL ya da OSL okuma sırasında alınan verilerin bilgisayara aktarmasını sağlayan, windows tabanlı yazılım aracılığı ile kullanıcının girdiği komutları cihaza aktaran ve tüm süreci sürekli kontrol eden birimdir. Kontrolörün içerisinde 40 komut dili çeviricisi vardır. Şekil 3.8'de kontrolör görülmektedir.



Şekil 3.8. Risø TL/OSL DA-20 Model cihazda sisteminde bulunan Kontrolör aparatı.

3.1.2.2. Sinterleme ve Tavlama işlemlerinde kullanılan yüksek sıcaklık kül fırını

Çukurova Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü TL/OSL Medikal Fizik laboratuvarında bulunan Nabertham (P330) Marka kül fırın tez kapsamında çözelti yanma sentez yöntemi ile sentezlenen malzemelerin, sinterleme ve tavlama ısı işlemleri için kullanıldı (Şekil 3.9).

Fırın oda sıcaklığından ayarlanabilir farklı ısıtma artış hızları ile 1300 °C'ye kadar çıkabilmekte ve o sıcaklıklarda belirlenen sürelerde 48 saat süreye kadar kalabilmektedir.



Şekil 3.9. Nabertham P330 model kül fırını.

3.1.2.3. X-ışını Kırınımı (XRD) cihazı

X-ışını Kırınımı (XRD), her bir kristal fazının kendine özgü atomik dizilimlerine bağlı olarak, X-ışınlarını karakteristik bir düzen içerisinde kırılması esasına dayanır. XRD analizi ile kayaçların, kristal malzemelerin, ince filmlerin ve nitel ve nicel incelemeleri yapılabilir. Çözelti yanma sentez yöntemiyle sentezlenen ve sinterlenen malzemelerin XRD analizleri Çukurova Üniversitesi ÇÜMERLAB Merkezi Araştırma Laboratuvarında bulunan PANalytical EMPYREAN XRD marka cihaz ile yapıldı (Şekil 3.10).



Şekil 3.10. PANalytical EMPYREAN model XRD cihazı.
(<http://cumerlab.cu.edu.tr/tr/detay.aspx?pageId=1483>).

Cihazın teknik özellikleri aşağıda sıralanmıştır.

- ✓ X-ışını Tüpü: Cu-Ka.
- ✓ Çalışma Voltaj Aralığı: 20-50 kV.
- ✓ Çalışma Akım Aralığı: 5-60 mA.
- ✓ Gonyometre çapı: 480 mm. Dikey gonyometre, teta-teta ve alfa-1 geometrilerinde.
- ✓ En küçük adım büyüklüğü: 0.00010 ($\theta/2\theta$).

- ✓ XRD cihazı yüksek çözünürlükte tarama yapabilir ve gonyometre tarama hızı $0.0001^\circ/\text{d}$ ve $70^\circ/\text{d}$ 'dır. Bir açıdan diğer açığa geçiş hızı: $500^\circ/\text{d}$.
- ✓ Maksimum kullanılabilir ölçüm açıları: $-111 < 2\theta < 168$ derece.
- ✓ Piksel tabanlı hızlı dedektör; dijital mikro işlemci kontrollü uzun ömürlü ve maksimum sayım kapasitesi 1×10^6 sinyal/s; minimum piksel alanı 70 mikron x 70 mikron; yatayda en az 4° (2θ) açısal alanda sabit (snap shot) modunda hiç hareket etmeden ölçüm yapabilme özelliği.
- ✓ 2D haritalama özelliği.
- ✓ Bragg-Brentano optik modülü.
- ✓ Cross Slit Collimator.

3.1.2.4. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Cihazı.

Tez kapsamında sentezlenen ve sinterlenen toz haldeki malzemelerin Taramalı Elektron Mikroskonu (SEM) görüntüleri Çukurova Üniversitesi ÇÜMERLAB merkezi araştırma laboratuvarında bulunan FEI Quanta 650 Field Emission SEM cihazı ile farklı büyütme oranlarında kaydedildi (Şekil 3.11).



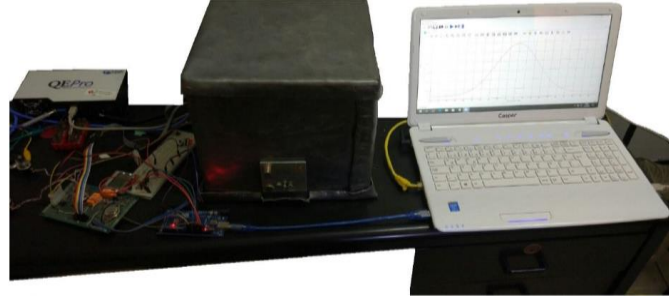
Şekil 3.11. FEI Quanta 650 Field Emission model SEM cihazı
(<http://cumerlab.cu.edu.tr/tr/detay.aspx?pageId=1482>).

Cihazın teknik özellikleri aşağıda verilmiştir.

- ✓ Yüksek Vakumda; 30 kV'da 1.2 nm (SE)
- ✓ 1 kV'da 2.3 nm (SE)
- ✓ 1 kV'da 3.0 nm (Elektron yavaşlatma olmadan) (SE)
- ✓ Düşük Vakumda; 30kV'da 2.0 nm (SE) Yüksek vakum SE ve geri çağrılabilir 4 segmentli BSE dedektörü
- ✓ Yüksek vakum InColumn SE ve BSE dedektörü Enerji Dağılım X-Işını Spektrometresi (EDXS)
- ✓ GSED (ESEM modu için) dedektörü
- ✓ Geri çağrılabilen STEM dedektör
- ✓ Düşük Vakumda çalışabilen BSE dedektörü
- ✓ Hızlandırma voltajı : 100V-30kV
- ✓ Probe akımı: 100nA
- ✓ Büyütme: 6-1.000.000 x
- ✓ Navigasyon Kamerası

3.1.2.5. X-ışını lüminesans (XL) (Radyolüminesans) cihazı

Sentezlenen ve sinterlenen malzemelerin X-ışını Lüminesans (X-ray-Luminescence) spektrum ölçümleri, Mersin Üniversitesi Fizik Bölümü'nde bulunan el yapımı(home made) radyolüminesans cihazı ile kaydedildi (Çavdar, 2017) (Şekil 3.12). Cihazda ~ 40 kV X-ışını kaynağı bulunmaktadır. Cihaz 200-1100 nm spektrum dalga boylarını tarayabilmektedir.



Şekil 3.12. XL ölçümünde kullanılan el-yapımı X-ışını Lüminesans cihazı(Çavdar, 2017).

3.1.2.6. Fourier Dönüşümlü Infrared Spektrofotometre (FTIR)

Çukurova Üniversitesi Fen Edebiyat Kimya Bölümü Anorganik laboratuvarında bulunan Thermo Scientific Nicoletti S10 marka cihaz ile örneklerin Fourier Dönüşümlü Infrared Spektrofotometre (FTIR) spektrum ölçümleri gerçekleştirildi. Cihaz 400 ile 2000 cm^{-1} aralığı bölgesini tarayabilmektedir (Şekil 3.13).

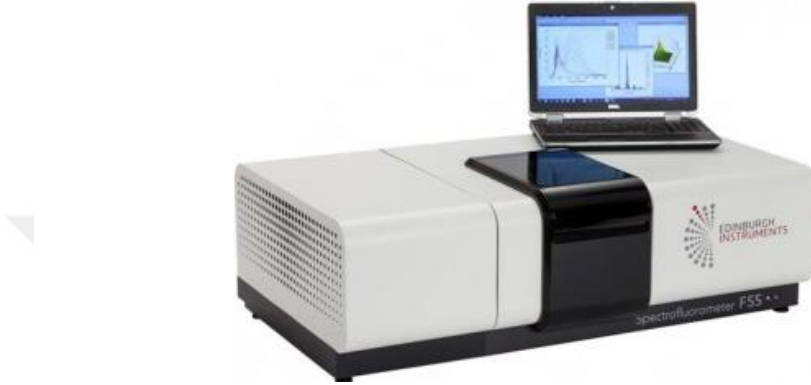


Şekil 3.13. Thermo Scientific Nicoletti S10 model FTIR cihazı.

3.1.2.7. Spektroflorometre Cihazı

Ukrayna Lviv Politeknik Ulusal Üniversitesinde bulunan ozon içermeyen ksenon ark lambası ile donatılmış Edinburg Enstrüman floresan spektrometresi

(FS5 Spektrofluorometre) cihazı ile sentezlenen malzemelerin spektrum ölçümleri kaydedildi. Cihaz, spektral verileri elde etmek ve işlemek için Fluoracle yazılımı tarafından kontrol edilmektedir (Şekil 3.14).



Şekil 3.14. FS5 Model Spektrofluorometre cihazı

(<https://www.edinst.com/us/products/fs5-spectrofluorometer/>)

Cihazın Teknik özellikleri aşağıda verilmiştir:

Kaynak	:	150W CW Ozon tabakasına zarar vermeyen zenon lamba kullanılmaktadır.
Monokromatörler	:	Tüm dalgaboylarında ve minimum ışıklarda dahi odaklama olanağı sağlayan Czerny-Turner düzlem ızgaralı tasarım mevcuttur.
Eksitasyon Spektrum aralığı	:	230 nm-1000 nm
Emisyon spektrum aralığı	:	230 nm-870 nm
Filtreler	:	Hem eksitasyon hem de emisyon monokromatörlerini içermekte olup tam otomatiktir.
Eksitasyon ve Emisyon	:	0,3 nm çözünürlük ile 0-30 nm aralığında

bant geçirgenliği : yarlanabilmektedir.

Eksitasyon ve Emisyon
dalga boyu hassasiyeti : ± 0.5 nm

Eksitasyon ve Emisyon
tarama hızı : 100 nm/s

Biriktirme Süresi : 1 ms- 200s

Emisyon Dedektörü : Soğutulan ve dengelenebilen 200nm- 870nm spektral
kapsama alanına sahip R928P fotoçoğaltıcıya sahiptir.

Referans Dedektörü : Silikon Fotodiyot

Geçirgenlik Dedektörü Silikon Fotodiyot

Tez kapsamında kullandığımız diğer spektroflore metre cihazı ise Çukurova Üniversitesi Kimya Bölümü Araştırma laboratuvarında bulunan Pelkin-elmer LS55 model floresans spektrometre cihazıdır (Şekil 3.15).



Şekil 3.15. Pelkin-elmer LS55 model floresans spektrometre cihazı.
(https://americanlaboratorytrading.com/lab-equipment-products/perkin-elmer-ls-55-fluorescence-spectrometer-120v_8841).

3.2. Metod

3.2.1. Lityum tetraborat tabanlı malzemelerin sentezlenmesi ve katkılama çalışmaları.

Borat tabanlı bileşikler sentezleme oldukça zordur. Sentezleme yöntemine bağlı olarak kristal yapısının yanısıra camsı yapılar da oluşabilmektedir. Hassas lüminesans malzemeler elde etmek için kristal formlar gereklidir (Annalakshmi ve ark., 2011). Doğal minerallerin yüksek TL/OSL hassasiyetinde lüminesans özellikleri göstermesi nadirdir. Bu yüzden sentezlemeler yoluyla sentetik dozimetrik malzemeler üretilmektedir.

Literatürde sentetik dozimetre üretiminde kullanılan yöntemlerin bazıları,

- Çözelti yanma sentez
- Hidrotermal sentezleme
- Katı-hal sentez
- Çözelti yardımcı katıhal
- Mikrodalga yardımcı katı hal yöntemi
- Çöktürme yöntemi
- Sol-jel yöntemi

Her yöntemin kendine göre bir avantajı ve dezavantajı vardır.

Sentetik dozimetre sentezleme çalışmalarında, yüksek hassasiyetli TL/OSL sinyali veren ve üstün dozimetrik özellik gösteren malzemeleri üretebilmek için dikkat edilmesi gereken bazı parametreler aşağıda sıralanmıştır:

- Ana malzemenin kristal örgünün yapısı
- Sentezleme yöntemi
- Katkılama iyonlarının seçimi
- Katkı iyonun konsantrasyon yüzde oranı

- Sinterleme koşulu (Kristal hale gelmesi için uygulanan sıcaklık ve süre)
- İyon yarıçapları (katkı iyonları)

Özellikle katkı iyonunun konsantrasyon yüzde oranı çok önemlidir. Çünkü amaca uygun seçilen bir iyonun konsantrasyonu belli bir değere kadar katkılanan malzemenin TL ve OSL sinyalini maksimum değere taşır ve o kritik yüzde değerinden sonra TL/OSL sinyali azalır. Yani konsantrasyon oranına bağlı sönümleme meydana gelir. Bunun bir çok sebebi olabilir. Bunlardan bir tanesi ışımasız geçiş olmasıdır (ışımasız geçiş olasılığı artmaktadır). Burada dikkat edilmesi gereken diğer bir husus da katkı konsantrasyonlarının, ana malzemenin fazını değiştirmeyecek oranlarda (yüzdelerde) ayarlanıp amaca uygun olarak sentezlemesidir.

3.2.2. Çözelti Yanma Sentez Yöntemi

Çözelti yanma sentez yöntemi, ucuz, hızlı ve özel cihaz gerektirmeyen malzeme sentezleme yöntemlerinden biridir. Yöntemde, tez kapsamında, lityum tetraborat ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$) elde etmek için kullanılan ana kimyasallar ve katkı iyonları, lityum nitrat (LiNO_3) (Li kaynağı), borik asit (H_3BO_3) (B kaynağı), üre (NH_2CO) (yakıt olarak) stokiometrik oranlarda kullanıldı. Katkılama çalışmalarında ise nitrat bazlı kimyasallar kullanılır. Çünkü nitrat bazlı malzemeler suda kolay bir şekilde çözünmektedir.

Sentezleme prosedüründe, stokiometrik oranlarda ana kimyasallar ve katkı iyonları hassas terazi kullanılarak dikkatli bir şekilde tartıldı. Ana kimyasallar ve katkı iyonları beher içerisinde bulunan saf su içerisine aktararak ısıtıcı üzerinde, ısıtıcı sıcaklığı 80-90 °C'ye ayarlanarak balık yardımıyla karıştırıldı. Çözelti sıcaklığı 200-300 °C'ye çıkarıldı. Bu sıcaklıkta belli bir süre kaldıktan sonra sıcaklık kademeli olarak belirli artış aralıklarıyla 500 °C'ye kadar artırıldı. Çözelti içerisindeki sıvının buharlaşması sonucu çökelek formda (kristal halde olmayan amorf yapıda) “beyaz” malzeme elde edildi. Elde edilen amorf yapıyı

kristal hale getirmek için malzeme, yüksek sıcaklıkta sinterlendi. Literatürde, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ için sinterleme sıcaklığı 800 °C’de 1-4 saat arasında değişen süreler olarak verilmiştir.

Bu tez çalışmasında, Çizelge 3.1’de verilen yüksek saflıktaki kimyasal ve katkı iyonları ve bunların ikili kombinasyonları kullanılarak kütlece % olarak $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ’a katkılanıp çözelti yanma sentez yöntemiyle sentezlendi.

Çizelge 3.1’de kimyasalların safsızlıkları ve molekül ağırlıkları ve CAS numaraları verilmektedir.

Çizelge 3. 1. Tez kapsamında kullanılan kimyasallar.

Kimyasallar	Formül gösterimi	Molekül ağırlığı (g/mol)	CAS Numarası
Lityum nitrat	LiNO_3	68,95	7790-69-4
Borik asit	H_3BO_3	61,83	10043-35-3
Üre	$\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$	60,06	57-13-6
Kalsiyum nitrat tetra hidrat	$\text{CaN}_2\text{O}_6.4\text{H}_2\text{O}$	236,15	13477-34-4
11-izotoplu borik asit	$\text{H}_3^{11}\text{BO}_3$	62,02	13813-78-0
Susuz bakır nitrat	$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2.x\text{H}_2\text{O}$	187,56	13778-31-9
Gümüş nitrat	$\text{Ag}(\text{NO}_3)$	169,87	7761-88-8
Sodyum nitrat	$\text{Na}(\text{NO}_3)$	84,99	7631-99-4
Alüminyum nitrat nonahidrat	$\text{Al}(\text{NO}_3)_3.9\text{H}_2\text{O}$	375,13	7784-27-2
Berilyum sülfat tetra hidrat	$\text{BeSO}_4.4\text{H}_2\text{O}$	105,075	778756-6
Seryum nitrat hekza hidrat	$\text{Ce}(\text{NO}_3)_6.6\text{H}_2\text{O}$	434,23	10294-41-4
İterbiyum penta hidrat	$\text{Yb}(\text{NO}_3)_5.5\text{H}_2\text{O}$	449,13	35725-34-9
Susuz disporsiyum nitrat	$\text{Dy}(\text{NO}_3)_3.x\text{H}_2\text{O}$	348,51	100641-13-2
Gadolinyum nitrat hekza hidrat	$\text{Gd}(\text{NO}_3)_3.6\text{H}_2\text{O}$	451,36	19598-90-4
Tulyum nitrat penta hidrat	$\text{Tm}(\text{NO}_3)_3.5\text{H}_2\text{O}$	445,03	36548-87-5
Samaryum nitrat hekza hidrat	$\text{Sm}(\text{NO}_3)_3.6\text{H}_2\text{O}$	444,47	13759-83-6
10-izotoplu borik asit	$\text{H}_3^{10}\text{BO}_3$	61,03	19813-79-1

Ana hedef TL ve OSL dozimetre uygulamalarında kullanılması amacıyla uygun aktivatör-yardımcı aktivatör katkı iyon kombinasyonları seçilerek $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'a katkılayıp üstün dozimetrik özellik gösteren sentetik yeni bir TL ve OSL dozimetesi geliştirmektir.

Sentezlemeler sonucunda $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu}(\%0,01),\text{B}(\%0,001)$ ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu},\text{B}$), $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$ ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$) ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1),\text{Gd}(\%1)$ ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag},\text{Gd}$) dozimetrik malzemeler tez kapsamında araştırılmıştır (Bölüm 4.1'de katkılanan malzemelerin TL ve OSL ölçüm sonuçları verilmiştir).

3.2.3. Yapısal karakterizasyon ile ilgili ölçüm metodları

Tez kapsamında sentezlenen malzemelerin yapısal karakterizasyon analizinde kullanılan yöntemler: XRD, FTIR ve SEM.

3.2.3.1. X-ışını kırınımı (XRD) ölçümleri

Çözelti Yanma Sentez yöntemi ile sentezlenip katkılanan $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ tabanlı malzemeler $800\text{ }^\circ\text{C}$ 'de 1 - 4 saat süre arasından değişen sıcaklıklarda sinterledikten sonra kristal örgü yapısına (tetragonal $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$) sahip olup olmadıklarını ve katkı konsantrasyon yüzdelерinin ana $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ yapısı (fazını) değiştirip değiştirmediğini belirlemek amacıyla X-ışını kırınımı (XRD) analizi yapıldı.

3.2.3.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) görüntüleri yüzey parçacık dağılımını görmek amacıyla, 10,000x, 15,000x 20,000x, 50,000x farklı büyütme oranları kullanılarak kaydedildi.

3.2.3.3. Fourier Dönüşümlü Infrared Spektrofotometre (FTIR)

Fonksiyonel grupları hakkında bilgi edinmek için Fourier Dönüşümlü Infrared Spektrofotometre (FTIR) analizleri yapıldı.

3.2.4. Spektrum ölçümleri

3.2.4.1. Spektroflore metre ölçümleri ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$)

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ 'ün spektroflore metre ile uyarım ve yayılım spektrum ölçümleri yapıldı.

3.2.4.2. X-ışını Lüminesans (XL) ölçümleri ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$)

Katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ve beş farklı konsantrasyonlarda gümüş katkılı lityum tetraboratın ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$) (Ag:%0,05, 0,10, 0,30, 0,50 ve %1), $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Gd}(\%1)$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}(\%1),\text{Gd}(\%1)$ malzemelerin X-ışını Lüminesans ölçümleri yapıldı.

3.2.5. Dozimetrik karakteristikler TL ve OSL ölçümleri

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ malzemelerinin malzemelerin dozimetrik özelliklerini TL ve OSL uyarım teknikleri kullanılarak araştırıldı. Yeni TL dozimetresi olarak geliştirilen sentetik $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ malzemesi TL uyarım tekniği kullanılarak dozimetrik özellikleri araştırıldı. TL ölçümlerinde Schott BG-39 optik filtresini kullanıldı. TL ölçümleri aksi belirtilmedikçe 3°C/s ısıtma hızı ile oda sıcaklığından 450 °C'ye kadar kaydedildi. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ ve yeni geliştirilen sentetik $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ malzemeleri OSL dozimetre malzemelerini OSL uyarım tekniği kullanılarak dozimetrik özellikleri araştırıldı. Risø TL/OSL DA-20 model cihaz içerisinde bulunan mavi LEDs ($\lambda=470\pm20$ nm) ile radyasyona maruz bırakılmış malzemelerin 100/200 s süre ile uyarım yapılarak OSL sönüm eğrileri kaydedildi. OSL ölçümlerinde Hoya U-340 optik filtre kullanıldı. Bu malzemeler için TL ölçümleri için de aynı filtre (Hoya U-340) kullanıldı. Dozimetrik araştırmalarda 90-140 µm parçaçık boyutuna sahip 5/10 mg ağırlığında en az 3 kenarlıklı diskler kullanılarak TL/OSL ölçümleri Risø TL/OSL DA-20 cihazı ile alındı.

3.2.5.1. Termoluminesans Ölçümleri

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ malzemesinin TL yöntemi kullanılarak dozimetrik özelliklerini araştırılmalarında aksi belirtilmedikçe,

- Test dozu: 1 Gy beta doz.
- Ön ısıtma sıcaklığı ve süresi: 140 °C’de 10 s.
- TL okumaları: $\beta=3$ °C/s ısıtma hızı ile oda sıcaklığından 450 °C’ye kadar
- Schot BG 39 filtresi kullanıldı.
- TL ölçümlerinde 90-140 μm parçaçık boyutuna sahip 5 mg ağırlığında en az 3 kenarlıklı diskler kullanıldı.
- $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ malzemesini ana dozimetrik TL pikin 198-211 °C bölgesi alınarak dozimetrik özellikleri araştırıldı.

3.2.5.1.(1). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ ’nun ön ısıtma koşulunun belirlenmesi

Sığ tuzaklardan gelen kararsız sinyallerin malzemenin ana dozimetrik TL eğrisine olan katkısı, radyasyon dozu ölçümlerinde büyük belirsizliklere neden olmakta ve bu nedenle yapılan ölçüm gerçeği yansıtamamaktadır. Bu yüzden bu etkiyi ortadan kaldırmak veya minimize etmek için, malzemenin uygun sıcaklıkta ön ısıtma yapılması ve bu sıcaklıkta bekleme süresinin belirlenmesi, malzemenin dozimetrik özelliklerini çalışırken çok önemlidir.

3.2.5.1.(1).(1). Ön ısıtma sıcaklık parametresini bulma

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ malzemesinin ön ısıtma (pre-heat) koşulunun sıcaklık parametresini belirlemek için 1 Gy beta dozu sonrasında TL ısıtma eğrileri önceden belirlenen 60, 70, 80, 90, 100, 110, 120, 130, 140, 150, 160, 170, 180, 190, 200, 210, 220, 240, 260 ve 280 °C sıcaklıklarda ön ısıtılıp ve her bir sıcaklıkta 10 s süre ile beklemenin ardından kaydedildi. Malzemede geriye kalan sinyali silmek amacıyla ardından boş TL okuması (5 °C/s ısıtma hızı ile 450 °C’ye kadar) yapıldı.

Malzemeye tekrardan 1 Gy doz verilip, bir sonraki ön ısıtma sıcaklığı için ölçüm yapıldı. Kaydedilen TL eğrilerinin 198-211 °C arasındaki verilerin toplamı alınarak önceden belirlenen ön ısıtma sıcaklığına karşılık grafik çizildi.

3.2.5.1.(1).(2). Ön ısıtma zaman parametresini bulma

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ malzemesinin ön ısıtma koşulunun zaman parametresini belirlemek için 1 Gy beta doz sonrası 140 °C (Bölüm 4.4.1.2) sıcaklıkta ön ısıtma yapıp önceden belirlenen 10, 20 30 ve 60 s bekleme sürelerinden sonra TL ışıma eğrileri kaydedildi. Kaydedilen TL eğrilerinin 198-211 °C arasında ki verilerin toplamı alınarak önceden belirlenen ön ısıtma bekleme sürelerine karşılık grafik çizildi.

3.2.5.1.(2). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ malzemesinin tavlama koşulunun belirlenmesi

Uzun bir süre kullanılmayan dozimetrelerin, tekrar kullanım öncesi kristal yapısında barındırdığı "tuzak" gruplarının restore edilmesi ve varsa bünyesinde barındırdığı radyasyon dozunu silmek amacıyla uygulanan ısıya tavlama işlemi diyoruz. Malzemenin tavlama koşulunun belirlenmesi dozimetrik araştırmalarda önemli deneylerden birisidir.

3.2.5.1.(2).(1). Tavlama koşulunun sıcaklık parametresinin belirlenmesi

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ malzemesinin tavlama koşulunun sıcaklık parametresini belirlemek için örnekler önceden belirlenen 300, 350, 400 ve 450 °C sıcaklıklarda her bir sıcaklık için 15 dakika sabit bekleme süresinin ardından fırından alındı. Soğutmak için fırın dışında, bir Alüminyum (Al) blok üzerinde en az 30 d süre ile bekletildi. TL eğrileri 1 Gy beta dozuna sonrasında ön ısıtma koşulu (140 °C, 10 s) uygulanıp kaydedildi. Kaydedilen TL eğrilerinin 198-211 °C arasındaki verilerin toplamı alınarak önceden belirlenen tavlama sıcaklığına karşılık grafik çizildi.

3.2.5.1.(2).(2). Tavlama koşulunun zaman parametresinin belirlenmesi

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ malzemesinin tavlama koşulunun zaman parametresini bulmak için 350 °C (Bölüm 4.4.1.3) tavlama sıcaklığında önceden belirlenen 15, 30, 45 ve 60 dakika sürelerde ayrı ayrı ısıtma işlemi bırakıldı. Her bir bekleme sürelerinin ardından fırından alınan örnekler soğuma amaçlı en az 30 dakika süre bekletildikten sonra TL ısıtma eğrileri 1 Gy beta doz sonrasında ön ısıtma koşulu (140 °C, 10 s) uygulanıp kaydedildi. Kaydedilen TL eğrilerinin 198-211 °C arasındaki verilerin toplamı alınarak önceden belirlenen tavlama sürelerine karşılık bir grafiği çizildi.

3.2.5.1.(3). Yeniden kullanılabilirlik testi

Tekrar tekrar kullanılabilirliğinin test edilmesi ölçümlerinde, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ 'nin tavlama koşulu (350 °C'de 25 dakika) uygulandıktan sonra TL eğrileri 1 Gy beta dozu sonrası ön ısıtma koşulu uygulanıp (140 °C, 10 s) kaydedildi. Malzeme tekrar tavlandı. Aynı döngü 9 kez tekrarlandı. Kaydedilen TL eğrilerinin 198-211 °C arasındaki verilerin toplamı alınarak ilk okumaya göre normalize edilip deneysel döngü sayısına karşılık grafik çizildi.

3.2.5.1.(4). Beta doz yanıtları deneyi ve MDD değeri

Beta doz-yanıt deneyi testi öncesinde, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ 'nin tavlama koşulu uygulanarak tuzaklardaki elektronlar (varsa) sıfırlandı. TL eğrileri önceden belirlenen 0.1, 0.2, 0.5, 1, 2, 5, 10, 20 Gy her bir beta test dozu sonrasında ön ısıtma koşulu (140 °C, 10 s) uygulanarak kaydedildi. Her ayrı test dozu sonrası TL okumalarından sonra aynı grup örneklerle tavlama koşulu (350 °C, 25 dakika) uygulanarak soğuma amaçlı en az 30 dakika bekletildikten sonra bir sonra ki doz değerlerine geçilerek döngü tekrarlandı.

Üretilen malzemenin MDD değeri denklem 3.1'i kullanarak hesaplandı. MDD deneyinde uygulanan deneysel protokolde, beta doz-yanıt deneyinde kullanılan aynı grup örnekler malzemenin tavlama koşulu uygulanarak kullanıldı.

Risø TL/OSL DA-20 model okuyucunun verebileceği en düşük doz değeri olan 0,1 Gy beta dozuna maruz bırakılıp TL ışıma eğrisi kaydedildi. 198-211 °C arası sayımlar alınarak a değeri belirlendi. 10 adet kenarlıksız boş diskin TL okuması kaydedildi ve standart sapmaları hesaplandı (s(BG)).

$$MDD = \left[\frac{3s(BG)}{a} \right] \quad (3.1)$$

Burada,

s(BG): Kenarlıksız disk TL okumalarının standart sapması

a= Cihazın verebileceği minimum doz miktarı.

3.2.5.1.(5). Li₂B₄O₇:Cu,B için enerji yanıt deneyi

Foton ve elektron enerji-yanıt deneyinde, Li₂B₄O₇:Cu,B malzemesi belirlenen tavlama koşulu uygulanarak tavlandı. 1x1 cm boyutunda yaklaşık her biri ~15 mg ağırlığında çoklu miktarlarda küçük şeffaf paketler hazırlandı. Her bir foton ve elektron ışınlamaları için en az 5-6 adet paket ayrıldı. Böylece 50-60 adet paket hazırlandı. Foton ve elektron ışınlamaları için gönderilen grup örneklerin yanına kontrol örnekler de (Li₂B₄O₇:Cu,B) götürüldü. Kontrol olarak götürülen örnekler hiç bir şekilde doz verilmedi ve ışınlama işlemleri yapılırken ölçüm odasının dışında muhafaza edildi.

Düşük enerjili fotonlar için, Thomas Jefferson üniversitesi Radyasyon Onkolojisi Bölümü'nde bulunan SARRP cihazında 20-80 keV arasında düşük enerjiye sahip ¹⁹²I (iridyum-192) radyasyon kaynağı ile 1 Gy radyasyon dozuna maruz bırakılıp ve hemen ardından yeterince karanlık ortamda muhafaza edilerek saklandı.

Diğer foton enerjileri için, Adana Başkent hastanesi Kan Merkezi'nde bulunan 0,662 MV enerjisine sahip ¹³⁷Cs (Sezyum-137) kaynağı ile 1 Gy doza maruz bırakılıp ve hemen ardında karanlık ortamda muhafaza edilerek saklandı.

Yüksek enerjili fotonlar için, Adana Başkent hastanesi Radyasyon Onkolojisi Bölümü'nde bulunan VARIAN Marka Linac cihazı ile 6, 9, 12,15, 22 MV farklı foton enerjilerinde 1 Gy doz verilip karanlık ortamda muhafaza edilerek saklandı. Aynı cihaz ile elektron-enerji yanıtları için 6, 9, 12, 15 ve 22 MeV enerjilerde 1 Gy radyasyon doza maruz bırakılıp yeterince karanlık ortamda saklandı.

TL ölçümleri her bir enerjide foton ve elektron radyasyonuna maruz bırakıldıktan 10 gün sonra TL ısıma eğrileri ön ısıtma koşulu uygulanarak kaydedildi. Solma faktörü göz önüne alınarak 198-211 °C arasında ki veriler alınarak maruz bırakılan foton ve elektron enerjilerine karşılık grafik çizildi.

3.2.5.1.(6). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ için sönüm ölçümleri

3.2.5.1.(6).(1). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ için gün ışığında sönüm ölçümleri

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ malzemesinin gün ışığı ortamında solma (sunlight fading) çalışmalarında üç adet kenarlıklı disklerle konulan $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ örneği 350 °C, 25 dakika süre ile tavlandı. TL eğrisi 1 Gy beta dozu sonrasında ön ısıtmasız olarak 450 °C'ye kadar kaydedildi. Aynı grup örnekler tekrar tavlandıktan sonra 30 dakika, 1, 1.5, 2, 3 ve 6 saat sürelerde doğrudan güneş ışığına maruz bırakıldı. Her bekleme sürelerinin sonunda TL ısıma eğrileri ön ısıtmasız olarak kaydedildi. Her TL okumaları sonrasında da tavlama koşulu uygulanarak döngüye devam edildi. Kaydedilen TL eğrilerinin 198-211 °C arasında ki verilerin toplamı alınarak önceden belirlenen sürelerle karşılık grafiği çizildi.

3.2.5.1.(6).(2). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ 'nin karanlık ortamdaki sönümü

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ malzemesinin karanlık ortamda solma çalışmalarında önce örnekler tavlandı. 1 Gy doz sonrası her bir okuma için en az üç örnek kullanıldı. Karanlık laboratuvar ortamında önceden belirlenen 1, 3, 6 saat ve 7, 14, 21, 28 gün sürelerinin sonunda TL okumaları yapılacak şekilde saklandı. Belirlenen sürelerden sonra TL ısıma eğrileri ön ısıtma yapılmaksızın kaydedildi. TL

eğrilerinin 198-211 °C arasındaki verilerinin toplamı alınarak önceden belirlenen sürelerle karşılık grafiği çizildi.

3.2.5.2. OSL ÖLÇÜMLERİ

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ malzemelerinin OSL uyarım yöntemi kullanılarak dozimetrik özellikleri araştırıldı. Risø TL/OSL DA-20 model cihazında bulunan mavi LEDs ($\lambda=470$ nm) ile uyarım sağlandı. OSL uyarım teknikleri arasında “Sürekli dalga Uyarım” tekniği kullanıldı. Her yeni ölçüm öncesi malzemeler 350 °C’de 25 dakika süre ile ısıtılma işlemi uygulanarak tavlandı. Her bir OSL ölçümü 90-140 μm parçaçık boyutuna sahip 10 mg toz halinde üç örnek için gerçekleştirildi. OSL ölçümleri $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ için 110 °C, 10 s ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag, Gd}$ için 120 °C, 10 s ön ısıtma yapıldıktan sonra kaydedildi.

3.2.5.2.(1). OSL ön ısıtma deneyi

3.2.5.2.(1).(1). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ ön ısıtma sıcaklığının belirlenmesi

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ malzemesinin uygun ön ısıtma sıcaklığını belirlemek için 0,5 Gy beta doz sonrasında OSL sönüm eğrileri önceden belirlenen 60, 70, 80, 90, 100, 110, 120, 130, 140, 150, 160, 170, 180, 190, 200, 210, 220, 240, 260 ve 280 °C sıcaklıklarda, sabit 10 s süre bekleme süresiyle ön ısıtılmasının ardından 200 s süre ile kaydedildi. Her OSL ölçümü ardından malzemede geriye kalan sinyali silmek amacıyla TL okuması 5 °C/s ısıtma hızı ile 450 °C’ye kadar yapıldı. Ayrıca TL ölçümü 0,5 Gy beta dozundan sonra 2 °C/s ısıtma hızı ile 450 °C’ye kadar kaydedildi. TL ısıtma eğrisi ile birlikte OSL sönüm eğrisi verilerinden 0-200 s arası verilerin toplamı alınarak ön ısıtma sıcaklıklarına karşı grafiği çizildi.

3.2.5.2.(1).(2). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{: Ag,Gd}$ için ön ısıtma ölçümü

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ malzemesinin uygun ön ısıtma sıcaklığını belirlemek için 0,2 Gy beta dozu sonrasında OSL sönüm eğrisi önceden belirlenen 60, 70, 80, 90, 100, 110, 120, 130, 140, 150, 160, 170, 180, 190, 200, 210 °C sıcaklıklarda sabit

10 s süre bekleme süresinin sonrasında kaydedildi. Her OSL okumasının ardından geriye kalan sinyali silmek amacıyla arkasında 5 °C/s ısıtma hızı ile 450 °C'ye kadar bir TL okuması kaydedildi. Bu deneyde TL ölçümü 0,2 Gy beta dozundan sonra 2 °C/s ısıtma hızı ile 450 °C'ye kadar kaydedilmiştir.

TL ışıması ile birlikte kaydedilen OSL sönüm eğrileri 0-200 s arası verilerin toplamı alınarak ön ısıtma sıcaklığına karşılık grafiği çizildi.

3.2.5.2.(2).Tavlama koşulunun belirlenmesi

3.2.5.2.(2).(1). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ malzemesinin tavlama sıcaklığının belirlenmesi

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ malzemesinin tavlama koşulunun sıcaklık parametresini belirlemek için önceden belirlenen 300, 350, 400 ve 450 °C sıcaklıklarda ayrı ayrı 15 dakika sabit bekleme sürelerinin ardından fırından alınarak soğuma amaçlı en az 30 dakika süre ile bekletildi. OSL ölçümleri 0,5 Gy beta dozu sonrasında ön ısıtma koşulu (110 °C, 10 s) uygulanıp 200 s süre ile kaydedildi. Kaydedilen OSL sönüm eğrilerinin 0-200 s arasındaki verilerinin toplamı alınarak önceden belirlenen tavlama sıcaklığına karşı grafiği çizildi.

3.2.5.2.(2).(2). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ için tavlama süresinin belirlenmesi

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ malzemesinin tavlama koşulunun zaman parametresini bulmak için 350 °C (Bölüm 4.4.2.3) sıcaklıkta önceden belirlenen 15, 30, 45 ve 60 dakika sürelerde ayrı ayrı ısıtma işlemi bırakıldı. Her bir bekleme süresinin ardından fırından alınan örnekler soğuma amaçlı en az 30 dakika bekletildikten sonra OSL ölçümleri 0,5 Gy beta doz sonrasında ön ısıtma koşulu (110 °C, 10 s) uygulanıp 200 s süre ile kaydedildi. Kaydedilen OSL sönüm eğrilerinin 0-200 s arasında ki verilerin toplamı alınarak önceden belirlenen tavlama sürelerine karşı grafiği çizildi.

3.2.5.2.(3). Tekrar kullanılabilirliğin test edilmesi deneyi**3.2.5.2.(3).(1). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ için yeniden kullanılabilirlik ölçümleri**

Tekrar kullanılabilirliğin test edilmesi deneyinde, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ malzemesinin OSL sönüm eğrileri 0,5 Gy'lik beta test dozundan sonra ön ısıtma (110 °C, 10 s) koşulu uygulanıp 200 s süre ile kaydedildi. Ardından malzemede kalan artık dozu silmek için TL okuması 5 °C/s ısıtma hızında 450 °C ye kadar yapıldı. Aynı test dozu verilip döngü 9 kez tekrarlandı. OSL sönüm eğrilerinden 0-200 s toplam alanı alınarak ilk okumaya göre normalize edilip deneysel döngü sayısına karşı grafiği çizildi.

3.2.5.2.(3).(2). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ için yeniden kullanılabilirlik ölçümü

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ malzemesinin OSL sönüm eğrileri 0,2 Gy beta test dozundan sonra ön ısıtma (120 °C, 10 s) koşulu uygulanıp 200 s süre ile kaydedildi. Ardından geriye kalan dozu silmek için TL okuması 5 °C/s ısıtma hızında 450 °C'ye kadar yapıldı. Aynı test dozu verilip döngü 20 kez tekrarlandı. 0-200 s toplam OSL alanı alınarak ilk okumaya göre normalize edilip deneysel döngü sayısına karşı grafiği çizildi.

3.2.5.2.(4). Doz yanıtları deneyi ölçümü ve MDD**3.2.5.2.(4).(1). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ fosforunun doz yanıtları ölçümü ve MDD**

Beta doz-yanıt deneyinde, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ malzemesine tavlama koşulu uygulandıktan sonra (350 °C de 25 dakika) önceden belirlenen 0.1, 0.2, 0.5, 1, 2, 5, 10, 20, 50 ve 100 Gy beta dozu sonrasında ön ısıtma koşulu (110 °C, 10 s) uygulanarak OSL sönüm eğrileri 200 s süre kaydedildi. Her doz sonrası OSL okumalarından sonra malzemeler 350 °C'de 25 dakika süre ile tavlanylacak ve soğuma amaçlı en az 30 dakika bekletildikten sonra bir sonraki doz değerleri için döngü tekrarlandı. OSL sönüm eğrilerinden 0-200 s toplamı alınarak verilen doz değerlerine karşılık gelen OSL sinyal grafiği çizildi.

MDD deneyinde uygulanan deneysel protokolde, beta doz-yanıt deneyinde kullanılan aynı grup örnekler malzemenin tavlama koşulu uygulanarak tekrar kullanıldı. Risø TL/OSL DA-20 Model cihazın verebileceği en düşük doz değeri olan 0,1 Gy beta dozuna maruz bırakılıp OSL sönüm eğrisi 200 s kaydedildi. OSL sönüm eğrisinden 0-200 s arası sayımlar alınarak eşitliğin payda kısmına yazıldı. Denklem 3.1’de verilen MDD formülünde pay kısmı için 10 adet kenarlıksız boş disklerin boş OSL okuması 200 s süre ile kaydedildi ve standart sapmaları hesaplandı. Denklem 3.1 formülü uygulanarak MDD değerleri hesaplandı.

3.2.5.2.(4).(2). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ fosforunun doz yanıtları ölçümü ve MDD

Beta doz-yanıt deneyinde, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ malzemesi 350 °C de 25 dakika süre ile tavlandıktan sonra OSL ölçümleri önceden belirlenen 0.1, 0.2, 0.5, 1, 2, 5, 10, 20, 50, 100, 200 ve 500 Gy beta doz sonrasında ön ısıtma koşulu (120 °C, 10 s) uygulanarak 200 s süreyle kaydedildi. Her doz sonrası OSL okumalarından sonra malzemeler 350 °C, 25 dakika süre ile tavlanylacak ve soğuma amaçlı en az 30 dakika bekletildikten sonra, sonraki doz değerleri için döngü tekrarlandı.

Denklem 3.1 kullanılarak MDD değeri hesaplandı.

3.2.5.2.(5). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ enerji yanıtların test edilmesi deneyi

Foton ve elektron enerji-yanıt deneyinde, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ malzemesi 350 °C’de 25 dakika süre ile tavlandı. 1x1 cm boyutunda yaklaşık her biri ~15 mg ağırlığında çoklu miktarlarda küçük şeffaf paketler hazırlandı. Her bir foton ve elektron ışınlamaları için en az 5-6 adet paket ayrıldı. Her elektron ve foton ışınlaması işlemi için radyasyona tutulacak örneklerin yanında kontrol örnekleri de radyasyona maruz kalınacak bölüme götürüldü. Referans olarak götürülen örneğe doz verilmedi ve dozlama işlemi yapılırken ölçüm odasının dışında muhafaza edildi.

Farklı foton enerjileri için, Adana Acıbadem hastanesi Radyasyon Onkolojisi Bölümü'nde bulunan VARIAN Marka Linac cihazı ile 6, 10 ve 18 MV farklı foton enerjilerde 1 Gy radyasyon dozuna bırakıldı. Aynı cihaz ile elektron-enerji yanıtları için 4, 6, 9, 12, 15 ve 18 MeV enerjilerde 1 Gy radyasyon dozuna maruz bırakılıp karanlık ortamda saklandı. OSL okumaları 1 gün geçtikten sonra ön ısıtma koşulu uygulanarak 200 s süre ile kaydedildi. OSL sönüm eğrilerinde 0-200 s toplam alan alınarak foton enerjileri için 6 MV'ye elektron enerjileri için 4 MeV'ye normalize edilerek önceden belirlenen enerjilere karşılık grafikleri çizildi.

3.2.5.2.(6). Karanlık ortamda solma çalışması

3.2.5.2.(6).(1). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ için karanlıkta solma ölçümleri

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ malzemesinin karanlık ortamda solma deneyinde, üç örnek, 350 °C'de 25 dakika süre ile tavlandı. Örnekler cihaz içerisine konularak OSL ölçümleri 0,5 Gy beta dozundan sonra 30 dakika cihaz içerisinde bekletildikten sonra 110 °C, 10 s süre ön ısıtılıp 200 s süre boyunca kaydedildi. Kaydedilen OSL okuması ilk okuma olarak belirlendi. OSL okumasında sonra malzemede kalan artık TL sinyali silmek amacıyla boş TL ölçümü 5 °C/s ısıtma hızı ile 450 °C'ye kadar kaydedildi. Malzemeye tekrardan 0,5 Gy doz verilip önceden belirlenen 1, 2, 3, 6, 12, 24 ve 48 saat sürelerde ayrı ayrı bekletildikten sonra OSL ölçümleri 110 °C, 10 s süre boyunca ön ısıtıldıktan sonra 200 s boyunca kaydedildi. Her OSL okumasından sonra boş TL ölçümü yapıldı. Okumalar sonunda cihazdan alınan örnekler tekrardan 350 °C'de 30 dakika süre boyunca tavlandıktan sonra 0,5 Gy doz ile ışınlanıp 72 ve 168 saat sonra OSL okumaları için karanlık ortamda saklandı. Belirlenen süreler sonunda OSL okumaları 110 °C, 10 s süre ile ön ısıtma yapıp 200 s süre boyunca kaydedildi.

Kaydedilen OSL sönüm eğrilerinden 0 - 1 saniye arası veriler ile 0-200 s arası veri toplamı alınarak önceden belirlenen sürelerle karşılık grafik çizildi.

3.2.5.2.(6).(2). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ için karanlıkta solma ölçümleri

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ malzemesinin karanlık ortamda solma çalışmalarında, tavlama koşulu uygulanıp OSL sönüm eğrileri 0,2 Gy doz sonrası cihaz içerisinde 30 dakika bekletildikten sonra 120 °C, 10 s süre ile ön ısıtma yapıp 200 s süre ile kaydedildi. Kısa süreli solma için örnekler 0,2 Gy doz verildikten sonra önceden belirlenen 30 dakika, 1, 2, 4, 6, 12 ve 24 saat süreler sonunda OSL sönüm eğrileri 200 s süre ile kaydedildi. Uzun süreli solma ölçümlerinde en az üç örnek hazırlanıp karanlık laboratuvar ortamında önceden belirlenen 7, 14, 21, 28 gün sürelerin sonunda OSL okumaları yapılacak şekilde laboratuvar ortamında saklandı. Belirlenen gün sonunda OSL ölçümleri ön ısıtma koşulu (120 °C, 10 s) uygulanarak 200 s süre ile kaydedildi. OSL sönüm eğrilerinden 0-200 s süre arasında ki verilerin toplamı alınarak önceden belirlenen sürelerle karşılık grafiği çizildi.

3.2.6. Nötron radyasyonuna tutma

Tez kapsamında dozimetrik özellikleri araştırılan $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ malzemeleri arasında OSL dozimetresi olarak üstün özellik gösteren yeni $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ malzemesi ilgi çekmiştir. Bu yüzden gümüş ve gadolinyum katkılı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ malzemesini nötron dozimetresi geliştirmek için seçilmiştir.

$\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ malzemesi çözelti yanma sentez yöntemi ile üretildi. Bu üretimde borik asit yerine (H_3BO_3) 10 izotopu ile zenginleştirilmiş borik asit ($\text{H}_3^{10}\text{BO}_3$) kullanıldı ve aynı konstantrasyonlarda ((Ag(%1) ve Gd(%1)) Ag ve Gd alınarak sentezlendi. Sentezlenen malzeme 800 °C'de 2 saat süre ile sinterlendi. $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1),\text{Gd}(\%1)$ ($\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ olarak gösterilecektir) malzemesi elde edildi.

Nötron ışınlamaları Gaziantep Üniversitesi Fizik Mühendisliğinde bulunan ^{252}Cf nötron kaynağı ile sağlandı (İflazoğlu, 2017).

$\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ malzemesinin nötron radyasyonuna tutma ve ölçüm için malzeme hazırlama işlemleri,

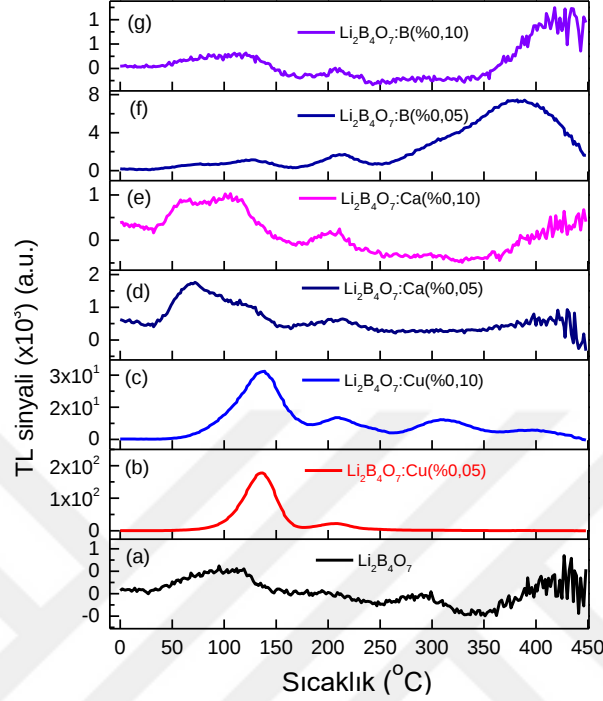
- ✓ $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ malzemesi elekler yardımıyla 90 μm 'den küçük ve 90-140 μm parçaçık boyutu olmak üzere iki farklı boyutlara ayrıştırıldı.
- ✓ 350 °C, 25 d süre ile tavlandı. Nötron radyasyonları için önceden belirlenen 1, 2, 3, 5 ve 10 Gy nötron radyasyonuna maruz bırakılacak şekilde her doz değeri her iki parçaçık boyutu grubuna göre her biri için ayrı ayrı paketler hazırlandı.
- ✓ Sigma Aldrich firmasından temin edilen toz halindeki $^6\text{LiF:Mg,Ti}$ (TLD-600) ve $^7\text{LiF:Mg,Ti}$ (TLD-700) malzemeleri nötron doz yanıtlarında karşılaştırmalar için kullanıldı.
- ✓ TLD-600 ve TLD-700 uygun tavlama prosedürü uygulanıp tavlandı.
- ✓ TLD-600 ve TLD-700 10 Gy nötron radyasyonuna maruz bırakıldı.

Tüm ısınlama işlemlerinden sonra örnekler yeterinde karanlık olacak şekilde kutulara aktarılıp muhafaza edildi. TL ve OSL okumaları radyasyona maruz bırakıldıktan 24 saat sonra kaydedildi. TL okumaları hem Schot BG-39 hem de Hoya U-340 filtresinde 5 °C/s ısıtma hızı ile 450 °C'ye kadar kaydedildi. TLD-600 ve TLD-700 malzemelerinin TL okumaları Schot BG-39 filtresi kullanılarak 5 °C/s ısıtma hızı ile 450 °C'ye kadar kaydedildi. OSL okumaları 120 °C, 10 s süre ön ısıtma yapılarak 200 s süre ile kaydedildi.



4. BULGULAR VE TARTIŞMA**4.1. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ tabanlı sentetik TL malzeme geliştirme çalışmaları**

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ tabanlı yeni sentetik TL dozimetre geliştirme çalışmalarında, katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ve önceden belirlenen bakır (Cu), kalsiyum (Ca) ve Boron (B) katkı iyonları kütlece %0,05 ve %0,1 konsantrasyonlarında katkılanıp sentezlendi. Yöntemde sentezleme sonucu elde edilen malzeme amorf (kristal halde olmayan) yapıdadır. Dozimetre çalışmalarında kristal yapı gereklidir. Sentezlenen katkılı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ tabanlı malzemeler 800 °C'de 4 saat süre ile sinterlendi. Sinterlemeler sonucu $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu}(\%0,05)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu}(\%0,10)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ca}(\%0,05)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ca}(\%0,10)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:B}(\%0,05)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:B}(\%0,10)$ malzemeleri elde edildi. Malzemeler agat havanda nazıkçe öğütülerek elekler yardımıyla 90-140 μm parçaçık boyutuna ayrıştırıldı. TL ölçümleri için 5 mg ağırlığında 3 kenarlıklı disk kullanıldı. TL ölçümleri 1 Gy beta test doz sonrası 3 °C/s ısıtma hızı ile 450 °C'ye kadar kaydedildi (Şekil 4.1). TL ölçümlerinde Schot BG-39 optik filtresi kullanıldı.



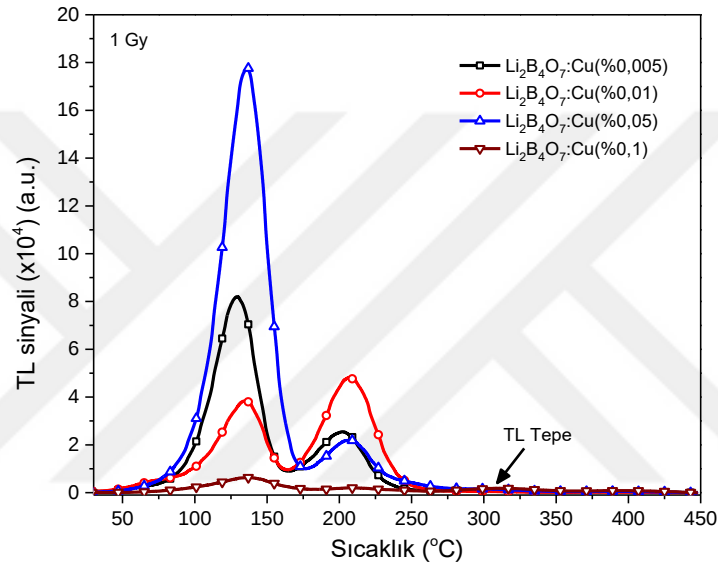
Şekil 4.1. Katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ve kütlece % 0,3 konsantrasyonlarda Cu ve Ca katkılı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'ın 1 Gy doz sonrası 3 °C/s ısıtma hızı 450 °C'ye kadar kaydedilen TL eğrileri.

Katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'ın TL eğrisi tepe maksimum (T_m) sıcaklıkları ~100, 210, 280 ve 400 °C'de konumlanmış düşük sinyalli dört TL tepesinden oluşmaktadır (Şekil 4.1a). İdeal bir dozimetrenin TL ışıma eğrisinin yalın ve yüksek hassasiyetli tek TL eğrisinden meydana gelmesi ve T_m 'un 200-250 °C aralığında olması arzu edilen bir durumdur.

Buna göre sentezlenen malzemelerin TL eğrileri arasında 200 °C üzerinde göreceli olarak “yüksek hasasiyetli” sade TL eğrisine sahip üretim $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu}(\%0,05)$ malzemesidir (Şekil 4.1b). Diğer katkılmalarda 200 °C'den düşük ve daha yüksek sıcaklıklarda düşük sinyalli TL tepeleri kaydedildi (Şekil 4.1c, d, e, f, g).

Bölüm 3.2.1'de anlatıldığı üzere katkı iyon konsantrasyon miktarı malzemenin lüminesans sinyalini (TL sinyalinin şiddetini ve şeklini) etkileyen en

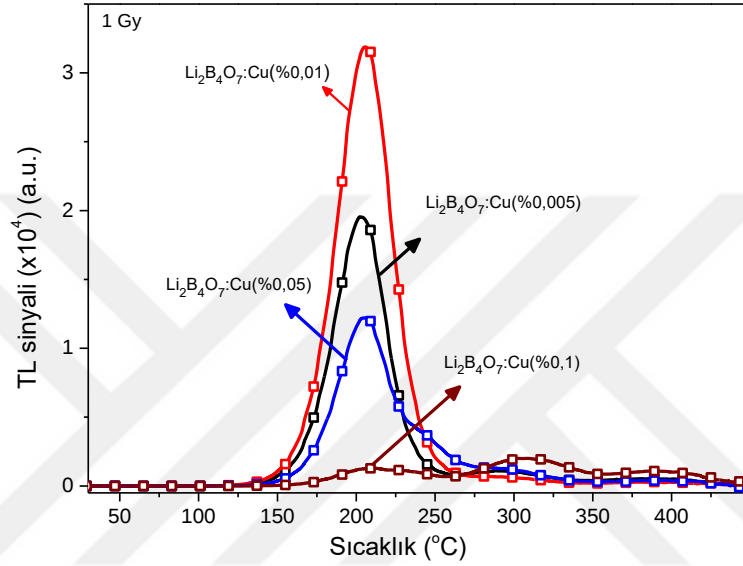
önemli parametrelerden biridir. Bu yüzden aynı yöntemle $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'a önceden belirlenen kütlece % 0,005-0,1 arasında değişen dört farklı konsantrasyonlarda Cu katkılı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$:Cu(%0,005), $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$:Cu(%0,01), $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$:Cu(%0,05) ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$:Cu(%0,1) malzemeleri üretildi. TL eğrileri 1 Gy beta dozu sonrasında 3 °C/s ısıtma hızı ile 450 °C'ye kadar kaydedildi (Şekil 4.2).



Şekil 4.2. Kütlece % 0,005-0,1 arasında değişen konsantrasyonlarda Cu katkılı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'ın 1 Gy doz sonrası TL eğrileri.

Cu katkılı malzemelerin TL eğrileri ~125 °C ve ~210 °C sıcaklığında birbirinden iyice ayrılmış yalın TL tepeleri ile düşük sinyale sahip ~310 °C'de bir TL tepesi kaydedildi (Şekil 4.2). TL eğrileri arasında $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$:Cu(%0,05)'in 125 °C'de ki düşük sıcaklık TL tepesi diğer malzemelere kıyasla en yüksek TL sinyali verse de düşük sıcaklık TL tepeleri dozimetrik amaçlarla yüksek oranda solma nedeniyle kullanılmamaktadır. TL eğrileri arasında $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$:Cu(%0,01) malzemesinin ~210 °C'deki TL tepesi ana dozimetrik eğri olarak umut vadedicidir.

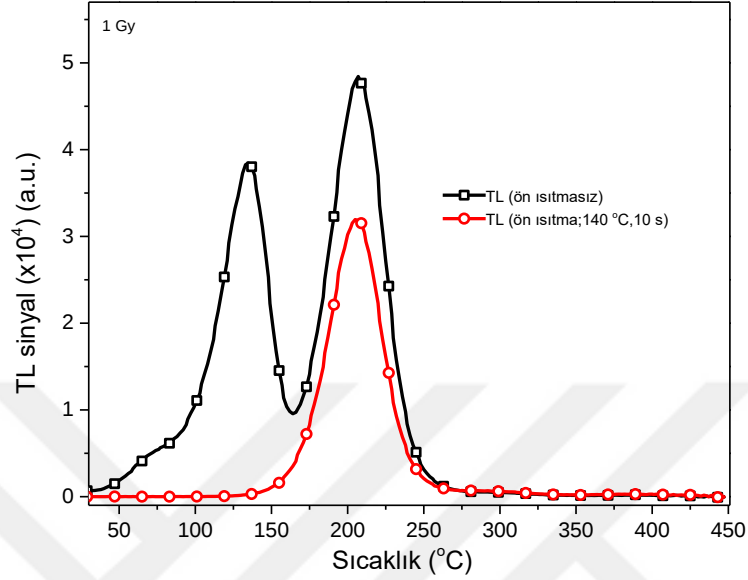
Şekil 4.3’de aynı grup malzemelerin ana dozimetrik TL eğrilerini görmek amacıyla TL ölçümleri 1 Gy doz sonrasında 140 °C, 10 s ile ön ısıtma işleminden sonra aynı ısıtma hızı ile kaydedildi.



Şekil 4.3. Kütlece %0,005-%0,1 arasında değişen konsantrasyonlarda Cu katkılı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ’ın 1 Gy doz sonrası 140 °C’ye kadar ön ısıtma sonrası TL eğrileri.

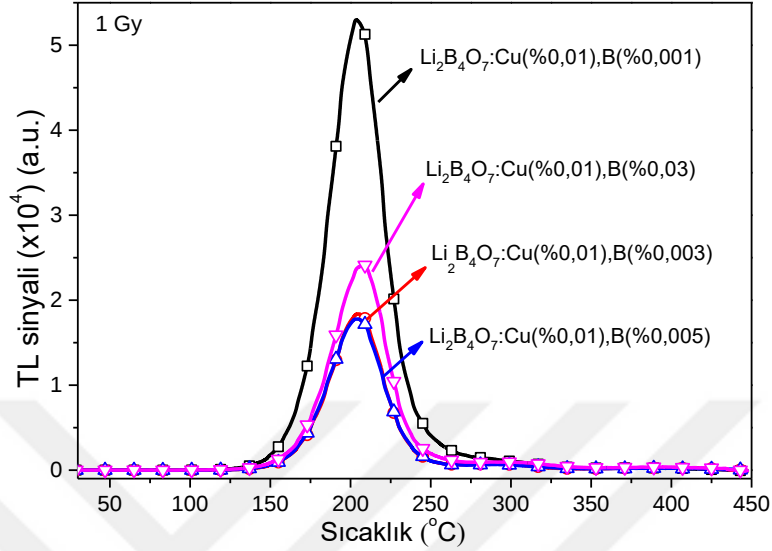
Şekil 4.3’te $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu}(\%0,01)$ malzemesinin 210 °C’de konumlanan ana dozimetrik TL eğrisinden ön ısıtmadan sonra da en yüksek TL sinyali kaydedildi.

Şekil 4.4’te $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu}(\%0,01)$ malzemesinin TL eğrisi 1 Gy doz sonrası ön ısıtmasız ve 140 °C, 10 s süre ön ısıtma yapılarak kaydedilip karşılaştırıldı. Ön ısıtma işlemi ana dozimetrik TL eğrisinde yaklaşık %20 oranında sinyal kaybına neden oldu.



Şekil 4.4. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu}(\%0,01)$ 'in 1 Gy doz sonrası TL ışıma eğrisi ile 1 Gy doz sonrası 140 °C'ye kadar ön ısıtma yapıldıktan sonra kaydedilen TL eğri karşılaştırmaları.

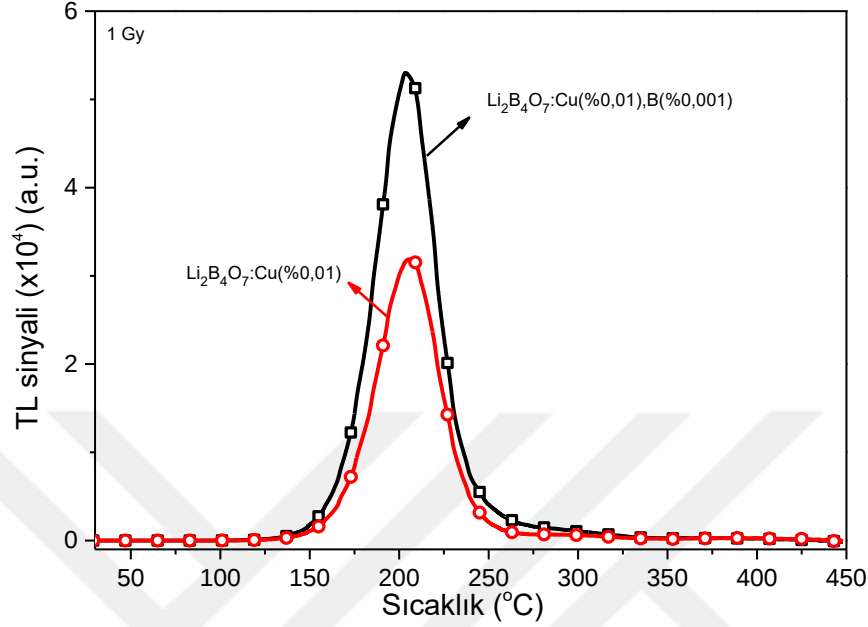
$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu}(\%0,01)$ malzemesinin TL sinyalini daha da arttırmak için ikinci bir iyon (yardımcı aktivatör) ihtiyaç vardır. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu}(\%0,01)$ 'nin kütlece %0,01 bakır konsantrasyonu sabit tutularak ikinci bir iyon olan boron "B" aynı yöntemle kütlece %0,001-%0,03 arasında dört farklı konsantrasyon alınarak sentezlendi. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu}(\%0,01),\text{B}(\%0,001)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu}(\%0,01),\text{B}(\%0,003)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu}(\%0,01),\text{B}(\%0,005)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu}(\%0,01),\text{B}(\%0,03)$ malzemeleri elde edildi. TL ışıma eğrileri 1 Gy beta dozu sonrası 140 °C, 10 s ön ısıtma yapıldıktan sonra 3 °C/s ısıtma hızı ile 450 °C'ye kadar kaydedildi (Şekil 4.5).



Şekil 4.5. Kütlece %0,01 bakır konsantrasyonu sabit tutularak %0,001-0,03 arasında değişen oranlarda B katkılı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ malzemelerinin 1 Gy beta doz sonrası 140 °C ön ısıtma yapıldıktan sonra kaydedilen TL eğri grafikleri.

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu}(\%0,01)$ 'in ana dozimetrik TL eğri şeklinin konumunu değiştirmeden TL sinyalini arttırdığı için katkılanan ikinci iyon olan “B” yardımcı aktivatör olarak etki etti diye kabul edilebilir (Şekil 4.6). Katkılamalar sonucu en yüksek TL sinyali $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu}(\%0,01),\text{B}(\%0,001)$ 'dan alınmıştır.

Şekil 4.6'da $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu}(\%0,01)$ ile $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu}(\%0,01),\text{B}(\%0,001)$ malzemelerinin TL ışıma eğrileri 1 Gy beta dozu sonrası 140 °C, 10 s ön ısıtma yapıldıktan karşılaştırıldı.



Şekil 4.6. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu}(\%0,01)$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu}(\%0,01),\text{B}(\%0,001)$ malzemelerinin 1 Gy doz sonrası 140 °C'ye kadar ön ısıtma sonrası kaydedilen TL eğri karşılaştırması.

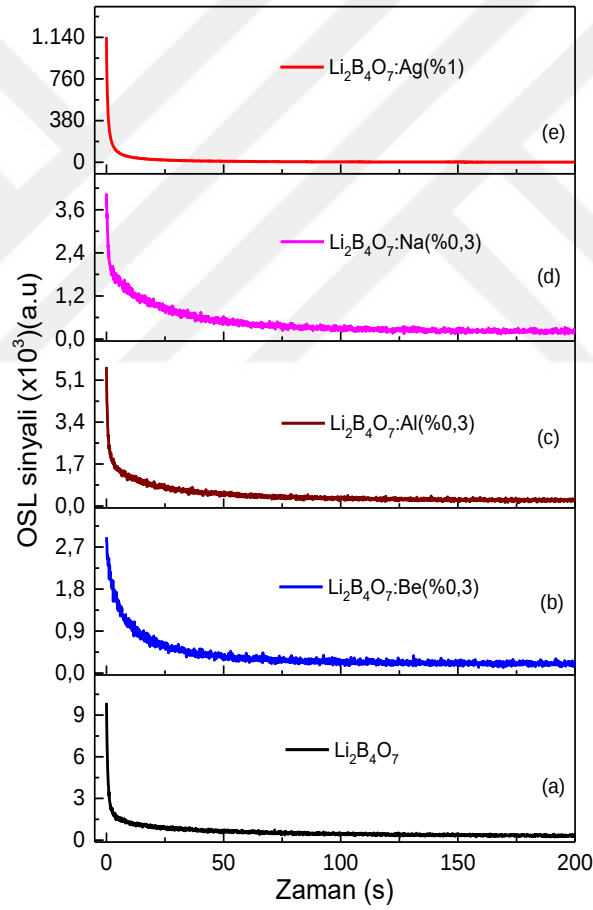
$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu}(\%0,01)$ üzerine katkılanan kütlece %0,001 “B” katkısı ~2 faktör kadar TL sinyalini arttırdı. Sonuç olarak $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu}(\%0,01),\text{B}(\%0,001)$ malzemesinin 140 °C ön ısıtma işleminden sonra kaydedilen TL eğrisinin yalın ve yüksek hassasiyetli olması dozimetrik araştırmalar yapmaya değer bulunmuştur.

Tez kapsamında, sentetik yeni termoluminesans (TL) dozimetre geliştirme çalışmalarında $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu}(\%0,01),\text{B}(\%0,001)$ ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu},\text{B}$) malzemesinin TL yöntemi kullanılarak dozimetrik özellikleri araştırılmak üzere seçilmiştir.

4.1.1. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ tabanlı sentetik OSL malzemeleri geliştirme çalışması

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ tabanlı yeni sentetik OSL dozimetresi geliştirme çalışmalarında katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ve önceden belirlenen kütlece %0,3 oranında gümüş (Ag), berilyum (Be), sodyum (Na) ve alüminyum (Al) katkı iyonlar katkılanıp sentezlendi. Sentezlenen malzemeler kristal forma gelmeleri için 800 °C'de 2 saat

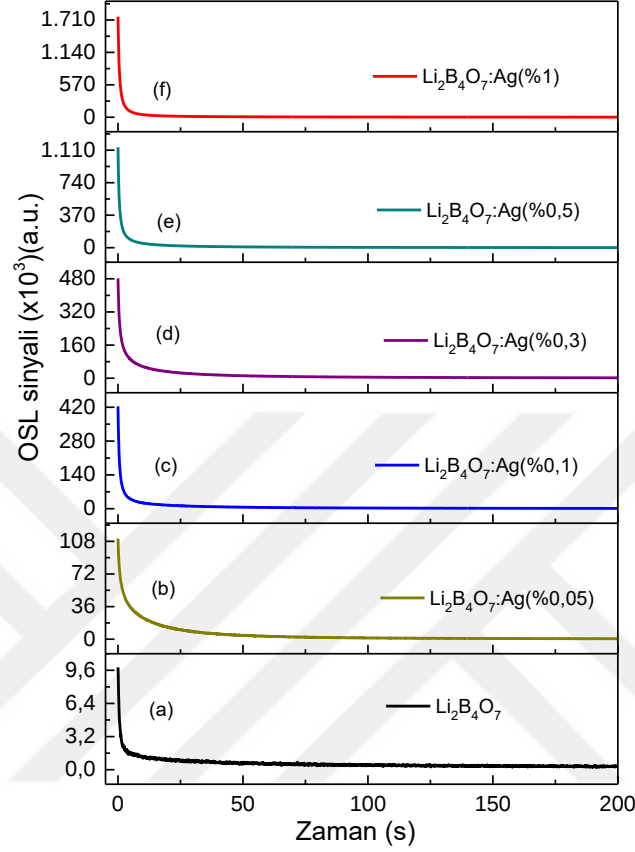
süre ile sinterlendi. Sinterleme sonucunda $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Be}(\%0,3)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Al}(\%0,3)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Na}(\%0,3)$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%0,3)$ malzemeleri üretildi. Malzemeler agat havanda öğütülerek elekler yardımıyla 90-140 μm parçaçık boyutuna ayrıştırıldı. OSL ölçümleri için 10 mg ağırlığında 3 kenarlıklı disk hazırlanarak 1 Gy beta dozu sonrasında Risø TL/OSL DA-20 Model içerisinde bütünleşik olarak bulunan Mavi LEDs ($\lambda=470\pm20$ nm) ile 200 s boyunca uyarılarak OSL sönüm eğrileri kaydedildi (Şekil 4.7).



Şekil 4.7. Katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ve kütlece %0,3 konsantrasyonda Be, Al, Na ve Ag katkı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ malzemelerininin 1 Gy beta doz sonrası kaydedilen OSL sönüm eğrileri.

Katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'ın OSL sinyalinin maksimumun değeri diğer katkı malzemelerin ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Be}(\%0,3)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Al}(\%0,3)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Na}(\%0,3)$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}(\%0,3)$) OSL sinyal maksimumları ile karşılaştırıldı. Sırasıyla $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Be}(\%0,3)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Al}(\%0,3)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Na}(\%0,3)$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}(\%0,3)$ malzemeleri için ~29, ~57, ~37 ve ~115 faktör kadar OSL sinyalini arttırdıkları kaydedildi. Katkılamalar arasında $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}(\%0,3)$ malzemesi yüksek OSL sinyalinden dolayı Ag katkı üzerinde yoğunlaştıldı.

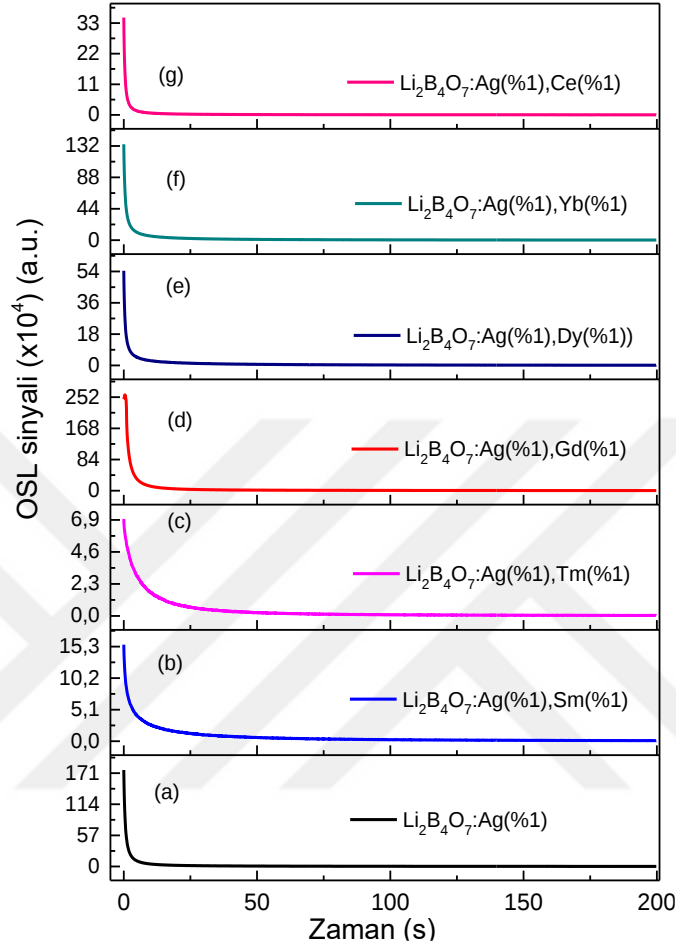
Sentetik dozimetre sentezleme ve katkılama çalışmalarında, katkılanacak iyonun konsantrasyonu, OSL sinyalinin karakteristiğini etkileyen en önemli parametrelerden biridir (Bölüm 3.2.1). Bu yüzden aynı yöntemle $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'a önceden belirlenen %0,05 -%1 arasında değişen beş farklı konsantrasyon değerinde Ag katkılanarak, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}(\%0,05)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}(\%0,10)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}(\%0,30)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}(\%0,50)$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}(\%1)$ malzemeleri üretildi. OSL sönüm eğrileri 1 Gy beta doz sonrasında 200 s boyunca kaydedildi (Şekil 4.8).



Şekil 4.8. Katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ve kütlece %0,05 -%1 konsantrasyonlarında Ag katkılı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ malzemelerinin 1 Gy beta doz sonrası kaydedilen OSL sönüm eğrileri.

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'a katkılanan gümüş konsantrasyonları arttıkça malzemenin OSL sinyali de artmaktadır. Katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'a göre OSL sinyalindeki artışın $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%0,05)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%0,1)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%0,3)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%0,5)$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$ malzemeleri için sırasıyla 11, 43, 48, 116 ve 178 faktör kadar olduğu kaydedilmiştir. Malzemeler arasında en yüksek OSL sinyali $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$ (Şekil 4.8f) vermiştir. Sonuç olarak $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$ malzemesinin OSL sinyalinin yüksek hassasiyetli olması dozimetrik araştırmalar yapmaya değer bulunmuştur.

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$ 'in OSL sinyalini daha da arttırmak amacıyla ikinci bir iyon (yardımcı aktivatöre) ihtiyaç vardır. Yardımcı aktivatörler olarak lantanit grup iyonları olan (samaryum (Sm), tulyum (T_m), gadolinyum (Gd), disprosuyum (Dy) itriyum (Yb), seryum (Ce) katkı olarak seçildi. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$ malzemesinin kütlece % 1 gümüş konsantrasyonu sabit tutulup aynı yöntemle kütlece %1 oranında lantanit iyonları ile kombine edilerek $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1),\text{Sm}(\%1)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1),\text{Tm}(\%1)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1),\text{Gd}(\%1)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1),\text{Dy}(\%1)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1),\text{Yb}(\%1)$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1),\text{Ce}(\%1)$ malzemeleri üretildi. Lantanit iyonları ile katkılanıp kombine edilmesinin amacı lüminesans merkezlerini arttırmak ve dolayısıyla OSL sinyalini arttırmaktır. OSL sönüm eğrileri 1 Gy beta dozun sonrası 200 s süre boyunca kaydedilmiştir (Şekil 4.9).



Şekil 4.9. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$ ve kütlece % 1 gümüş konsantrasyonu sabit tutularak % 1 konsantrasyonunda Sm, Tm, Gd, Dy, Yb, Ce katkılı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ malzemelerinin 1 Gy beta doz sonrası kaydedilen OSL sönüm eğrileri.

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$ 'in OSL sinyal maksimumu $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(1\%),\text{X}(\%1)$ (X; Sm, Tm, Gd, Dy, Yb ve Ce) malzemelerin OSL sinyal maksimumu ile karşılaştırıldığında sırasıyla 0,91, 0,96, 0,69, 0,24 ve 0,80 çarpanı kadar azalma kaydedilirken sadece $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(1\%),\text{Gd}(1\%)$ malzemesinde 1,39 oranında artış kaydedilmiştir. Malzemeler arasında OSL sinyali açısından umut vadeden üretim $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(1\%),\text{Gd}(1\%)$ (Şekil 4.9d) malzemesidir.

Tez kapsamında, sentetik OSL dozimetresi geliştirme çalışmalarında, sentezlenen malzemeler arasında $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(1\%)$ ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$) ile $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(1\%),\text{Gd}(\%1)$ ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$) malzemeleri, “Sürekli dalga OSL (CW-OSL)” yöntemini kullanarak dozimetrik özellikleri araştırılmak üzere seçilmiştir.

4.2. Yapısal Karakterizasyon Analizleri

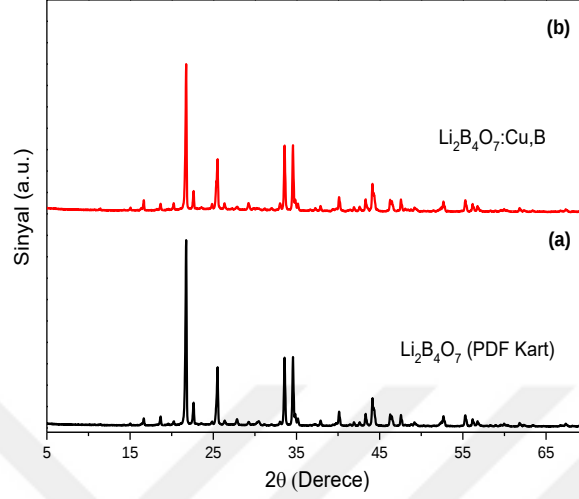
Sentezlenen malzemelerin yapısal karakterizasyon analizinde kullanılan yöntemler:

- X-ışını kırınımı (XRD)
- Fourier dönüşümlü infrared spektrofotometre (FTIR),
- Taramalı elektron mikroskobu (SEM)

4.2.1. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin yapısal karakterizasyon çalışmaları

4.2.1.1. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin X-ışını kırınımı (XRD)

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin X-ışını kırınım (XRD) grafiği Şekil 4.10b'de gösterilmektedir. Malzemenin XRD kırınım deseninin konum ve şiddetleri ICDD 98-041-9673 nolu PDF kartında verilen $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ile uyum içerisindedir (Şekil 4.10a). XRD sonuçları $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin tetragonal kristal yapısına sahip olduğu belirlenmiştir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'a katkılanan Cu ve B konsantrasyonlarının miktarı ana kristal yapısını değiştirmediğini söyleyebiliriz.



Şekil 4.10. (a) $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin (b) 98-041-9673 Nolu PDF kartla verilen $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'in X-ışını kırınım (XRD) deseni karşılaştırması.

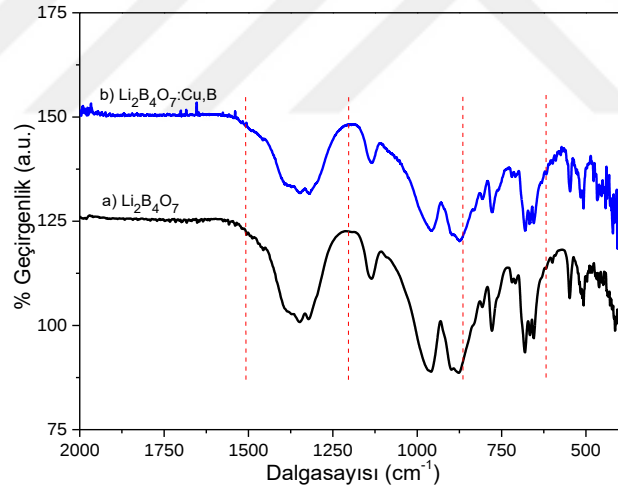
4.2.1.2. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin Fourier Dönüştümlü İnfrared Spektrofotometresi (FTIR)

FTIR organik ve anorganik bileşiklerin molekülerindeki çeşitli bağların titreşim frekanslarını belirler ve fonksiyonel gruplar hakkında hızlı ve doğru bir şekilde bilgiler verir. IR spekturumu maddeyi oluşturan atomlar arasındaki bağların titreşimiyle oluşan frekanslarına karşılık gelen absorpsiyon tepeleri ile karakterize edilir. Her malzemenin kendine özgü bir IR spektrumu vardır. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'a ait karakteristik IR sepktrumları Çizelge 4.2'de verilmiştir.

Çizelge 4.1. Lityum tetraboratın FTIR spektrum bantları.

Dalga sayısı (cm ⁻¹)	Titreşim modları	Referans
1600-1200	BO ₃ birimlerinin B-O titreşimleri (Asimetrik)	(Ge ve ark., 2007)
1500-700	BO ₄ birimlerinin B-O titreşimleri	(Subramaniam ve ark., 2012)
950-870	BO ₄ tetrahedral	(Subramaniam ve ark., 2012)
870-415	O-B-O	(Feathers ve ark., 2012; Povnnennykh ve SSR, 1978; Ramadevudu ve ark., 2012; Subramaniam ve ark., 2012)
400-200	Li-O	(Povnnennykh ve SSR, 1978)

Şekil 4.11’de Li₂B₄O₇ ve Li₂B₄O₇:Cu,B malzemelerinin IR spektrum grafiklerini göstermektedir.

Şekil 4.11. Katkısız Li₂B₄O₇ ve Li₂B₄O₇:Cu,B’nun FTIR spektrum grafikleri.

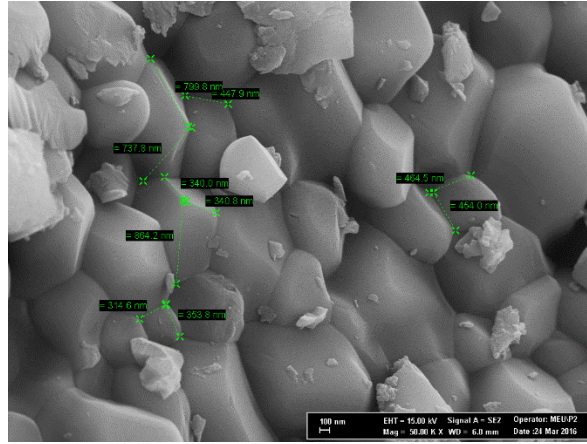
Li₂B₄O₇ ve Li₂B₄O₇:Cu,B malzemelerinde ~12 adet IR spektrum bandı kaydedilmiştir. IR bantları temel olarak 1200-1500 cm⁻¹, 850-1200 cm⁻¹ ve 600-800 cm⁻¹ spektral bölgelerinde kaydedildi. 1200-1500 cm⁻¹ spektral bölgesinde görülen tepeler BO₃ birimlerinin B-O gerilme titreşimleri ile ilgilidir. 850-1200 cm⁻¹

¹ spektral bölgesinde görülen tepeler tetrahedral (BO_4) birimlerinin B-O gerilmesine bağlı titreşimleri ile ilgilidir. $600\text{--}800\text{ cm}^{-1}$ arası spektral bölgesinde görülen tepeler çeşitli borat segmentlerinin titreşimleri ile ilgilidir.

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ 'nin IR spektrumları birbiriyle iyi bir uyum içerisindedir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'a Cu ve B katkılarları IR spektrumundaki tepelerin konumunda yeni bir değişiklik meydana getirmemiştir. Katkı iyonlarının yüzdesi çok düşük olduğundan ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu}(\%0,01), \text{B}(\%0,001)$) beklenen bir durumdur. FTIR spektrumun sonuçları Şekil 4.10'da verilen XRD sonuçları ile de desteklenmektedir.

4.2.1.3. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ 'nin SEM görüntüsü

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ 'nin 50,000X büyütmede alınan SEM görüntüsü Şekil 4.12'de gösterilmektedir. SEM görüntüsünün farklı kısımlarından alınan parçaçık boyutu $\sim 90\text{--}150\text{ }\mu\text{m}$ aralığında hesaplandı. Bu hesaplamalar sonucunda, yüzey parçaçık dağılımının homojen olduğu söylenilebilir.



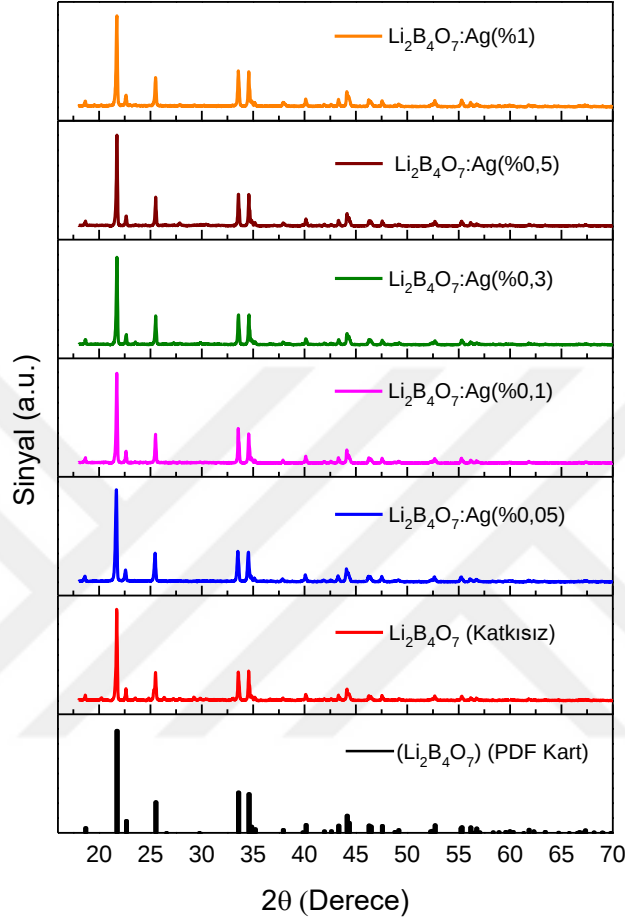
Şekil 4.12. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ 'nin 50,000X büyütmede kaydedilen SEM görüntüleri.

4.2.2. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ 'ün yapısal karakterizasyon çalışmaları**4.2.2.1. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ 'ün XRD çalışması**

Sentetik dozimetre geliştirme çalışmalarında katkı iyonunun kütlece ya da molce yüzde konsantrasyon miktarının, katkılanacak ana malzemenin fazını değiştirmeyecek oranlarda amaca uygun olarak seçilmesi önemlidir. Bu yüzden katkı iyon(lar)ının konsantrasyon oranı bu noktada kritiktir.

XRD analizi ile malzemeye katkılanan katkı iyon konsantrasyon miktarının faz değişimine sebep olup olmadığı belirlenebilir. Fakat tek başına XRD analizi yetersizdir. FTIR analizi ile de desteklenmelidir.

Şekil 4.13'de katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'a önceden belirlenen %0,05 - %1 arasında değişen beş farklı konsantrasyonlarda Ag katkılanarak sentezlenen $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}(\%0,05)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}(\%0,10)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}(\%0,30)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}(\%0,50)$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}(\%1)$ malzemelerin XRD kırınım desenlerinin 98-013-0018 nolu PDF kart ile verilen referans $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ XRD kırınım deseni ile karşılaştırılması verilmektedir.

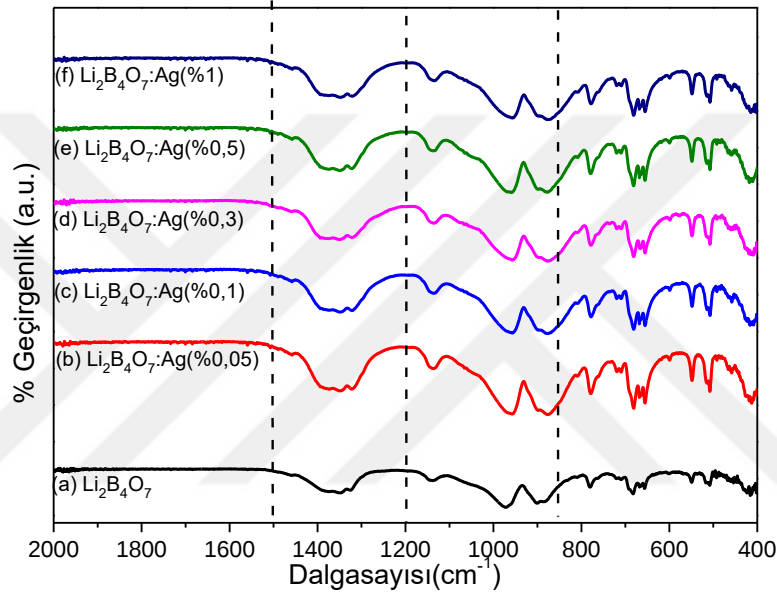


Şekil 4.13. Katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ve kütlece %0,05 -%1 konsantrasyonlarda Ag katkılı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ malzemelerinin 98-013-0018 nolu PDF kartla verilen XRD kırınım desenleri ile karşılaştırılması.

Katkısız ve katkılı malzemelerin ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$ ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$)) XRD kırınım desenlerinin konum ve şiddetleri ICDD 98-013-0018 nolu PDF kartında verilen $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'ın kırınım desenleri ile uyum içerisindedir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün tetragonal kristal yapıya sahip olduğu belirlenmiştir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'a katkılanan farklı konsantrasyonlarda Ag miktarı malzemenin ana kristal yapısını ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$) değiştirmediğini söyleyebiliriz.

4.2.2.2. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ 'ün FTIR çalışması

Şekil 4.14. katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ve önceden belirlenen kütlece %0,05 - %1 arasında değişen beş farklı konsantrasyonda Ag katkılanarak sentezlenen $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}(\%0,05)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}(\%0,10)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}(\%0,30)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}(\%0,50)$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}(\%1)$ malzemelerin FTIR spektrumunu göstermektedir.



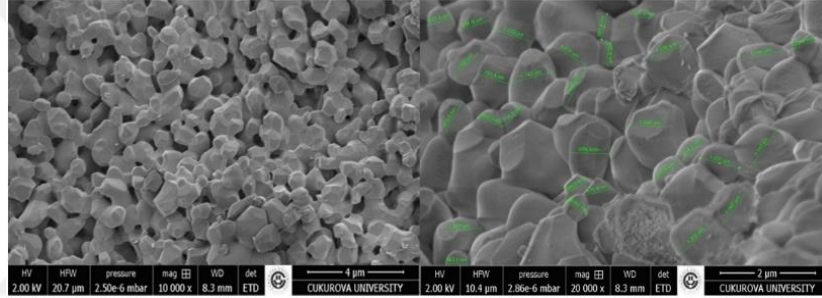
Şekil 4.14. Katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ve kütlece % 0,05 - %1 konsantrasyonlarda Ag katkılı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ malzemelerinin FTIR spektrum grafiği.

Şekil 4.14'de IR spektrum bantları temel olarak $1200\text{-}1500\text{ cm}^{-1}$, $850\text{-}1200\text{ cm}^{-1}$ ve $400\text{-}800\text{ cm}^{-1}$ spektral bölgelerinde kaydedildi. $1200\text{-}1500\text{ cm}^{-1}$ spektral bölgesinde görülen tepe BO_3 birimlerinin B-O gerilme titreşimi ile ilgilidir. $850\text{-}1200\text{ cm}^{-1}$ spektral bölgesinde görülen tepeler tetrahedral (BO_4) birimlerinin B-O gerilmesine bağlı titreşimlerle ilgilidir. $400\text{-}800\text{ cm}^{-1}$ arası spektral bölgesinde görülen tepeler çeşitli borat segmentlerinin titreşimleri ile ilgilidir. Kaydedilen IR spektrumları katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'ın spektrum tepeleri ile eşleşmektedir. Katkı Ag yüzde konsantrasyonu arttıkça IR bandındaki spektrum tepelerinde bir değişiklik

kaydedilmemiştir. Şekil 4.13'deki XRD sonuçları, FTIR sonuçlarını desteklemektedir.

4.2.2.3. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ malzemesinin SEM çalışması

Şekil 4.15. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$) malzemesinin 10,000X ve 20,000X büyütmelerde kaydedilen SEM görüntülerini göstermektedir. SEM görüntüsünün farklı kısımlarından alınan parçaçık boyutu dağılımı $\sim 0,5-1,2 \mu\text{m}$ aralığında belirlenmiştir. Yüzey parçaçık dağılımının yüzeye homojen dağıldığını söyleyebiliriz.

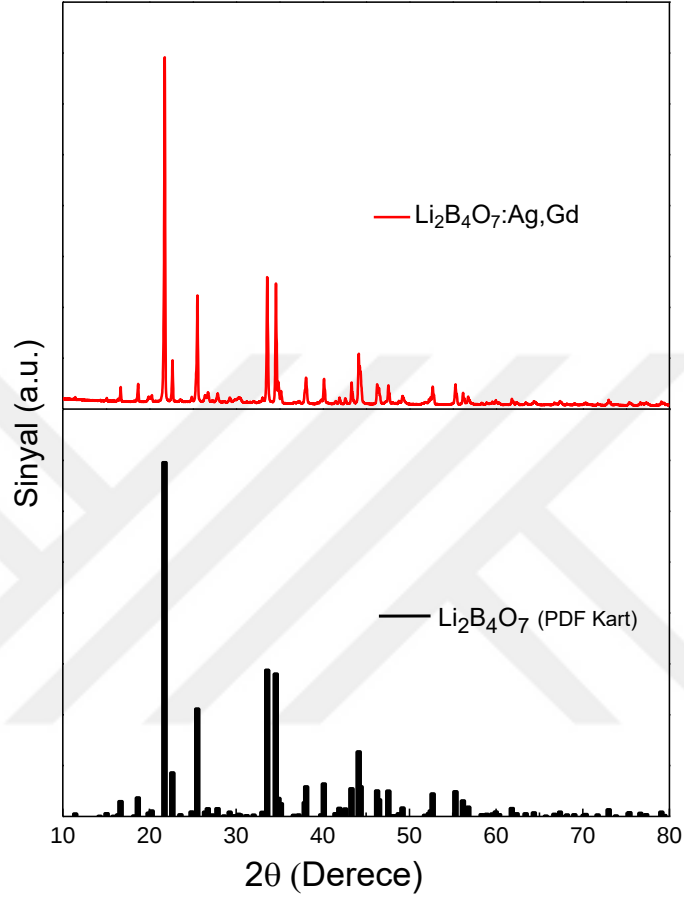


Şekil 4.15. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün 10,000X ve 20,000X büyütmelerde alınan SEM görüntüleri.

4.2.3. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ malzemesinin yapısal karakterizasyonu

4.2.3.1. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un XRD çalışması

Şekil 4.16'da $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un XRD grafigini göstermektedir. Malzemenin XRD kırınım desenlerinin konum ve şidetleri ICDD 98-013-0018 nolu PDF kartında verilen $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'ın kırınım desenleri ile uyum içerisinde. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ malzemesinin tetragonal kristal yapısına sahip olduğu belirlenmiştir. Katkılanan Ag ve Gd konsantrasyonun ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1), \text{Gd}(\%1)$) ana kristal yapıyı ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$) değiştirmeyecek oranlarda katkıldığını söyleyebiliriz.

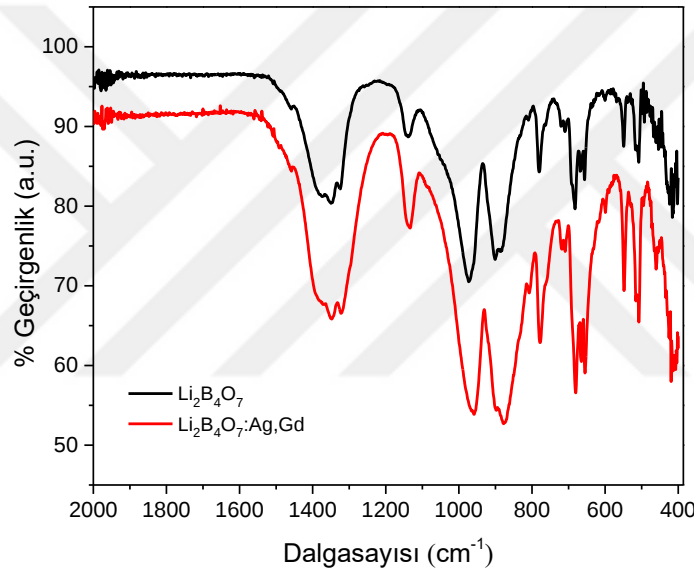


Şekil 4.16. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un ICDD 98-013-0018 no ile verilen $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'ın XRD kırınım desenlerinin karşılaştırması.

4.2.3.2. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ malzemesinin FTIR çalışması

Şekil 4.17'de $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un FTIR spektrum grafikleri karşılaştırıldı. Her iki malzemedede ~12 adet IR spektrum bandı kaydedildi. IR bantları temel olarak $1200\text{-}1500\text{ cm}^{-1}$, $850\text{-}1200\text{ cm}^{-1}$ ve $600\text{-}800\text{ cm}^{-1}$ spektral bölgelerinde kaydedildi. $1200\text{-}1500\text{ cm}^{-1}$ spektral bölgesinde görülen tepe BO_3 birimlerinin B-O gerilme titreşimi ile ilgilidir. $850\text{-}1200\text{ cm}^{-1}$ spektral bölgesinde

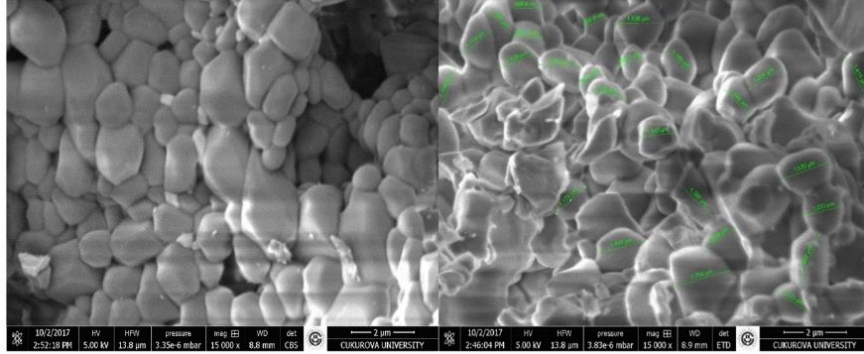
görülen tepeler tetrahedral (BO_4) birimlerinin B-O gerilmesine bağlı titreşimlerle ilgilidir. $600\text{--}800\text{ cm}^{-1}$ arası spektral bölgesinde görülen tepeler çeşitli borat segmentlerinin titreşimleri ile ilgilidir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ malzemelerini IR spektrumları bir biri ile iyi bir uyum içerisindedir. Katkılanan Ag ve Gd konsantrasyonlarının ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}(\%1),\text{Gd}(\%1)$) IR spektrumunun tepe konumlarında bir değişiklik meydana getirmediği kaydedilmiştir. FTIR spektrumunu Şekil 4.16’da verilen XRD sonuçları da desteklemektedir.



Şekil 4.17. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ ’un FTIR spektrum grafiğinin karşılaştırması.

4.2.3.3. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ malzemesinin SEM görüntüleri

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ ’un 15,000X büyütmelerde alınan SEM görüntüleri Şekil 4.18’de gösterilmektedir. SEM görüntüsünün farklı kısımlarından alınan parçacık boyutu dağılımı $\sim 900\text{--}1800\text{ }\mu\text{m}$ aralığında değişmekte ve parçacık dağılımı homojen bir biçimde yüzeye dağılmaktadır.



Şekil 4.18. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un 15,000X büyütmede alınan SEM görüntüsü.

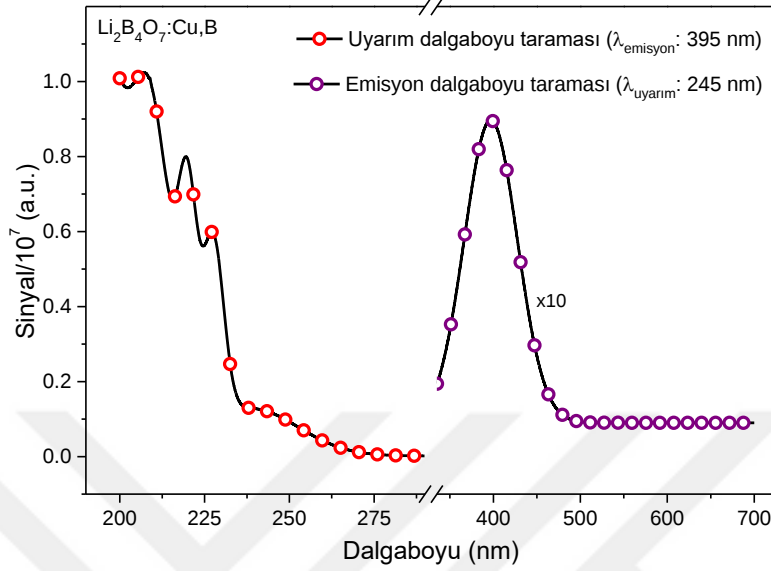
4.3. Spektrum Analiz Çalışmaları

4.3.1. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nün spektrum çalışması

Şekil 4.19'da $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nün 395 nm'de yayınım emisyonu ve 245 nm'de uyarım emisyonu için taranan uyarım ve yayınım emisyon spektrumları verilmektedir.

Şekil 4.19'da verilen $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nün uyarım spektrumunun belirlenmesi için 395 nm dalga boylu ($\lambda_{\text{em}}=395$ nm) ışık emisyonu için 1 nm aralıklarla 200-330 nm arasında uyarım spektrumu tarandı. En yüksek 207 nm dalga boyunda oluşan tepe ile bir kaç tepe maksimumundan oluşan bir eğri kaydedildi.

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nün emisyon spektrumunun belirlenmesi için kaydedilen uyarım spektrum grafiğinde tepe maksimumlarına karşılık gelen 245 nm uyarım dalga boyu için ($\lambda_{\text{uyarım}}=245$ nm) 1 nm aralıklarla 300-700 nm arasında emisyon spektrumu tarandı. ~400 nm civarında tek tepe maksimumundan oluşan eğri kaydedildi.

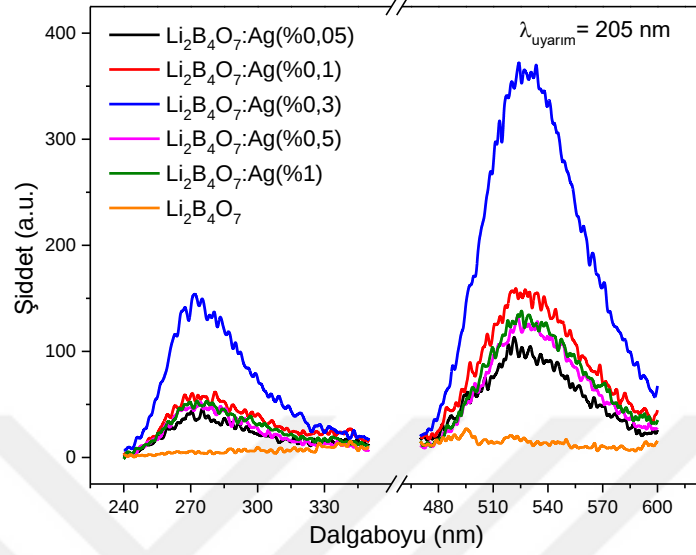


Şekil 4.19. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin uyarım-emisyon grafiği.

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin uyarım ve emisyon spektrumları literatürde daha önce rapor edilmiş $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu}$ tabanlı malzeme çalışanların sonuçlarıyla uyum içerisindedir (Cruz-Zaragoza ve ark., 2016; Ignatovych ve ark., 2004; Ignatovych ve ark., 2003).

4.3.2. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün spektrum çalışması

Lüminesans malzeme araştırmalarında özellikle nanopartikül, nadir toprak elementleriyle oluşturulan safsızlıklar ya da çeşitli safsızlıklar içeren fosforların çalışılması önemlidir. Kristal yapının bünyesinde bulunan safsızlıklar ya da daha sonradan farklı amaçlar doğrultusunda kazandırılmış safsızlıkların konsantrasyonları ppm ve ppm seviyesinin altında olsa bile varlığı kolayca tespit edilebilir. Katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ile $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%0,05)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%0,1)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%0,3)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%0,5)$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$ malzemelerin PL emisyon spektrumları 205 nm uyarım dalga boyu (λ_{uyarım}:205 nm) ışık kullanılarak oda sıcaklığında 240 ile 600 nm aralığında emisyon aralığı tarandı (Şekil 4.20).



Şekil 4.20. Katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%0,05)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%0,1)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%0,3)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%0,5)$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$ malzemelerin oda sıcaklığında 205 nm uyarım dalga boyu ($\lambda_{\text{uyarım}}:205 \text{ nm}$) ışık ile uyarılan malzemelerin PL spektrumu.

Şekil 4.20’de elde edilen grafiğe göre katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ’ın kayda değer bir emisyon tepesi kaydedilemedi. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ’ın yapısına Ag girmesiyle ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$) PL emisyon eğrileri iki farklı tepe şeklinde kaydedildi. İlk tepe maksimumu $\sim 272 \text{ nm}$ dalga boyunda olan ultraviyole (UV) bölgede ve bir diğeri ise tepe maksimumu $\sim 526 \text{ nm}$ olan görünür bölge aralığına düşen yeşil bölgede kaydedildi.

PL spektrumunda 272 nm ’de merkezlenen emisyon $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ’a Ag^{+1} iyonu katkılanmasıyla meydana gelen metal merkezli $4d^{10} \leftrightarrow 4d^9s^5$ geçişine atfedilmektedir. Literatürde Ag katkılı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ için sonuç uyum içerisinde (Ignatovych ve ark., 2007; Ignatovych ve ark., 2005).

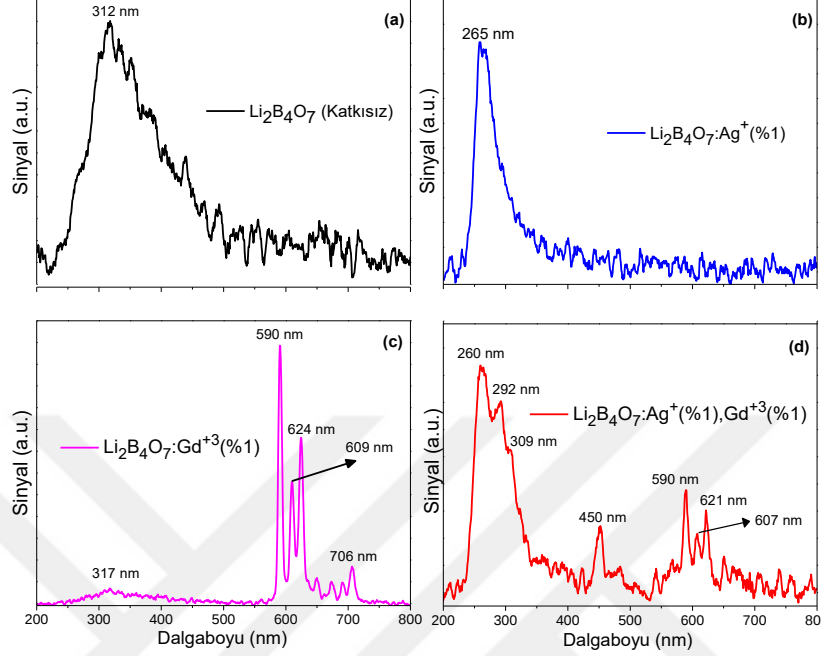
Ag iyonlarının TL süreçlerine doğrudan izole edilmiş iyonlar olarak dahil olduklarını ve tuzak(lar) ya da yeniden birleşme merkezi olarak hareket ettiklerini söyleyebiliriz. Şekilde açıkça görülmektedir ki $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ’a katkılanan Ag konsantrasyonlarının oranları PL şiddetini değiştirmektedir. En yüksek PL şiddeti $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%0,3)$ malzemesinden kaydedilmiştir. PL sinyali Ag’ün

konsantrasyonunun %0,3 değerine kadar artmıştır. Bu konsantrasyonlardan daha yüksek oranlarda gümüş iyonu katkılamaşının konsantrasyona bağılı sönümleme meydana getirdiğı kaydedilmiştir. Bunun sebebi Ag konsantrasyonu artığı zaman, Ag iyonları arasındaki mesafenin azalması ve iyonlar arasında ışıınımsız geğış olasılığını artmasıdır.

Yukarıda belirtilenlere ek olarak, Ag katkı konsantrasyonların artışıyla 272 nm ve 526 nm’de olan tepelerinin emisyon bandlarının konumunun değışmediğı kaydedilmiştir. PL spektrumunda gözlenen tepe maksimumu 526 nm boyunda kaydedilen emisyon bandı literatürde daha önceden Ag katkılı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ için gözlenilmeyen bir durumdur. Sadece Brant ve ark. X-ışınları ile oda sıcaklığında önceden ışıılanmış Ag katkılı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ kristallerinde 502 nm’de tepe yapan bir geniş PL bandının gözlemlendiğini yayınladı (Brant ve ark., 2014). Ag^{+2} iyonunun lüminesans mekanizması tam olarak anlaşılmamıştır. Bu geniş emisyon bandından Ag^{2+} iyonlarını içeren bir yük transfer mekanizmasının sorumlu olduğı önerilebilir.

4.3.3. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ spektrum çalışması

Literatürde Ag katkılı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ’ın hem TL hem de OSL dozimetresi olarak üstün özellikler göstermesi nedeniyle büyük bir ilgi çekmiştir. Fakat malzemenin X-ışını Lüminesans (XL) spektrum çalışmalarıyla ilgili literatürde yeterli sayıda çalışma bulunmamaktadır. Katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}(\%1)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Gd}(\%1)$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}(\%1),\text{Gd}(\%1)$ malzemelerin XL spektrumları oda sıcaklığında 1 nm tarama aralıklarında 200-800 nm arasında tarandı (Şekil 4.21).



Şekil 4.21. (a) $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$, (b) $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}^+(\%1)$, (c) $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Gd}^{+3}(\%1)$ ve (d) $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}^+(\%1),\text{Gd}^{+3}(\%1)$ malzemelerinin oda sıcaklığında 1 nm aralıklarda 200-800 nm arasında kaydedilen X-ışını Lüminesans (XL) spektrum grafikleri.

Katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'ın XL spektrum grafiği Şekil 4.21a'da verilmiştir. Katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'ın XL spektrumunda tepe maksimumu ~ 312 nm konumlanan tek geniş ve asimetrik bir eğri kaydedilmiştir. Asimetrik yapı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'ın kristalinin kompleks bir yapıya sahip olduğunu gösterir.

Şekil 4.21b'de $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}^+(\%1)$ 'in XL spektrum grafiğini göstermektedir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'a kristal yapısına Ag iyonu girmesiyle oluşan emisyon bandı ultraviyole bölgesine yakın ve tepe maksimumu ~ 265 nm'de konumlanan emisyon eğrisi kaydedilmiştir. XL spektrumunda 265 nm'de merkezlenen emisyon $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'a Ag^{+1} iyonu katkılanmasıyla meydana gelen Ag^{+1} metal merkezli $4d^9s^5 \leftrightarrow 4d^{10}$ geçişine atfedilmektedir. XL lüminesans için bulunan sonuç diğer uyarım kaynağı olan PL ile emisyon aralığı benzer çıkmaktadır. Bu yüzden sadece gümüş metal merkezlerinin lüminesans sürecine katıldığını söyleyebiliriz.

Malzemenin kirstal örgü yapısı, uyarım enerjisini soğurmada ve enerji lüminesans merkezlerine enerji transferini gerçekleştirmede önemli rol oynamaktadır. +3 değerlikli nadir toprak elenmentleri (NTE) f-f geçişinden dolayı görünür bölgede keskin ve dar bir tepe şeklindeki lüminesans spektrumları ile karakterize edilirler. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'ın kristal yapısına NTE girdiğinde Li^+ iyonuyla yer değiştirmesi muhtemeldir. Boratların güçlü bir şekilde kovalent bağlarla birbirine bağlı oldukları nedeniyle NTE iyonlarının bor ya da oksijen iyonlarıyla yer değiştirme olasılığı düşüktür. Ancak bu yerdeğişiklikler önemli ölçüde karmaşıktır. Lantanit iyon yüklerinin uyumsuzluğu ve lantanit iyon yarıçaplarının büyüklükleri yerdeğişikliklerde önemli etkenlerden bazılarıdır. Sadece düşük olasılık ölçüsünde yerdeğişiklikler mümkün olabilir. NTE iyonlarının yapıda fazla olması durumunda yük telafisi en yakın bor ve en uzak lityum boşluğu ile telafi edilir.

Şekil 4.21c $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Gd}(\%1)$ 'in XL spektrum grafiğini göstermektedir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'ın kristal yapısına Gd iyonu girmesiyle ~ 317 nm'de geniş bir tepe ile görünür bölgede ~ 590 , 609, 624 ve 706 nm'de dört keskin emisyon tepesi kaydedilmiştir. Lityumun (Li) iyon yarıçapı $0,68 \text{ \AA}$ 'dır. Her Li atomu $1,906$ ila $2,611 \text{ \AA}$ arası Li-O bağına sahip çarpık beş köşe polihedron formunda beş oksijene koordine edilir. Gd iyon yarıçapının, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ çevresine oldukça kolay bir şekilde dahil edilmesini sağlayan $0,93$ ila $1,10 \text{ \AA}$ arasında olduğu literatürde bilinmektedir. Grafikte görünür bölgede emisyon tepelerinin dağınıklığı Gd iyonunun Li^+ iyon çevresinde yukarıdaki sebeplerden dolayı lokal bir düzensizliği olduğunu söyleyebiliriz.

Dieke'in enerji seviyesi diyagramına dayanarak, Gd^{+3} enerji seviyelerinin diğer lantanit iyonlarından farklı davranışlar sergilediğini söyleyebiliriz (Ozdemir ve ark., 2018). Çünkü ilk uyarılmış durum $^6\text{P}_{7/2}$, tüm seri boyunca yer alan durumlar dan en uzak olanıdır. Gd katkılı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'ın emisyon spektrumlarının görünür bölgelerde tepeleri (yeşil ve kırmızı emisyonlar) vardır. Görünür bölgedeki emisyon hatları, Gd^{3+} için ayrıntılı enerji seviyesi şeması ile tanımlanabilen $^6\text{G}_j$ durumundan geçişe atfedilebilir. 570 ve 590 nm arasındaki sarı bant, stark seviye

6G_j seviyesinden Gd^{+3} geçişinden kaynaklıdır. ~600-710 nm arasındaki kırmızı ışık emisyonu 6G_j 'den 6P_j geçişine karşılık gelmektedir. Elektronik geçiş ile ilişkili 624 nm'de bulunan keskin emisyon bandı ile Gd^{+3} 'un yüksek enerji seviyeleri arasındaki geçiş daha önce tek foton uyarımı altında diğer Gd^{+3} katkılı materyallerde gözlemlenmiştir. 624 nm'de (${}^6G_j \leftrightarrow {}^6P_j$) görülen keskin emisyon tepesi aslında biraz daha karmaşıktır. Şekil 4.21c'de görüldüğü gibi farklı tiplerdeki geçişler Gd^{+3} iyonlarının f konfigürasyonu ile birlikte kademeli lüminesansından dolayı 6G_j durumlarından belirlenen 6G_j , 6D_j , 6G_j , 6I_j durumlarına geçişten dolayı meydana gelebilir.

Şekil 4.21d'de $Li_2B_4O_7:Ag(\%1),Gd(\%1)$ 'in XL spektrumu tepeleri özellikle $Li_2B_4O_7:Gd^{+3}$ bileşiğine $Ag^+(\%1)$ katkılanmasından sonra kaydedildiği gözlenmiştir. Kırmızı bölgede gözlenen emisyon tepelerinin şiddetinin açıkça düştüğü kaydedilmiştir. Mavi bölgedeki emisyon tepeleri ise Schotki ve Frenkel yüzey tipi kusurlarından kaynaklanmaktadır. Bununla birlikte ${}^6P_{5/2} \leftrightarrow {}^8S_{7/2}$ geçişinin gerçekleştiği 309 nm'de geniş bir banttı görülmektedir. Bu geçişin manyetik dipol geçişinden kaynaklanmış olduğu söylenebilir.

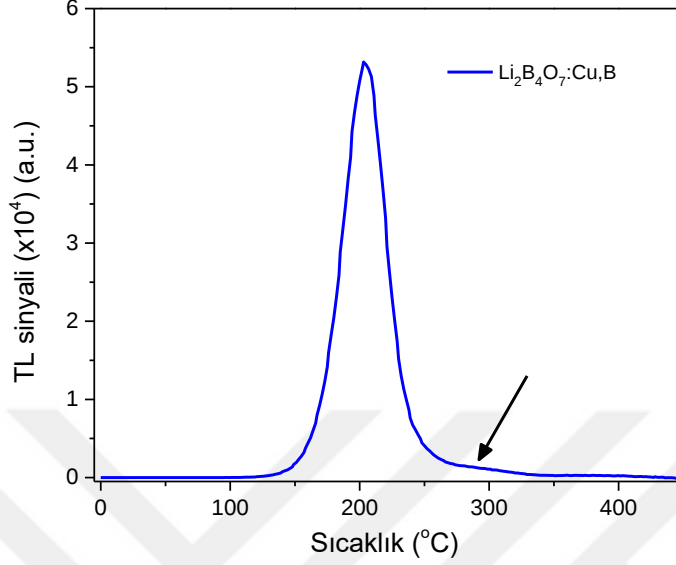
4.4. Dozimetrik Karakteristiklerinin Araştırılması

4.4.1. $Li_2B_4O_7:Cu,B$ 'nin dozimetrik karakteristikleri

4.4.1.1. $Li_2B_4O_7:Cu,B$ 'nin basit TL eğrisi

Şekil 4.22'de $Li_2B_4O_7:Cu,B$ 'nin 1 Gy doz sonrası 140 °C, 10 s ile ön ısıtma yapıldıktan sonra 3 °C/s ısıtma hızı ile 450 °C'ye kadar kaydedilen TL eğrisini göstermektedir. $Li_2B_4O_7:Cu,B$ 'nin TL eğrisi ~205 ve ~295 °C'de konumlanan iki TL tepesinden oluşmaktadır.

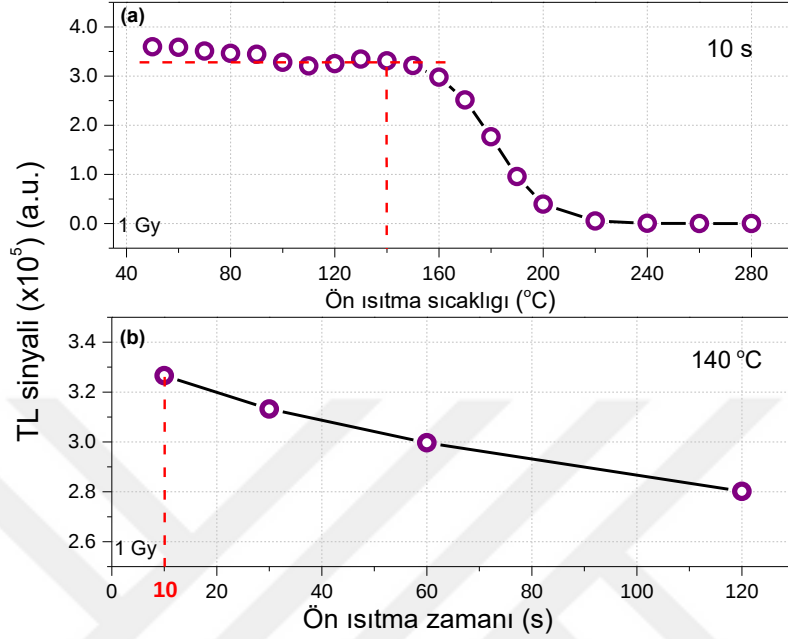
Malzemenin ~205 °C'deki TL tepesi ana dozimetrik TL eğri olarak alınabilir. ~295 °C'de konumlanan TL tepesi düşük TL sinyali vermesi nedeniyle yüksek doz sonrası uygun bir ön ısıtma yapıldıktan sonra dozimetrik amaçlarla çalışılabilir.



Şekil 4. 22. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nun 1 Gy doz sonrası 140 °C ön ısıtma işleminden sonra kaydedilen TL eğrisi.

4.4.1.2. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin ön ısıtma koşulunun belirlenmesi

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin ön ısıtma koşulunun sıcaklık parametresini belirlemek için Bölüm 3.2.5.1.1.1'de verilen protokol uygulandı. Şekil 4.23a TL sinyalinin önceden belirlenen ön ısıtma sıcaklığına karşı grafiğini göstermektedir. Malzemenin ön ısıtma sıcaklığı belirlenirken lüminesans sinyalinin (TL sinyali) önemli ölçüde kaybının olmadığı ve sıcaklığın stabil olduğu bölgede alınmalıdır. Şekil 4.23a'daki grafikte 110 °C'ye kadar TL sinyalinde önemli bir azalma kaydedilmemiştir. 110 °C'den ~150 °C'ye kadar olan bölge arasında TL sinyali neredeyse stabildir. Bu bölgede TL “tuzak” popülasyonun sabit kaldığını ve 150 °C'ye kadar ön ısıtmanın önemli bir ölçüde ana dozimetrik TL eğrisinden sorumlu “tuzak” gruplarına girmediğini söyleyebiliriz. Grafikte 150 °C'den 210 °C'ye kadar keskin bir düşüş kaydedildi. Bu düşüşün sebebi malzemenin verdiği TL sinyalinin çoğunun bu sıcaklık aralığındaki tuzaklardan kaynaklanmış olmasıdır. 210 °C'den sonra önemli ölçüde TL sinyali kaydedilememiştir. Bu nedenle, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin ön ısıtma sıcaklığı olarak 140 °C belirlenmiştir.



Şekil 4.23. (a) 1 Gy beta dozu ile ışınlanmış $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu},\text{B}$ malzemesinden elde edilen TL sinyallerinin ön ısıtma sıcaklığına göre değişimi (b) 1 Gy beta dozu ile ışınlanmış $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu},\text{B}$ malzemesinden elde edilen TL sinyallerinin ön ısıtma zamana göre değişimi.

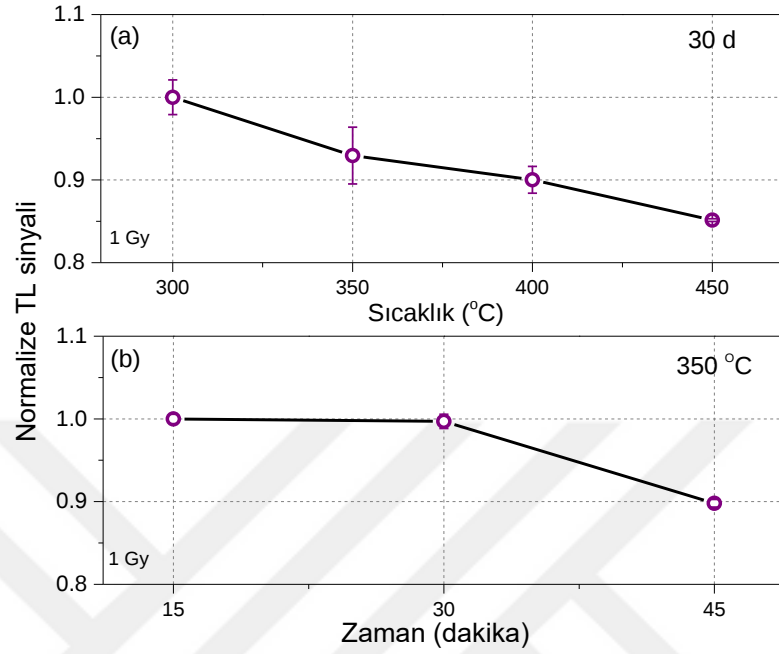
$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu},\text{B}$ 'nin ön ısıtma koşulunun zaman parametresini belirlemek için Bölüm 3.2.5.1.1.2'de verilen protokol uygulandı. Şekil 4.23b TL sinyalinin 140 $^{\circ}\text{C}$ 'ye kadar ön ısıtma yapılan ve 10-120 saniye arasında değişen farklı bekleme sürelerine karşı grafiğini göstermektedir. TL sinyali 140 $^{\circ}\text{C}$ ön ısıtma sıcaklığında bekleme süresi arttıkça azalmaktadır. Bu azalmanın ana sebebi termal sönmülemidir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu},\text{B}$ 'nin ön ısıtma süresi olarak TL sinyalinin maksimum olduğu süre olan 10 s alınmıştır. Yani, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu},\text{B}$ 'nin ön ısıtma koşulu olarak 140 $^{\circ}\text{C}$ 'de 10 s bekleme süresi belirlenmiştir.

4.4.1.3. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu},\text{B}$ 'nin tavlama koşulunun belirlenmesi

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu},\text{B}$ 'nin tavlama koşulunun sıcaklık parametresini belirlemek için Bölüm 3.2.5.1.2.1'de verilen protol uygulanarak TL sinyalinin tavlama

sıcaklığına karşı grafiği çizildi (Şekil 4.24). Grafikte TL sinyali (300 °C tavlama sıcaklığı göre) tavlama sıcaklığı arttıkça %5, %10 ve %15 oranında azalma olduğu kaydedildi (Şekil 4.24a). Burada, tavlama sıcaklığının TL sinyalini etkilediği açıkça görülmektedir. ‘Malzemenin tavlama sıcaklığı belirlenirken, malzemenin TL sinyalini önemli ölçüde azaltmayacağı bir sıcaklık olarak seçilmelidir. Bunun yanında dikkat edilmesi gereken diğer bir husus da belirlenecek sıcaklık değerinin, malzemenin olası bir durumda yüksek doza maruz bırakılması ya da yüksek doz sonrası malzemede kalan artık dozları silebilecek bir sıcaklık olmasıdır. Ayrıca, belirlenen tavlama sıcaklığının malzemenin TL eğrisin şekline göre belirlenmesi önemlidir. Örneğin, bir malzemenin TL eğrisinin tepe maksimum sıcaklığı ~100, 200 300 ve 400 °C’de konumlanan TL tepelerden meydana gelsin. Böyle bir TL eğrisine sahip malzemenin tavlama sıcaklığını 250 °C alınması doğru değildir. Sebebi malzemenin 400 °C de tepe maksimumuna sahip olduğu ve bu tuzaklardaki elektronların 250 °C’de boşaltamaması, fakat TL sinyalinin maksimum olduğu (ilgili grafikte) düşük sıcaklık seçilmesi durumunda (Örneğin 300 °C) o sıcaklıkta ‘‘yeterli bir süre’’ bekletilmesi gerekmektedir’

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ ’nun tavlama koşulunun sıcaklık parametresi 350 °C olarak alındı. Grafikte her ne kadar 300 °C sıcaklıktaki tavlama sıcaklığı daha yüksek TL sinyali kaydedilse de yüksek radyasyon dozlarında çalışılması durumunda TL sinyalin silinmesi açısından 350 °C tavlama sıcaklığı olarak alındı.



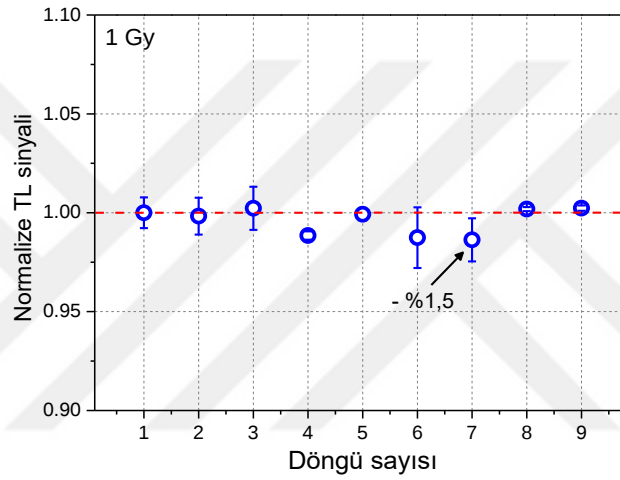
Şekil 4.24. (a) $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nun 300 °C'deki tavlama sıcaklığına göre normalize edilmiş TL sinyalinin tavlama sıcaklığı grafiği. (b) $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nun 350 °C'de, 15 dakika tavlama süresine göre normalize edilmiş TL sinyalinin tavlama süresi grafiği.

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin tavlama koşulunun zaman parametresini belirlemek için Bölüm 3.2.5.1.2.2'de verilen protokol uygulanmıştır. Şekil 4.24b'de $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin 350 °C sinterleme sıcaklığında önceden belirlenen sinterleme sürelerine karşı grafiği görülmektedir. Malzemenin 350 °C sıcaklıkta bekleme süresi 15 ve 30 dakika olduğunda TL sinyalinde önemli ölçüde kayıp olmazken 45 dakika sinteleme süresinde %10'luk bir azalma kaydedilmiştir. Grafikte 30 dakika sonrası düşüş keskin bir biçimde olmaktadır. Tavlama süresi 15 ve 30 dakika arasında olan 25 dakika olarak alınmıştır.

Sonuç olarak $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin tavlama koşulu olarak 350 °C sıcaklığında 25 dakika olarak belirlenmiştir.

4.4.1.4. Tekrar kullanılabilirliğin test edilmesi

TL ve OSL dozimetrelerinin en önemli avantajlarından birisi de tekrar tekrar kullanılabilirleridir. İyi bir dozimetrede tekrar kullanılabilirlik ilk okumaya göre $\pm$ %5 aralığında olmalıdır (Furetta, 2010). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin tekrarlanabilirliğini belirlemek için Bölüm 3.2.5.1.3'de verilen protokol uygulanmıştır.

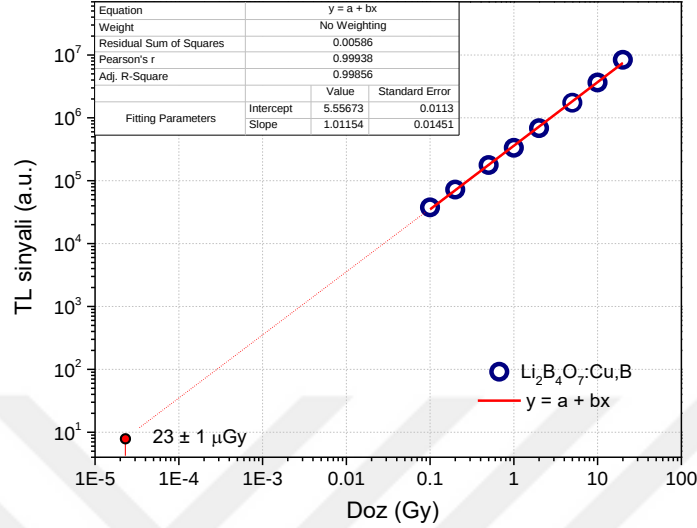


Şekil 4.25. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin ilk TL okumasına göre normalize edilen TL sinyalinin 9 döngüye kadar tekrarlanabilirlik grafiği.

Şekil 4.25, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin ilk okumaya göre normalize edilmiş TL sinyalinin deneysel döngü sayısına karşılık grafiğini göstermektedir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin TL sinyalinde 9 döngü sonunda yaklaşık %1,5 oranında sapma kaydedildi. Bu sonuç $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin mükemmel bir tekrarlanabilirliğine sahip olduğunu göstermektedir.

4.4.1.5. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin beta doz yanıtı ve MDD

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin beta doz yanıtları deneyi Bölüm 3.2.5.1.4'de verilen protokol uygulanarak yapıldı. Şekil 4.26 malzemeye verilen beta dozlarına karşı TL sinyal grafiğini göstermektedir.



Şekil 4.26. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin 0,1-20 Gy arası beta radyasyonlarına verdikleri doz-yanıt grafiği.

Doz cevabının lineer olduğu aralığı belirlemek son derece önemlidir. Çünkü doz cevabının lineer olduğu aralığın bilinmesi onun kullanım alanını belirleyen en önemli parametrelerden birisidir. Eşitlik 4.1'de verilen doğrusallık indeksi $g(D)$ denklemini kullanılarak malzemenin hangi aralıkta lineer davranış gösterdiği ve hangi aralıkta lineer altı (sublineer) ve lineer üstü (supralineer) davranış gösterdiği belirlenebilir. Eğer $g(D) = \sim 1$ ise lineer; $g(D) < \sim 1$ 'den küçük ise lineer altı ve $g(D) > \sim 1$ değerinden büyük ise de lineer üstü davranış gösterir.

$$g(D) = \frac{DS''(D)}{S'(D)} + 1 \quad (4.1)$$

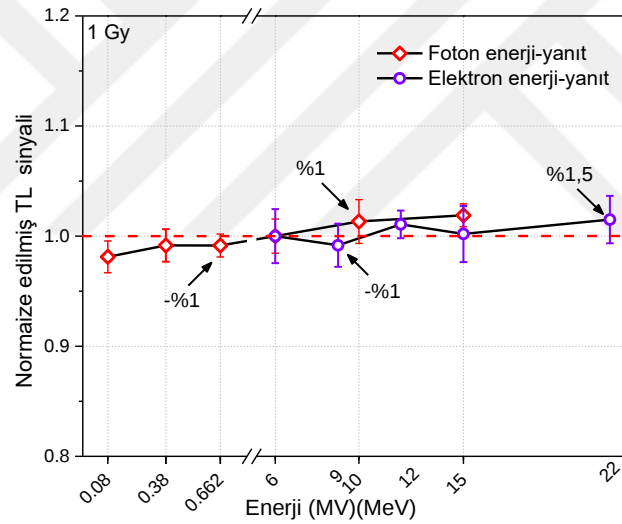
Burada, D; doz değeri; S(D): Ölçülen TL/OSL sinyalinin toplamı; $S'(D)$: birinci türevi; $S''(D)$: ikinci türevi

Eşitlik 4.1'i kullanarak $g(D)$ değeri hesaplanmıştır. Verilen doz değeri, 0.1 Gy ile 20 Gy arasında $g(D) = 1,02$ olarak belirlenmiştir ve doz cevabının lineer olduğu belirlenmiştir. Ayrıca elde edilen verilerin, lineer bir fonksiyona ($y=a+bx$)

iyi fit edilebilmiş olması da malzemenin 0,1 Gy'den 20 Gy'ye kadar lineer olduğunu desteklemiştir (Şekil 4.26). MDD değeri Eşitlik 3.1 kullanarak $\sim 23 \mu\text{Gy}$ olarak hesaplanmıştır.

4.4.1.6. Foton ve Elektron Enerji yanıtlarının belirlenmesi

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nın farklı enerjilere sahip foton ve elektronlara verdikleri enerji-yanıt deneyi Bölüm 3.2.5.1.5'de verilen protkol uygulanarak yapıldı. Fotonlar için 6 MV, elektronlar için 6 MeV'de elde edilen TL sinyallerine göre normalize edilmiş enerji cevap TL ışımlarının değişimi Şekil 4.27'de gösterilmektedir.



Şekil 4.27. Fotonlar için 6 MV, elektronlar için 6 MeV'de elde edilen TL sinyallerine göre normalize edilmiş, farklı foton ve elektron enerjilerinde elde edilen TL sinyalleri.

Yapılan ölçümlerde, düşük enerjili fotonlar için (0,08 MV-0,38MV ve 0,662 MV) 6 MV'deki foton enerjisine göre yaklaşık %1 oranında azalma kaydedildi. 10 MV'luk foton enerji değerinde yaklaşık %1'lik artış kaydedildi.

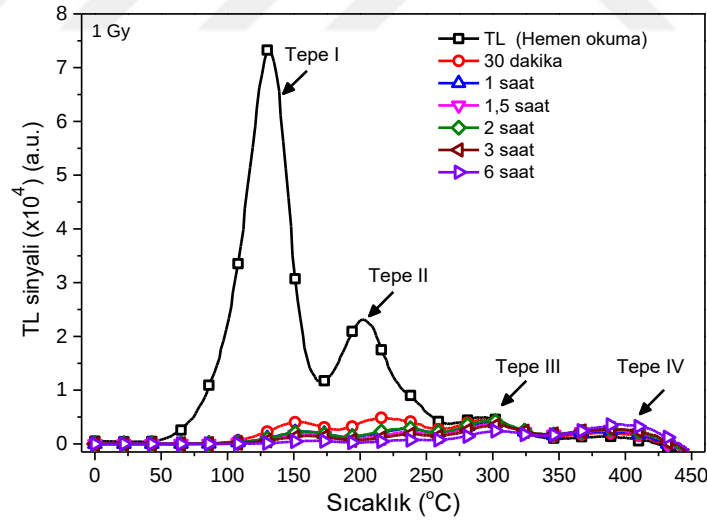
6 MeV'luk elektron enerjisine göre 9 MeV'de elde edilen sinyalde %1'lik azalma ve 22 MeV'luk elektron enerjisine göre ise %1,5'luk artış kaydedildi.

Özet olarak, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu},\text{B}$ 'nın farklı enerjilerdeki foton ve elektronlara verdikleri yanıtlar %1,5 arasında sapmaktadır. Farklı enerjilere verdiği yanıtların stabil olduğu söylenebilir. Sonuç olarak, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu},\text{B}$ malzemesinin foton ve elektron enerjilerinden bağımsız olduğu söylenilebilir.

4.4.1.7. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu},\text{B}$ 'nın sönüm çalışması

4.4.1.7.(1). Güneş ışığında sönüm çalışması

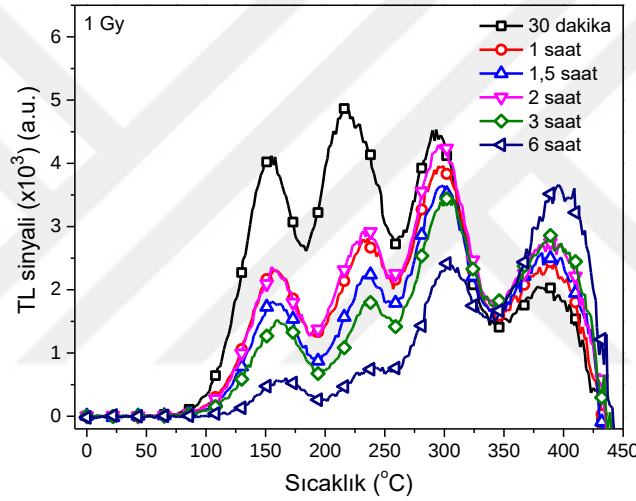
$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu},\text{B}$ 'nın gün ışığı sönüm deneyi Bölüm 3.2.5.1.6.1'de verilen protokol uygulanarak yapıldı. Şekil 4.28'de 1 Gy beta dozu ile radyasyona maruz bırakılan $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu},\text{B}$ örnekleri kapalı cam petri kabı içerisinde önceden belirlenen 0, 30 dakika, 1, 2, 3 ve 6 saat sürelerde doğrudan gün ışığına maruz bırakılıp bekleme süreleri sonunda, TL eğrileri 3 °C/s ısıtma hızı ile 450 °C'ye kadar kaydedildi.



Şekil 4.28. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu},\text{B}$ 'nin 1 Gy doz sonrası farklı sürelerde doğrudan gün ışığında farklı bekleme sürelerinin TL ışıma eğrisi üzerine etkisi.

Gün ışığı, malzemenin TL sinyalinin yaklaşık %90'nına yakın kısmını hızlı bir şekilde solmaya uğratmaktadır. Gün ışığının TL üzerindeki etkisi çok karmaşıktır. Gün ışığı, malzemenin krsitalindeki tuzaklanmış elektronları hafif bir şekilde uyarabilir enerji barındırdığı için TL eğri şeklinin değişimine sebep olabilmektedir.

İlk okuma (hemen okuma) çıkarılarak TL eğrileri tekrardan çizildi (Şekil 4.29).



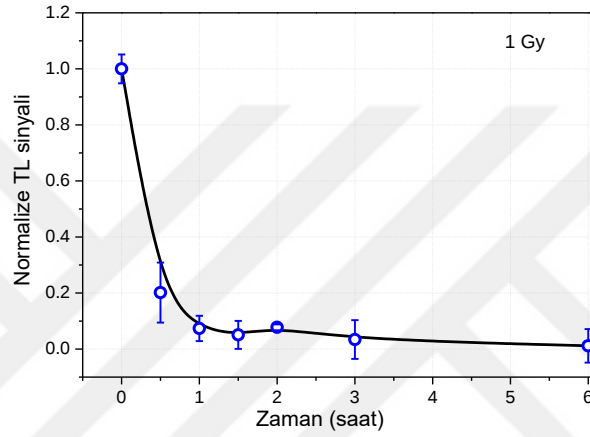
Şekil 4.29. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin gün ışığında farklı bekleme süreleri sonrasında kaydedilen TL ışıma eğrilerinin değişimi.

Şekil 4.29'daki grafiğe baktığımızda ~ 150, 240, 310 ve 400 °C TL tepeleri vardır. ~ 150, 240, 310 °C'deki TL tepelerinin sinyali, güneş ışığında bekleme süresi arttıkça azalmaktadır, fakat 400 °C'deki TL tepesinde bir dalgalanma ve düzensizlik görülmektedir.

TL tepe sinyalleri 6 saat güneş ışığına maruz bırakıldıktan sonra 150 °C'de ve 240 °C'de göreceli olarak daha düşük olan TL tepelerinin asimptotik olarak azaldığı gözlemlendi.

400 °C'deki TL tepe sinyali 6 saat sonunda artmıştır. Genelde derin tuzaklardan daha sık tuzaklara yük tranferi (fototransfer) olurken, çalıştığımız malzemede 6 saat için tam tersi bir durum olduğu kaydedildi.

Şekil 4.30, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin TL sinyalinin (198-211 °C) farklı sürelerde gün ışığındaki davranış grafiğini göstermektedir.



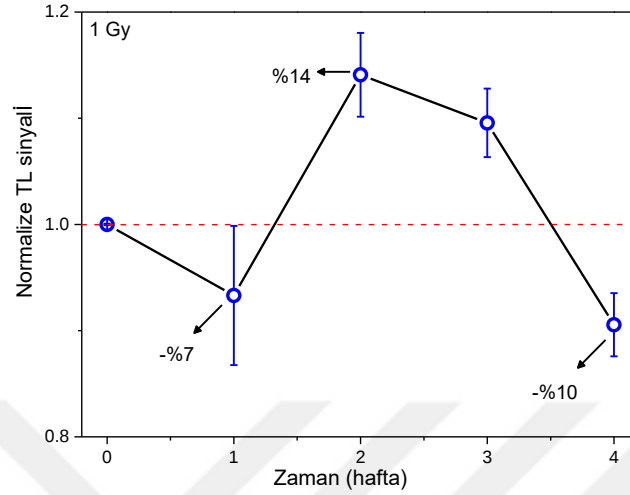
Şekil 4.30. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin TL sinyalinin ilk okumaya göre normalize edilmiş TL sinyalin farklı gün ışığında bekleme sürelerine karşı değişim grafiği.

TL tepe sinyalinin ilk 30 dakika sonunda %80'nı 6 saat sonunda da %90 oranında sinyal kaybı kaydedildi.

Sonuç olarak, gün ışığı şiddetli bir şekilde TL sinyalini azaltmıştır. Olası bir durumda ticari olarak kullanılması halinde güneş ışığından iyice korunması gerekmektedir.

4.4.1.7.(2). Karanlık ortamda sönüm çalışması

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin karanlık ortamda sönüm deneyi Bölüm 3.2.5.1.6.2'de verilen protokol uygulanarak yapıldı. Şekil 4.31 ilk okumaya göre normalize edilen TL sinyalinin, 4 haftaya kadar değişimini veren grafiği göstermektedir.



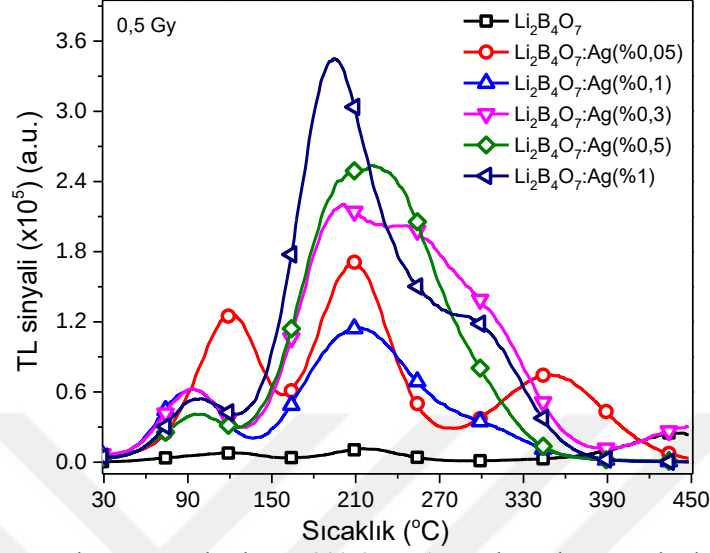
Şekil 4.31. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nın ilk okumaya göre normalize edilen TL sinyalinin zamana karşı grafiği.

Şekil 4.31'de görüldüğü gibi ilk haftada %7'lik bir azalma kaydedildi. 2. hafta sonunda %14'lük artış ve 3. Hafta sonunda %10'luk artış kaydedilirken 4. hafta sonunda ise %10'luk bir azalma kaydedildi. Bu dalgalanmaların sebebi derin tuzaklardan bir şekilde dozimetrik tuzaklara yük transferi olabilir. Solma mekanizmasının derinlemesine çalışmasına ihtiyaç vardır. Yüksek oranlarda solmaya neden olan lüminesans mekanizmasının detaylı araştırılması gerekmektedir.

4.4.2. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ malzemesinin dozimetrik karakteristikleri

4.4.2.1. Farklı konsantrasyonlarda Ag iyonunun TL ışıma eğrisi üzerine etkisi

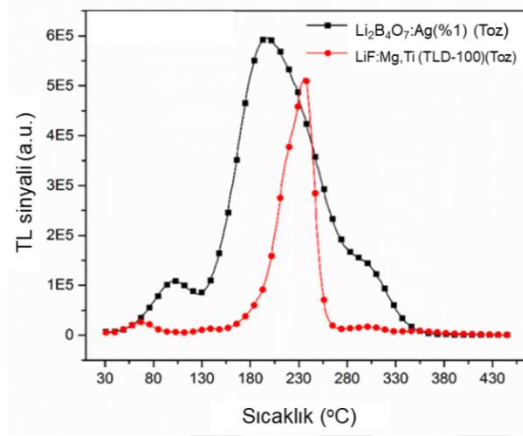
$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'a önceden belirlenen kütlece %0,05 -%1 arasında değişen beş farklı konsantrasyonda Ag katkılanarak sentezlenen $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%0,05)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%0,10)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%0,30)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%0,50)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$ ve katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ malzemelerinin TL eğrileri 0,5 Gy beta dozu sonrasında 5 °C/s ısıtma hızı ile oda sıcaklığından 450 °C'ye kadar kaydedildi (Şekil 4.32).



Şekil 4.32. Katkısız ve kütlece %0,05-%1 aralığında Ag katkılı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ malzemelerinin 0,5 Gy doz sonrası 5 °C/s ısıtma hızı ile 450 °C'ye kadar kaydedilen TL eğrileri.

Katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'ın TL eğrisi tepe maksimumları ~100, 200, 280 ve 400 °C'de konumlanmış dört farklı düşük sinyalli TL tepelerinden oluşmaktadır. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'ın TL ışıma eğrisinin şekli ve malzemenin hasasiyeti gümüş iyonu katkılanmasıyla değişmektedir. Yapılan çalışmada, TL eğrileri arasında $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$ için en yüksek TL sinyali kaydedilmiştir (Şekil 4.32). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$ 'in ~ 100 °C'deki düşük sıcaklık TL tepesi bir kaç saat içerisinde sönümlenir. Bu yüzden dozimetre araştırmalarında düşük sıcaklık tepesi kullanılmamaktadır. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$ 'in ~ 200 °C'deki TL tepesi dozimetrik eğri olarak kullanılabilir. Malzemenin ~300 °C'de bulunan diğer TL tepesi göreceli olarak en kararlı tepedir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$ 'in ~ 200 °C'deki TL tepe sinyali katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'ınkine kıyasla ~30 kat daha yüksektir.

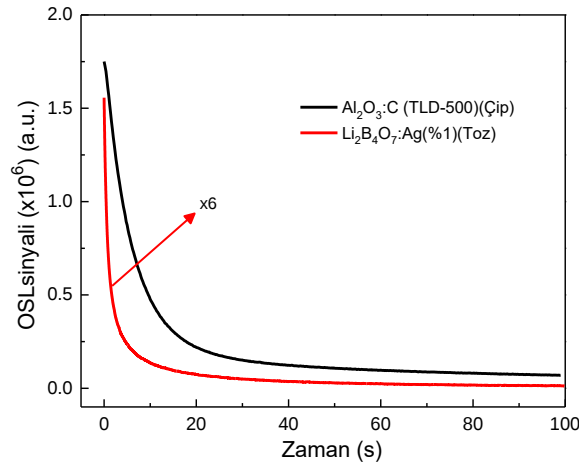
Bu çalışmada, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$ 'in TL eğrisi aynı ağırlıkta alınan toz halindeki LiF:Mg,Ti (TLD 100)'ün TL eğrisi ile karşılaştırılmıştır (Şekil 4.33). TL eğrileri Hoya U-340 filtresi kullanılarak aynı koşullarda 1 Gy beta doz sonrası 5 °C/s ısıtma hızıyla 450 °C'ye kadar kaydedilmiştir.



Şekil 4.33. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$ ve toz halinde $\text{LiF}:\text{Mg},\text{Ti}$ (TLD-100) malzemelerin 1 Gy doz sonrası TL ısıma eğrilerinin karşılaştırılması.

4.4.2.1.(1). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}'$ ün OSL sönüm eğrisi

Aynı ağırlıkta alınan $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$ 'in ve çip $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ (TLD-500)'ün OSL sönüm eğrileri 1 Gy beta doz sonrası 110 °C, 10 s ile ön ısıtma işleminden sonra 100 s süre boyunca mavi ışık uyarımı yapıp aynı anda kaydedildi (Şekil 4.34).



Şekil 4.34. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$ ve çip $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ (TLD-500) malzemelerin 1 Gy doz sonrası 110 °C ön ısıtma işleminden sonra mavi ışık uyarımıyla kaydedilen OSL sönüm eğrileri.

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün OSL sönüm eğrisinin maksimum sinyal yoğunluğu TLD-500'üne göre ~6 kat daha düşük bir değere sahiptir. Buna rağmen, Bölüm 4.4.2.1'de verilen $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$ 'in TLD-100 ile TL ışıma eğrisi ve TLD-500 ile OSL sönüm eğrisi karşılaştırılmalarının göreceli olduğu söylenebilir. Bunun sebepleri:

- Birinin toz diğerinin çip halinde olması,
- Malzemelerin farklı optik geçirgenlik özelliklerine sahip olması,
- $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ çiplerinin $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ye göre (daha) saydam olması.
- $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{C}$ (TLD-500) çipi göreceli olarak küçüktür ve çip detektörü ~12 mg ağırlığındadır fakat malzeme plastik bağlayıcı(lar) kullanılarak çip haline getirilmiştir.
- Beta kaynağı tarafından TLD-500'e verilen ortalama dozun çip kalınlığından dolayı biraz farklılık göstermesi.
- Okuyucu cihazının her iki malzemenin TL/OSL okumaları için uyarım dalga boyu bakımından optimize edilmemesi.
- Uyarım dalga boyu ışığına bağlı olarak malzemelerin verdiği emisyon spektrumlarının farklı olması.

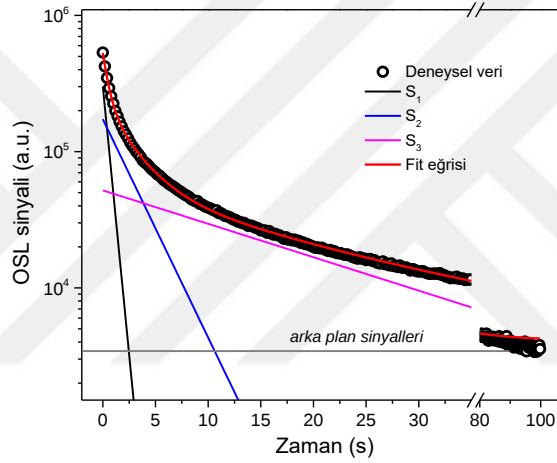
4.4.2.1.(2). OSL sönüm eğrisini bileşenlerine ayrıştırılması

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$ 'ün OSL sönüm eğrisinin analizi için "Origin 9" programı yardımıyla en uygun üstel fonsiyonlara fit denemeleri yapıldı. Bunun sonucunda Denklem 4.2'de verilen 3 bileşenli üstel azalan fonksiyona en iyi şekilde fit edilebildi.

$$y = y_0 + A_1 \exp\left(-\frac{t}{\tau_1}\right) + A_2 \exp\left(-\frac{t}{\tau_2}\right) + A_3 \exp\left(-\frac{t}{\tau_3}\right) \quad (4.2)$$

Burada y_0 : Arka plan sinyalleri olarak eklenen sabit bir değer; t : Zaman; $\tau_{1,2,3}$: Yaşam ömürleri; $A_{1,2,3}$: Şiddet genlik.

Şekil 4.35’de, Eşitlik 4.2’de verilen fonksiyona fit edilmiş $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$ ’in OSL sönüm eğrisi verilmektedir. OSL sönüm eğrisinin fit edilmesi sonucu fit parametrelerinden yaşam ömür (life-time) süreleri $\tau_1 = 0,55$ s; $\tau_2 = 2,70$ s ve $\tau_3 = 17,60$ s olarak belirlendi. Bunlar sırasıyla hızlı bileşen, orta bileşen ve yavaş bileşenlere karşılık gelmektedir. Gerekli bileşen sayısı, kaç grup tuzaklama merkezinin OSL sürecine dahil olduğuna, uyarım spektrumuna, kusurların dalga boyuna, foto-iyonizasyon tesir kesiti gibi parametrelere bağlıdır.



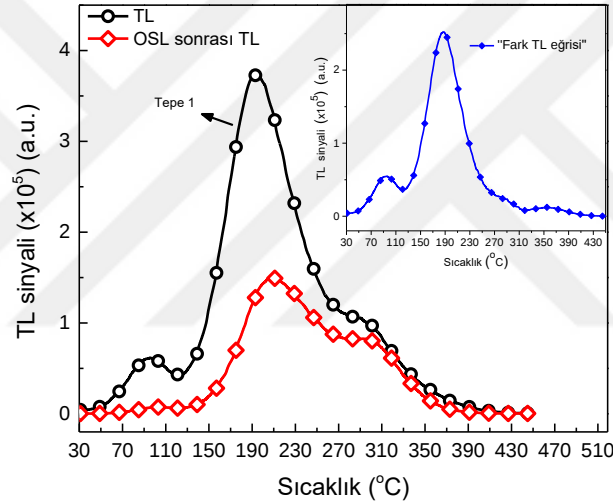
Şekil 4.35. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ ’ün OSL sönüm eğrisinin üç bileşenli üstel azalan fonksiyona fit edilmesiyle elde edilen OSL bileşenleri.

4.4.2.2. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ malzemesinin ön ısıtma sıcaklığının belirlenmesi ve OSL’den sorumlu TL tuzaklarının çalışılması

Ön ısıtma (preheat) deneyi genellikle malzemenin ısısal (termal) kararlılığını ve OSL sinyalinden sorumlu TL tuzak kaynağını belirlemek için uygulanmaktadır. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ ’ün TL eğrisi 0,5 Gy beta dozu sonrası 2 °C/s ısıtma hızı ile 450 °C’ye kadar kaydedildi. Malzemede arta kalan doz boş TL okuması ile silindi. Malzeme 0,5 Gy doza maruz bırakıldıktan sonra OSL okuması 200 s süre ile yapıldı. Ve hemen ardından TL eğrisi aynı koşullar altında kaydedildi (OSL

sonrası TL). Malzemenin TL eğrisi ile “OSL sonrası TL” eğrileri karşılaştırıldı. Bu eğriler (TL -OSL sonrası TL) birbirinden çıkarılarak “Fark TL eğrisi” oluşturuldu. Grafik içerisinde $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ ’ün TL eğrisi ve “OSL sonrası TL” eğrisi karşılaştırmalarını ve içteki grafik ise “Fark TL eğrisi” grafiğini göstermektedir (Şekil 4.36).

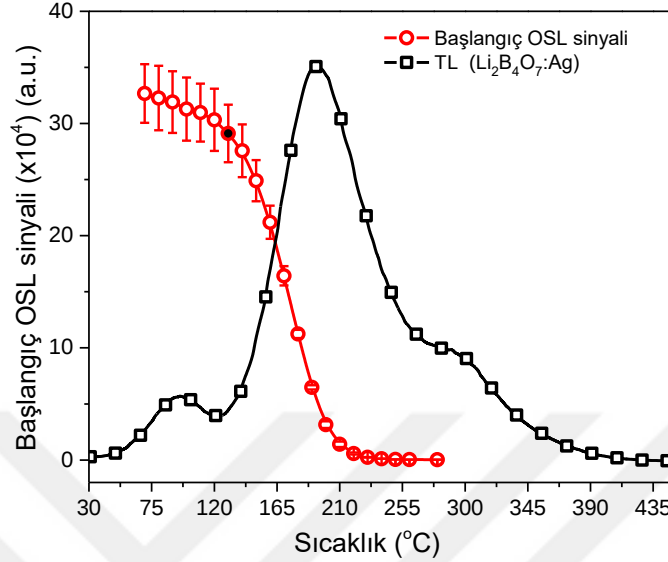
$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ ’ün ~ 95 °C’deki TL tepe sinyali “OSL sonrası TL” ölçümünden sonra neredeyse tamamen silinirken ~ 200 °C ve 290 °C’deki TL tepeleri kısmen etkilenmiştir.



Şekil 4.36. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ ’ün 1 Gy doz sonrası kaydedilen TL eğrisi ile 1 Gy doz sonrası 100 s süre ile OSL okuması ardından kaydedilen “OSL sonrası TL” eğrisi karşılaştırmaları, (İç grafik; “Fark TL eğrisi”(TL- “OSL sonrası TL”))

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ ’ün ön ısıtma sıcaklığını belirlemek için Bölüm 3.2.5.2.1.1’de verilen protokol uygulandı.

Şekil 4.37’de TL eğrisi ile OSL sinyal maksimumunun önceden belirlenen ön ısıtma sıcaklıklarına karşı değişimi verilmektedir.



Şekil 4.37. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün TL eğrisi ile OSL sinyal maksimumunun ön ısıtma sıcaklığına karşı değişim grafiği.

Şekil 4.37'deki grafiğe göre 50-110 °C arası sıcaklık bölgesinde %1-2'lik bir azalma olduğu kaydedildi. Bu azalmanın sebebi 50-110 °C arasında TL sinyalinden sorumlu “tuzak” gruplarının aynı zamanda OSL'ye de hasas olmasıdır (ortak TL-OSL tuzakları) (Şekil 4.36). Başka bir sebebi de düşük sıcaklık TL eğrisinin solmadan dolayı azalmış olabileceğidir.

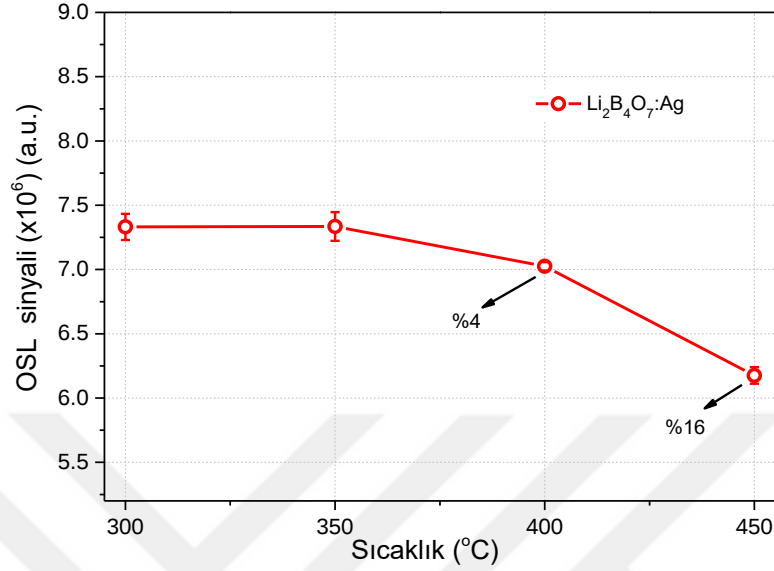
Grafikte, 110-200 °C'ye kadar olan bölgede keskin bir azalma kaydedildi. Bu keskin düşüşün sebebi bu sıcaklık aralığında (110-200 °C) en azından mavi ışığa hasas ($\lambda=470 \pm 20$ nm) OSL'den sorumlu TL tuzaklarının olması ve malzemeden kaydedilen OSL sinyalinin büyük bir çoğunluğunun da bu sıcaklık aralığında “tuzak” gruplarından kaynaklanması olarak açıklanabilir. Grafikte 210 °C'den sonra OSL sinyali neredeyse alınmamıştır. TL eğrisinde 210 °C'den sonra en azından mavi ışığa hassas OSL'den sorumlu TL tuzaklarının olmadığını söyleyebiliriz. Fakat Şekil 4.36'da 290 °C tepenin OSL sonrası TL eğrisinde azalma kaydedilmiştir. Bu azalmanın sebebi ya ışımasız geçiş gerçekleşmesi yada

uyarımdan kaynaklı emisyonunun (o tuzak grubu için) Hoya U-340 filtresinin algılayamayacağı aralıklarda yayılım vermesidir.

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ 'ün ön ısıtma sıcaklığı olarak stabil bölgede olan 110 °C alınmıştır.

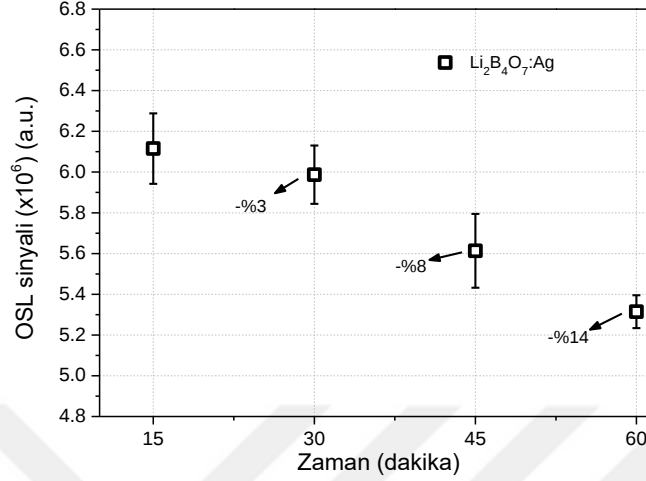
4.4.2.3. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ 'ün tavlama koşulunun belirlenmesi

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ 'ün tavlama koşulunun sıcaklık parametresini belirlemek için Bölüm 3.2.5.2.2.1'de verilen protokol uygulandı. Şekil 4.38'de $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ 'ün OSL sinyalinin tavlama sıcaklığına karşı grafiğini göstermektedir. Grafikte 350 °C'ye kadar tavlama sıcaklığının OSL sinyalinde önemli ölçüde değişikliğe neden olmadığı kaydedildi. Malzeme 400 °C ve 450 °C tavlendiğinde OSL sinyalinde 300 °C'deki tavlama sıcaklığına göre sırasıyla %4 ve %16'lık azalma olduğu kaydedildi. Malzemenin OSL sinyali 300 ve 350 °C'de stabildir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}$ 'ün tavlama sıcaklığını 350 °C olarak seçilmiştir. Tavlama sıcaklığı 350 °C alınmasının sebebi o sıcaklık bölgesinde tuzakların bulunması (TL eğrisi-Şekil 4.37) ve olası yüksek doz çalışması ardından malzemede arta kalan sinyali silebilecek bir sıcaklık (300 °C'ye göre) olmasıdır.



Şekil 4.38. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün tavlama koşulunun sıcaklık parametresini belirlemek amacıyla önceden belirlenen tavlama sıcaklıklarında ısıtılma işlemi bırakılan $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün 0,2 Gy doz sonrası OSL sinyalinin tavlama sıcaklığına karşı grafiği.

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün tavlama koşulunun zaman parametresini belirlemek için Bölüm 3.2.5.2.2.2'de verilen protokol uygulandı. Şekil 4.39 $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün OSL sinyalinin (350 °C'de tavlama sıcaklığında) önceden belirlenen tavlama sürelerine karşı grafiğini göstermektedir. Grafikte görüldüğü gibi tavlama süresi malzemenin OSL sinyalini etkilemektedir. Malzeme 350 °C'de sırasıyla 30, 45 ve 60 dakika süre boyunca tavlандığında OSL sinyalinde sırasıyla %3, %8 ve %14'lük azalma olduğu kaydedildi. Malzemenin tavlama süresi (350 °C için) OSL sinyalinin önemli ölçüde kayıp olmadığı bölge olan 25 dakika olarak seçilmiştir.



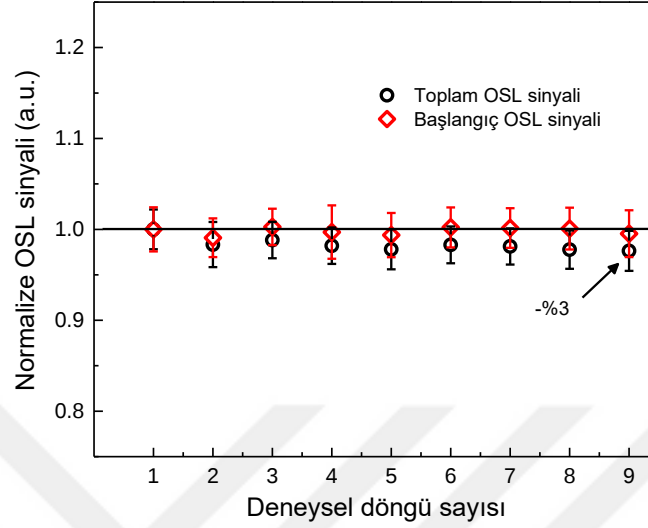
Şekil 4.39. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün 350 °C sıcaklıkta önceden belirlenen tavlama süreleri ardından kaydedilen OSL sinyali.

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün tavlama koşulu 350 °C sıcaklıkta 25 dakika olarak belirlenmiştir.

Malzemenin TL eğrisine baktığımızda >350 °C'de üzerinde TL tepeleri vardır (Şekil 4.36). Tavlama koşullarının 350 °C'de 25 dakika olarak alınması malzemedeki TL tuzaklarına (>350 °C) etki edebilecek bir seçimdir.

4.4.2.5. Tekrarlanabilirliğin test edilmesi

Bölüm 3.2.5.2.3.1.'de verilen protokol uygulanarak $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün beta dozlarına tekrarlanabilirlik testi deneyi yapıldı. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün hem maksimum OSL sinyal şiddeti hem de toplam OSL sinyali ilk okumaya göre normalize edilerek deneysel döngü sayısına karşılık grafikleri çizildi (Şekil 4.40).

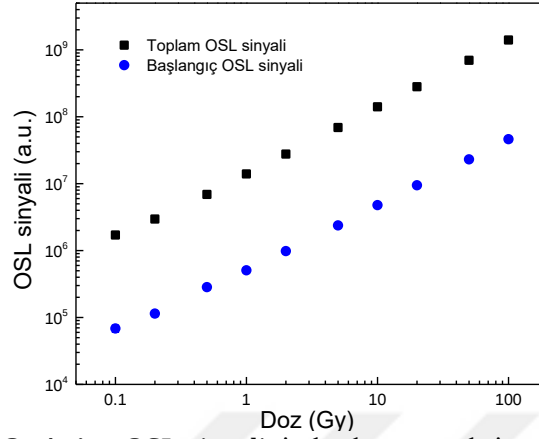


Şekil 4.40. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün toplam OSL sinyalinin ve OSL sinyal maksimumunun ilk okumaya göre normalize edilerek deneysel döngü sayısına karşı grafikleri.

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ için hem toplam OSL sinyaline hem de başlangıçtaki maksimum OSL sinyaline göre 9. okuma sonunda sırasıyla %3 ve %1 sapma kaydedildi. Buna göre, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ malzemesinin iyi bir tekrarlanabilirliğe sahip olduğunu söyleyebiliriz.

4.4.2.6. Beta doz yanıtları ve MDD

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün beta doz yanıtları testi Bölüm 3.2.5.2.4.1.'de verilen deney protokolü uygulanarak yapıldı. Şekil 4.41'de toplam OSL sinyalinin ve başlangıç OSL sinyalinin beta dozlarına karşı doz-yanıt grafiği görülmektedir.

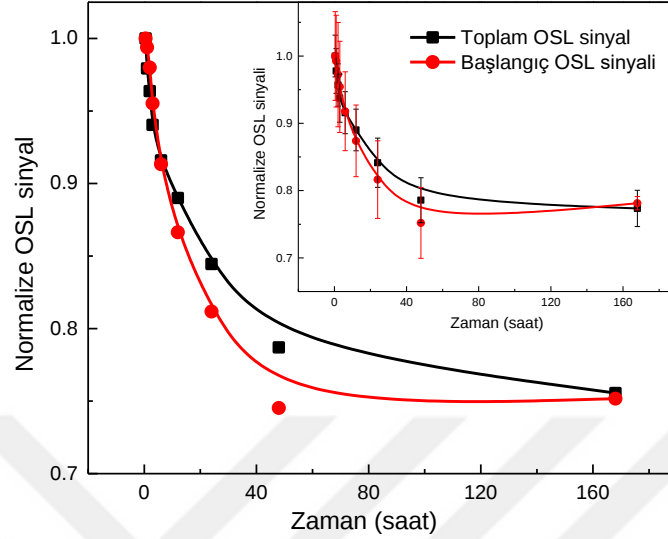


Şekil 4. 41. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün OSL sinyalinin başlangıç maksimum değeri ve toplam OSL sinyali için hesap yapıldığına göre 0,1 ila 100 Gy beta doz aralığında verdiği doz-yanıt grafikleri.

Malzemenin hangi aralıkta lineer davranış gösterdiği Denklem 4.1'de verilen doğrusallık indeksi $g(D)$ ifadesi kullanılarak hesaplandı. 0,1 -0,3 Gy arasında $g(D) < 0,980$ ile lineer altı; 0,3-6 Gy arasında $0,980 < g(D) < 0,999$ lineer olma eğiliminde ve malzemenin lineer olduğu doz aralığı 6,7 - 100 Gy arasındadır ve $g(D)$ değeri $0,9990 < g(D) < 0,9999$ aralığında değişmektedir. Malzeme geniş bir aralıkta lineer doz-yanıt cevabına sahiptir.

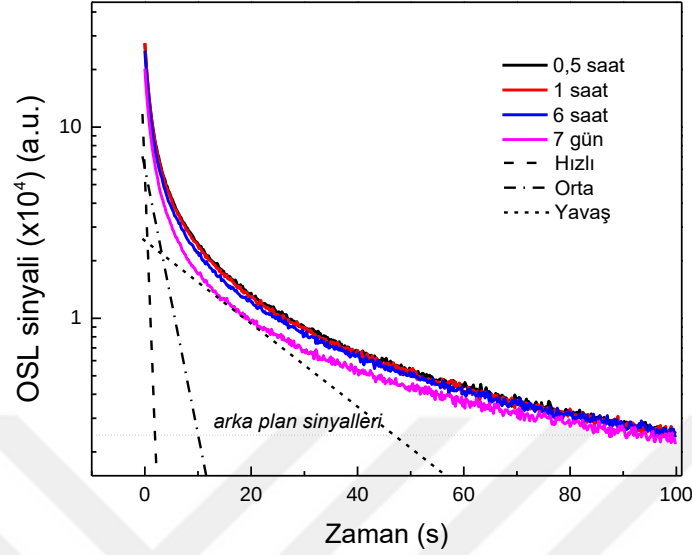
4.4.2.7. Sönüm çalışması

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün karanlık ortamda solma deneyi bölüm 3.2.5.2.6.1'de verilen deney protokolü uygulanarak yapıldı. Şekil 4.42'de OSL sinyal maksimumu (0-1 s arasındaki veri toplamı) ile toplam OSL alanı (0-200 s arasındaki veri toplamı) alınarak ilk okumaya göre normalize edilmiş OSL sinyalinin önceden belirlenen sürelerle karşı grafiği görülmektedir. Şekil 4.42'nin içteki grafiği ise sönüm deneyinde kullanılan üç örneğin standart sapmaları ile birlikte verildiği bir grafiklerdir.



Şekil 4.42. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün ilk okumaya göre normalize edilmiş OSL sinyalinin önceden belirlenen süreler karşı grafiği.

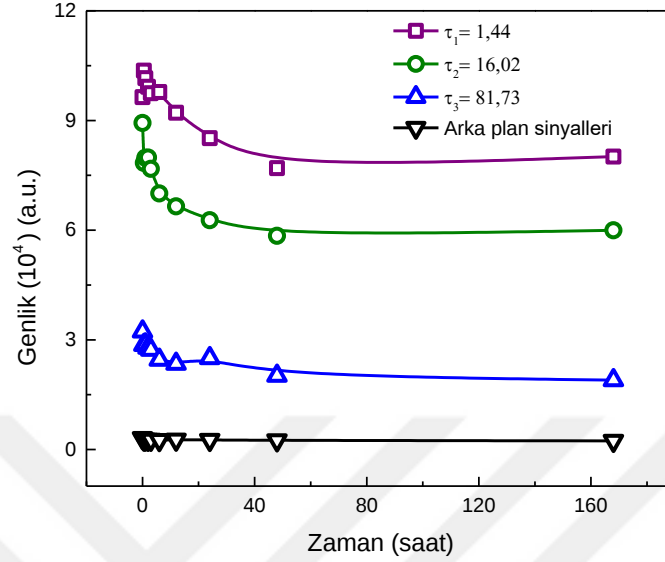
Grafiğe göre ilk 168 saatte hem başlangıç OSL sinyallerinde, hem de toplam OSL sinyallerinde yaklaşık %25'lik bir kaybın olduğu görülmektedir. Azalmanın sebebi $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün 100 °C TL tuzaklarının boşalması ve sığ (kararsız) tuzaklarda meydana gelen kayıpların olması diye belirtilebilir. İlk 48 saatlik OSL sinyallerindeki değişime bakacak olursak, başlangıç OSL sinyal şiddetinin yaklaşık %21, toplam OSL sinyalinin de yaklaşık %25'lik bir kaybı olduğu görülmektedir. Başlangıç OSL sinyali daha hızlı bir şekilde azalmaktadır. Bunun olası sebebi ise OSL'ye katkı sağlayan sığ TL tuzaklarındaki hızlı yaşam sürelerine sahip OSL bileşenlerinden kaynaklı olabilir. Bunu test etmek amacıyla $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ OSL solma karakteristiği aynı zamanda OSL sönüm eğrilerini fit yaparak da çalışılmıştır. Şekil 4.43'de önceden belirlenen süreler sonunda kaydedilen OSL eğrileri, Denklem 4.3'ü kullanılarak 3 bileşene fit edilebildi. Her bir OSL sönüm eğrisi için fit değerlerine karşılık gelen hızlı, orta ve yavaş yaşam ömürleri belirlendi.



Şekil 4.43. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün farklı süreler sonunda OSL sönüm eğrisinin fit işlemeleri sonucu bileşenlere ayrılmış şekli.

Farklı karanlıkta bekleme süreleri sonucunda, OSL sönümünü fit eğrisinden belirlenen yaşam ömürleri sırasıyla $0,63 \pm 0,04$; $3,21 \pm 0,09$; ve $20,83 \pm 0,61$ s'dir.

Şekil 4.44'de önceden belirlenen solma süreleri sonunda kaydedilen her bir OSL sönüm eğrisinin Denklem 4.3'te verilen eşitliğe fit edilmesi ile elde edilen hızlı, orta ve yavaş bileşenlerinin yaşam ömürlerinin solma sürelerine karşı değişimleri gösterilmektedir.



Şekil 4.44. Hızlı, orta ve yavaş bileşenlerin yaşam ömürlerinin solma sürelerine karşı değişimleri.

Her bir hızlı, orta ve yavaş bileşen beklenildiği gibi zamanla üstel azalan bir biçimdedir.

4.4.3. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ malzemesinin dozimetrik karakteristikleri

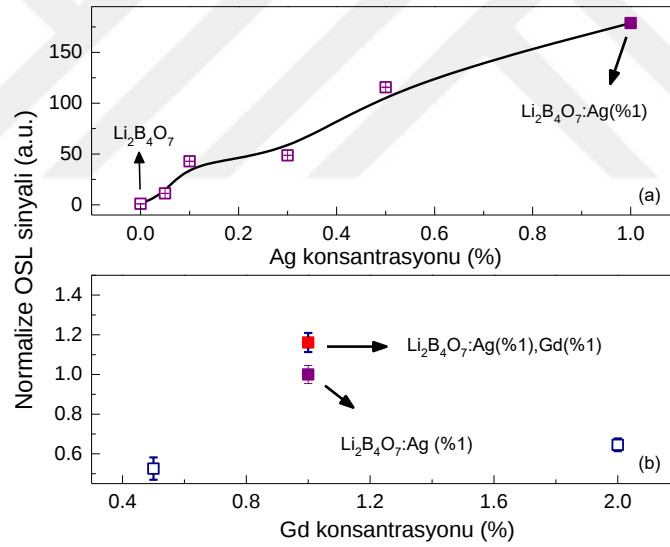
4.4.3.1. Farklı konsantrasyonlarda Ag ve Gd iyon katkılı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'ın OSL sinyali üzerine etkisi

Şekil 4.45a'da katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ve önceden belirlenen kütlece %0,05 -%1 arasında değişen beş farklı konsantrasyonda Ag katkılanarak sentezlenen $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}(\%0,05)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}(\%0,10)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}(\%0,30)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}(\%0,50)$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}(\%1)$ malzemelerinin OSL sönüm eğrileri 1 Gy beta doz sonrası 200 s süre mavi ışık verilerek uyarılmış ve bu sırada kaydedilmiştir. Şekil 4.45a'da $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'ın OSL sinyal maksimumuna göre normalize edilmiş OSL şiddetlerinin katkılanan gümüş konsantrasyonlarına göre değişimi görülmektedir.

Şekilden de görüldüğü gibi OSL sinyallerinin artan gümüş konsantrasyonu ile arttığı açıkça görülmektedir. En yüksek OSL sinyali $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag}(\%1)$

malzemesinden elde edilmiştir (Şekil 4.45a, Bölüm 4.1). Şekil 4.45b’de ise $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$ ’nin normalize edilmiş OSL sinyal maksimumuna göre $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1),\text{Gd}(\%0,5)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1),\text{Gd}(\%1)$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1),\text{Gd}(\%2)$ malzemelerinin OSL sinyalleri ile bir karşılaştırması verilmektedir.

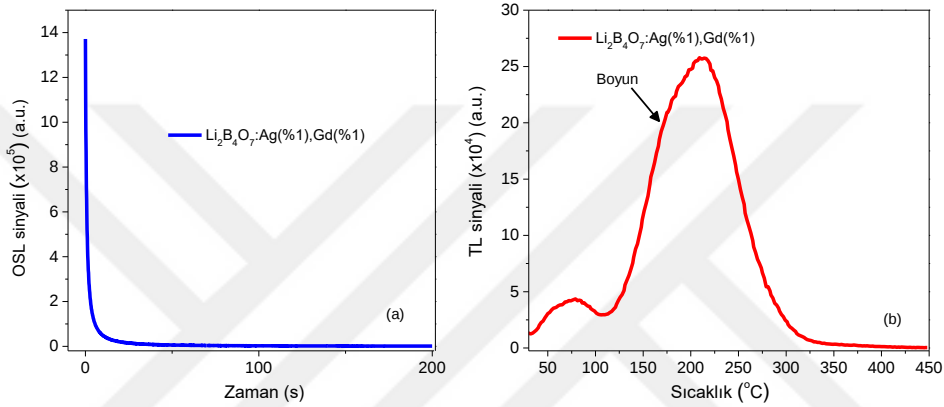
Katkılı malzemelerin OSL sönüm eğrileri 0,2 Gy doz sonrası 120 °C, 10 s süre ile ön ısıtma işleminden sonra mavi ışık uyarımı altında 200 s süre ile kaydedildi. Şekil 4.45b’de verilen grafikte $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$ malzemesinin OSL sinyal maksimumuna göre $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1),\text{Gd}(0,5)$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1),\text{Gd}(\%2)$ malzemelerinin sırasıyla %40 ve % 50 oranında azaldığı görülmektedir . Sadece $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1),\text{Gd}(\%1)$ ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag},\text{Gd}$) malzemesinde %16 oranında sinyal artışı kaydedilmiştir.



Şekil 4.45. (a) Kütlece % 0,05-% 1 arasındaki Ag katkısının katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ’ın OSL başlangıç sinyaline göre normalize edilen OSL sinyallerine etkisi. (b) $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$ ’in OSL sinyal maksimumuna göre normalize edilen sinyalinin % 0,5, 1 ve % 2 oranında Gd katkısı nedeniyle değişimi.

4.4.3.2. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag},\text{Gd}$ 'un OSL sinyali ve TL eğrisi

Şekil 4.46a $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag},\text{Gd}$ 'un 0,2 Gy beta dozu sonrasında, 120 °C, 10 s ön ısıtma ile kaydedilen OSL sönüm eğrisini göstermektedir. Şekil 4.46b'de ise aynı malzemenin 0,2 Gy beta doz sonrasında 2 °C/s ısıtma hızıyla 450 °C'ye kadar kaydedilen TL eğrisi görülmektedir.



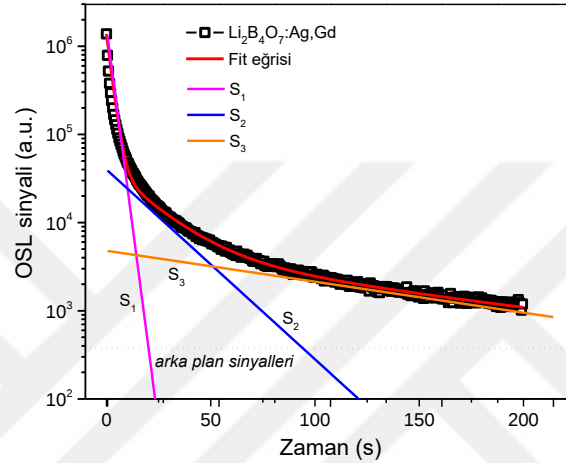
Şekil 4.46. (a) $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag},\text{Gd}$ 'un 0,2 Gy beta dozu sonrası 120 °C, 10 s ön ısıtmayla kaydedilen OSL sönüm eğrisi (b) $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag},\text{Gd}$ 'un 0,2 Gy beta doz sonrasında 2 °C/s ısıtma hızıyla 450 °C'ye kadar kaydedilen TL ısıtma eğrisi.

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag},\text{Gd}$ OSL eğrisinin analizi için Origin 9 programı yardımıyla uygun üstel fonsiyonlara fit denemeleri yapıldı. En iyi, Eşitlik 4.3'de verilen 3 bileşenli üstel azalan fonksiyona fit edilebildi.

$$y = y_0 + A_1 \exp\left(-\frac{t}{\tau_1}\right) + A_2 \exp\left(-\frac{t}{\tau_2}\right) + A_3 \exp\left(-\frac{t}{\tau_3}\right) \quad (4.3)$$

Burada y_0 : Arka plan sinyalleri olarak eklenen sabit bir değer; t : Zaman; $\tau_{1,2,3}$: Yaşam ömürleri; $A_{1,2,3}$: Şiddet genlik.

Şekil 4.47, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un OSL bileşen sayısını göstermektedir. Fit parametrelerinden yaşam-ömür (life time) süreleri $\tau_1=2,25$; $\tau_2=18,87$ ve $\tau_3=115,87$ s olarak belirlenmiştir. Bunlar sırasıyla hızlı bileşen, orta bileşen ve yavaş bileşenlere karşılık gelmektedir.



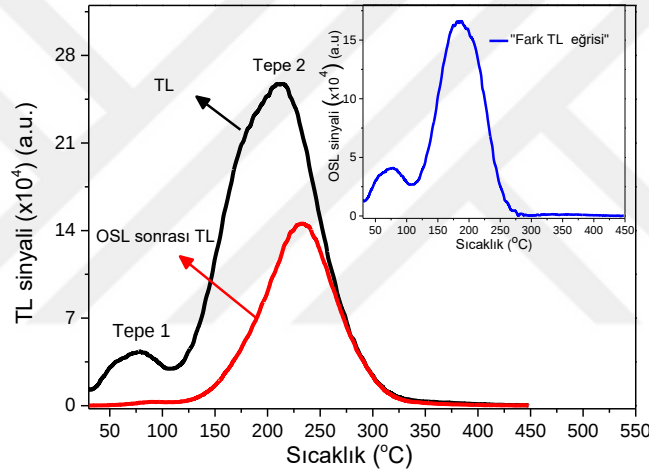
Şekil 4.47. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un OSL sönüm eğrisinin üç bileşenli üstel azalan fonksiyona fit edilmesiyle elde edilen OSL bileşenleri.

Şekil 4.46b'de verilen $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un TL ısıtma eğrisi 80 °C'de (TL Tepe 1) düşük sıcaklık TL tepesi ve 210 °C'de (TL Tepe 2) konumlanan TL tepelerinden oluşmaktadır. Düşük sıcaklık TL tepesi dozimetrik araştırmalarda kullanılması yüksek oranda solmadan dolayı uygun değildir. Malzemenin ana dozimetrik TL tepesi olarak 210 °C'deki TL tepesi alınabilir. Ana dozimetrik TL tepesi en az iki TL tepesinden oluşmaktadır ve kompleks bir TL tepesidir (Tepede, 170 °C'de bir boyun bölgesi mevcuttur).

4.4.3.3. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag, Gd}$ malzemesinin ön ısıtma sıcaklığının belirlenmesi

Ön ısıtma deneyi genellikle malzemenin ısısal kararlılığını ve OSL sinyalinden sorumlu TL “tuzak” grup kaynağını belirlemek için uygulanmaktadır. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un TL eğrisi örnek, 0,2 Gy beta dozu sonrası 2 °C/s ısıtma hızı ile

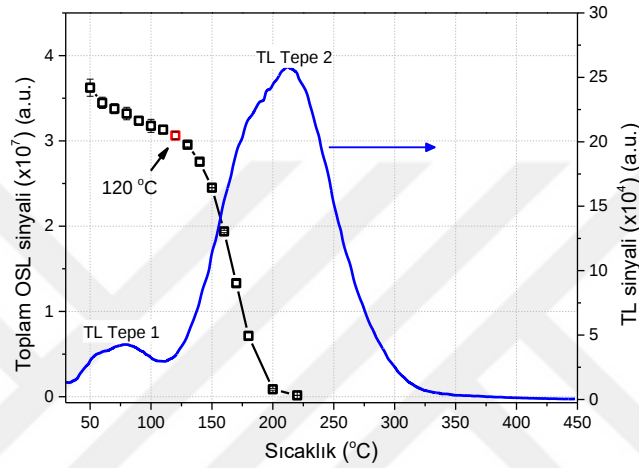
450 °C'ye kadar ısıtılarak kaydedildi. Kristal bünyesinde arta kalan dozu silmek için ölçümün ardından boş TL okuması yapıldı. Tekrardan aynı örneğin OSL okuması 0,2 Gy doz sonrası mavi ışık altında 200 s süre ile yapıldıktan hemen sonra TL eğrisi 2 °C/s ısıtma hızı ile kaydedildi (OSL sonrası TL). TL eğrisi ile “OSL sonrası TL” eğrileri karşılaştırıldı. Bu eğriler (TL- ‘OSL sonrası TL’) birbirinden çıkarılarak “Fark TL eğrisi” oluşturuldu. Grafik içerisinde Şekil 4.48’de $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag},\text{Gd}$ ’un TL eğrisi ve “OSL sonrası TL” eğrisinin karşılaştırmaları ve içindeki grafikte ise “Fark TL eğrisi” görülmektedir.



Şekil 4.48. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag},\text{Gd}$ ’un 0,2 Gy doz sonrası kaydedilen TL eğrisi ile 0,2 Gy doz sonrası 200 s süre ile mavi ışık ile uyarma sonrasında kaydedilen OSL okuması ardından kaydedilen “OSL sonrası TL” ve TL eğrisi karşılaştırmaları, (İç grafik; “Fark TL eğrisi”(TL- “OSL sonrası TL”).

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag},\text{Gd}$ ’un ~80 °C’deki (TL Tepe 1) tepe sinyalinin “OSL sonrası TL” ölçümünden sonra neredeyse tamamı silinirken ~210 °C’deki tepenin (TL Tepe 2) kısmen etkilendiği kaydedildi. Her iki TL tepesinin de mavi ışığa hassas ($\lambda=470\pm20$ nm) olan OSL’den sorumlu TL tuzaklarıyla ilgili (Ortak TL-OSL tuzak) olduğunu söyleyebiliriz.

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag},\text{Gd}$ 'un ön ısıtma sıcaklığını belirlemek için Bölüm 3.2.5.2.1.2'de verilen protokol uygulandı. Şekil 4.49 $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag},\text{Gd}$ 'un TL eğrisi ile toplam OSL sinyalinin ön ısıtma sıcaklıklarına karşı değişim grafiğini göstermektedir.



Şekil 4.49. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag},\text{Gd}$ 'un TL eğrisi ve toplam OSL sinyal alanının ön ısıtma sıcaklığına karşı grafiği.

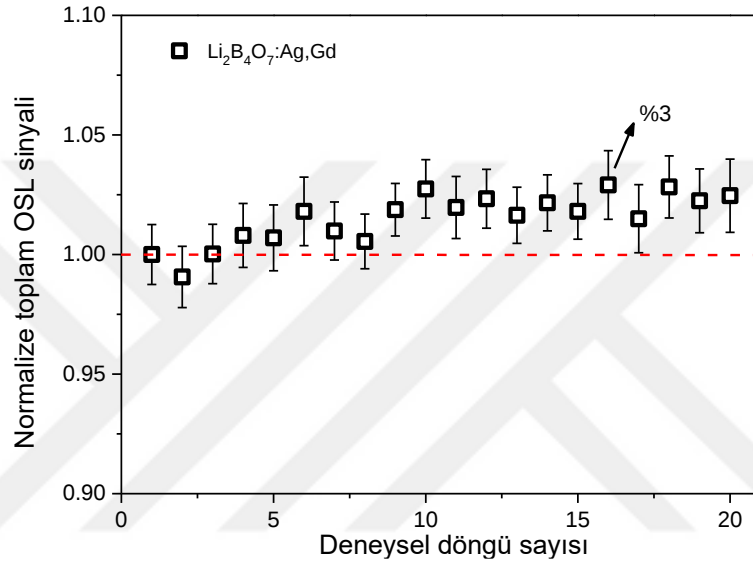
Şekil 4.49'de verilen grafiğe göre 50-120 °C arası sıcaklık bölgesinde yaklaşık %3'lük azalma kaydedilmiştir. Bu azalmanın sebebi düşük sıcaklık bölgesindeki TL tuzaklarının mavi ışığa hassas tuzaklarının olmasının yanı sıra düşük sıcaklık bölgesindeki TL tuzakların düşük sıcaklıklarda yüksek solma karakterine sahip olmasıdır (Şekil 4.48).

Grafikte 120-200 °C'ye kadar olan bölgede keskin bir azalma olduğu kaydedildi. Bu keskin düşüşün sebebi bu sıcaklık aralığında OSL'den sorumlu TL "tuzak" gruplarının olması ve malzemeden kaydedilen OSL sinyalinin büyük bir çoğunluğunun bu sıcaklık aralığındaki "tuzak" gruplarından kaynaklanmasıdır. Grafikte 210 °C sıcaklıktan sonra OSL sinyali alınamamıştır.

Bu çalışmada, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag},\text{Gd}$ 'un ön ısıtma sıcaklığı stabil bölge olan 120 °C olarak alınmıştır.

4.4.3.4. Tekrarlanabilirliğin test edilmesi

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un tekrarlanabilirlik deneyi için bölüm 3.2.5.2.3.2'de verilen protokol uygulandı. Şekil 4.50 ilk OSL okumasına göre normalize edilmiş toplam OSL sinyalinin deneysel döngü sayısına göre grafiğini göstermektedir.

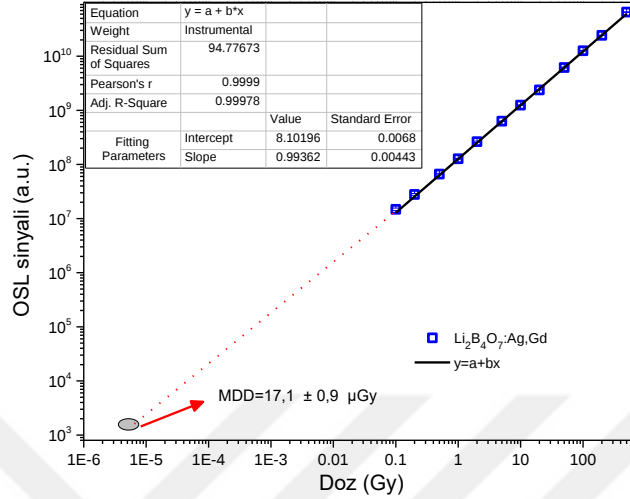


Şekil 4.50. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un ilk okumaya göre normalize edilmiş OSL sinyal alanının deneysel döngü sayısına karşı grafiği.

Şekil 4.50'ye göre 20. okuma sonunda yaklaşık %2'lik bir sapma görülmektedir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ dozimetrik malzemesinin iyi bir tekrarlanabilirliğe sahip olduğunu söyleyebiliriz.

4.4.3.5. Beta doz yanıtları ve MDD

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un beta doz yanıtları ölçümleri için Bölüm 3.2.5.2.4.2'de verilen protokol uygulandı. Şekil 4.51'de, verilen doz değerlerine karşılık alınan OSL sinyallerinin değişimi verilmektedir.



Şekil 4.51. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un toplam OSL sinyalinin 0,1- 500 Gy beta dozuna verdiği doz-yanıt grafiği.

Eşitlik 4.1 kullanılarak elde edilen $g(D)$ değerleri kullanılarak doz cevabının lineer olduğu aralık belirlendi. Malzeme 0,1-0,3 Gy arasında $g(D) < 0,980$; 0,3-6 Gy arasında $0,980 < g(D) < 0,999$ lineer altı davranıştan lineer olmaya gidiş eğiliminde. Malzemenin lineer olduğu doz aralığı 6- 500 Gy arasında $0,9990 < g(D) < 0,9999$ değerleriyle değişmektedir. Malzemede lineer üstlülük kaydedilmemiştir.

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un MDD değeri Eşitlik 3.1'i kullanarak OSL sinyalinin toplam alanına göre $\sim 17,1 \mu\text{Gy}$ olarak hesaplanmıştır.

4.4.3.6. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un TL ısıma eğrisi ile OSL sönüm eğrisi arasındaki ilişkinin çalışılması

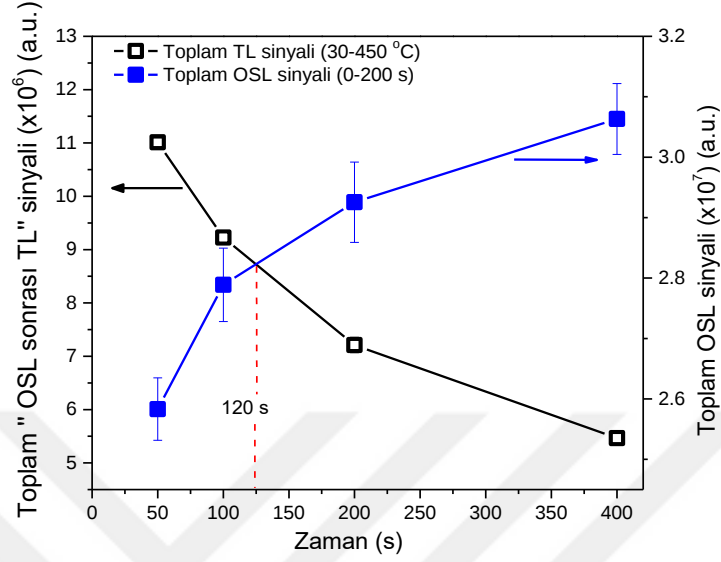
TL ve OSL aynı fiziksel mekanizmaya sahiptir. Temel ayırım uyarım biçimlerinin farklı olmasıdır. TL'de uyarım ısı ile olurken OSL'de ise uygun dalga boylu ışık kullanılarak yapılmaktadır. OSL tekniği TL'e göre daha yeni bir yöntemdir. OSL yöntemini kullanarak birçok dozimetik malzeme çalışılmış ve çalışılmaya devam edilmektedir. TL-OSL arasındaki ilişkinin bilinmesi

termolüminesans mekanizmasını anlamamız bakımından önemlidir. Son yıllarda gerek sentetik gerekse doğal malzemelerde TL-OSL arasındaki ilişki çalışılmıştır.

4.4.3.6.(1). Optimum OSL okuma süresinin belirlenmesi

OSL uyarım teknikleri arasında dozimetre araştırmalarında en çok tercih edilen yöntem “Sürekli Dalga OSL” yöntemidir. Bu yöntemin avantajı oda sıcaklığında hızlı okuma sağlamasından ve malzemenin karakteristiklerini kısa sürede ortaya çıkarmasından kaynaklanmaktadır. Her hangi bir malzemenin “Sürekli Dalga OSL” yöntemi ile dozimetrik karakteristikleri araştırıldığında malzemenin OSL sinyali, verilen doza, uyarım süresine ve uyarım gücü gibi parametrelere bağlı olarak değişmektedir. Uyarım kaynağının şiddeti ve gücü sabit olduğunda “Sürekli Dalga OSL” tekniğiyle yapılan ölçümlerde uyarım süresi, veri analizi sonucunu etkileyebileceğinden optimize edilmelidir $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ ’un optimum uyarım süresinin belirlenmek için 0,2 Gy beta doz sonrası OSL sönüm eğrileri 50, 100, 200 ve 400 s sürelerinde kaydedildi. Malzemede arta kalan sinyalleri silmek amacıyla tekrar TL okuması yapıldı. Malzemelere tekrardan 0,2 Gy doz verilip daha önce belirlenen uyarım süreleri sonrası hemen ardından TL okumaları aynı ısıtma hızı ile kaydedildi (“OSL sonrası TL”).

Toplam OSL sinyalinin ve “OSL sonrası TL” eğrilerinin toplam alanı (30-450 °C arası) alınarak uyarım zamanına karşı grafiği çizildi (Şekil 4.52).



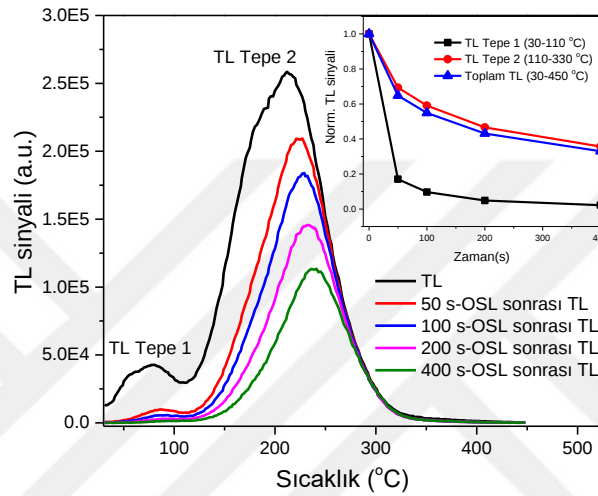
Şekil 4.52. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un optimum uyarım süresinin belirlenmesi grafiği.

Grafik keşiminden $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ için optimum okuma süresi 120 s'dir.

4.4.3.6.(2). Farklı uyarım sürelerinin TL eğrisi üzerine etkisi ve OSL sönüm eğrisi arasındaki ilişkinin çalışılması

Deneyssel prosedürde, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un TL ışıma eğrisi 0.2 Gy beta doz sonrası 2 °C/s ısıtma hızı ile 450 °C'ye kadar kaydedildi. Malzemede arta kalan dozları silmek amacıyla tekrar TL okuması yapıldı. OSL ölçümleri 0,2 Gy doz sonrası 50, 100, 200 ve 400 s sürelerde kaydedildi ve ardından TL okuması 2 °C/s ısıtma hızı ile kaydedildi ("OSL sonrası TL") (Şekil 4.53). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un TL eğrisi 80 °C (TL Tepe 1) ve 210 °C (TL Tepe 2)'de konumlanan iki TL tepesinden oluşmaktadır. 80 °C ve 210 °C TL tepelerinin farklı OSL uyarım süreleri altında davranışlarını 30-110 °C (TL Tepe 1), 110-330 °C (TL Tepe 2) ve 30-450 °C (Toplam-TL sinyali) sıcaklık aralıkları alınarak, "TL Tepe 1" ve "TL Tepe 2" nin nasıl etkilendiği araştırıldı.

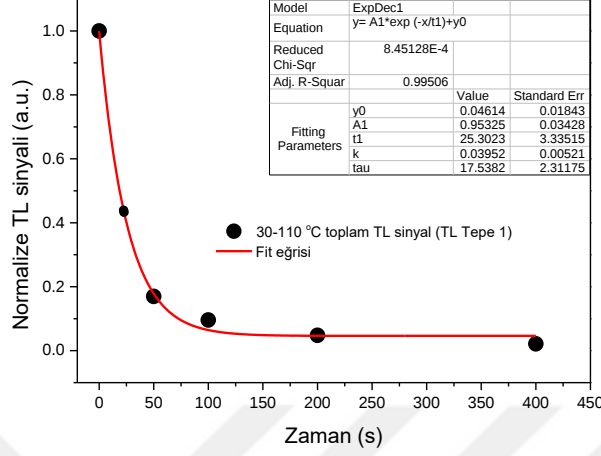
Şekil 4.53’de $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag},\text{Gd}$ ’un TL eğrisinin farklı sürelerde uyarımı sonucu “OSL sonrası TL” eğrileri gösterilmektedir. İçteki grafik belirlenen toplam alan aralıklarında normalize edilen TL tepelerinin uyarım sürelerine karşı davranışlarını göstermektedir.



Şekil 4.53. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag},\text{Gd}$ ’un TL eğrisinin 50-400 s arası farklı uyarım sürelerinden sonrası kaydedilen “OSL sonrası TL” eğrileri. (iç grafik; toplam alanlara göre normalize edilen “Tepe 1”, “Tepe 2” ve “Toplam TL” eğrisinin uyarım sürelerine karşılık grafiği).

Optiksel olarak uyarılma OSL’den sorumlu “tuzak” gruplarını eş zamanlı olarak etkilemektedir. Bu yüzden her iki TL tepesinde eş zamanlı olarak azalma gözlenmektedir.

Uyarım süresi arttıkça “OSL sonrası TL” eğrilerinin tepe maksimum sinyalleri önemli ölçüde etkilenmektedir. 30-110 °C bölgesindeki toplam TL sinyalinin, uyarım süresi 50, 100, 200 ve 400 s alındığında sırasıyla %83, %91, %95 ve %98 oranında azaldığı kaydedildi (Şekil 4.53 iç grafik). Bu azalma oranları üstel azalan bir eğriye karşılık gelmektedir. Bu eğri tek bileşenli $y=A\exp(-x/t)+y_0$ fonksiyonuna fit edilebilmesi nedeniyle 80 °C (TL Tepe 1)’in birinci derece kinetiğine ($b=1$) sahip olduğunu söyleyebiliriz (Şekil 4.54).



Şekil 4.54. 110-330 °C arası alınan toplam alana göre normalize edilen “TL Tepe 1” eğrisinin farklı ularım sürelerine karşı değişimi grafiği.

Ayrıca artan ularım süreleri boyunca “TL Tepe 1” eğrisinin T_m ’un sıcaklığı değişmemektedir. Farklı ularım sürelerinde TL eğrisinin T_m ’un sıcaklığı değişmiyorsa birinci derece kinetiğe ($b=1$) sahip olduğunu ve değişmesi durumunda da birinci derece olmayan (non-first order) ($b \neq 1$) kinetiğe sahip olması gerektiği rapor edilmiştir (Murray ve ark., 2009). Bu davranış (T_m değişmemesi durumu) malzemenin 80 °C’de (TL Tepe 1) TL eğrisinin birinci derece kinetiğe ($b=1$) sahip olduğunu desteklemektedir.

TL Tepe 2 için (110-330 °C), ularım süresi arttıkça “OSL sonrası TL” eğrisinin T_m sinyali büyük ölçüde azalmaktadır. Bu azalmanın sebebi büyük olasılıkla 120-200 °C arasında mavi ışığa hassas OSL’den sorumlu TL “tuzak” gruplarının olmasıdır (Bölüm 4.4.3.3)(Şekil 4.49). “OSL sonrası TL” eğrilerinin T_m sıcaklıkları mavi ışık ularım süreleri 50 , 100, 200 ve 400 s için sırasıyla 221, 229, 232 ve 241 °C’ye doğru kaymaktadır. Uyarım süresi ile T_m ’un yüksek sıcaklıklara doğru kayması 210 °C’deki (TL Tepe 2) eğrisinin birinci derece olmayan ($b \neq 1$) kinetiğe sahip olduğunu göstermektedir (Murray ve ark., 2009).

Chen yöntemini kullanarak da 210 °C (TL Tepe 2) eğrisinin kinetik derecesi. Bölüm 1.3.2.2.’de verilen geometrik ya da simetri faktör (μ_g) eşitliği ile

hesaplandı. Çizelge 4.2’de “OSL sonrası TL” eğrilerinden hesaplanan μ_g değerleri gösterilmektedir. Hesaplamalar sonucunda her bir uyarım süresi için $\mu_g \neq 0.42$ değerinden farklı bulunduğundan “TL Tepe 2” eğrisinin kinetik derecesi birinci dereceden farklıdır ($b \neq 1$). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ ’un ana dozimetrik TL eğrisi (TL Tepe 2) kompleks ve kompozit TL tepelerinden oluştuğunu ve mavi ışığa hassas ve hassas olmayan TL “tuzak” gruplarının olduğunu söyleyebiliriz.

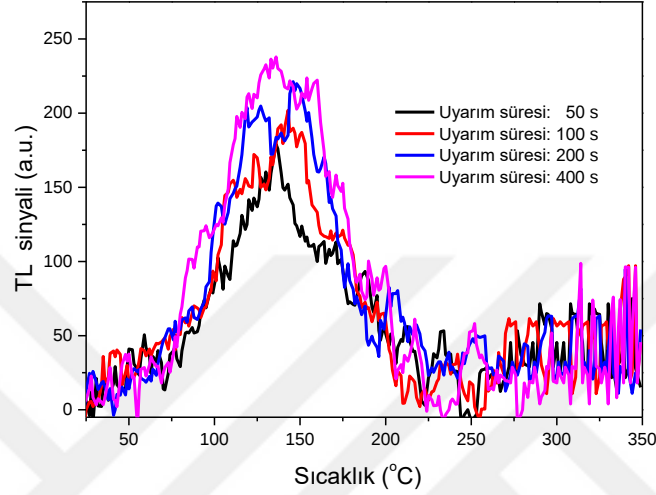
Çizelge 4.2. Chen metodu kullanılarak “TL Tepe 2” farklı uyarım süreleri sonunda simetri faktörünün (μ_g) hesaplanması.

TL Tepe 2					
	TL	OSL sonrası TL (50s)	OSL sonrası TL (100s)	OSL sonrası TL (200s)	OSL sonrası TL (400s)
T_1 (K)	427	451	458	464	471
T_m (K)	485	494	502	505	514
T_2 (K)	529	534	538	543	550
μ_g	0,43	0,48	0,45	0,48	0,46

30-450 °C arası toplam TL için, farklı uyarım sürelerinde mavi ışık ile uyarım yapıldığında grafikte 30-450 °C toplam TL sinyalinin davranışı, 110-330 °C arasındaki toplam TL sinyali davranışının altında yer almaktadır (Şekil 4.53 -içteki grafik).

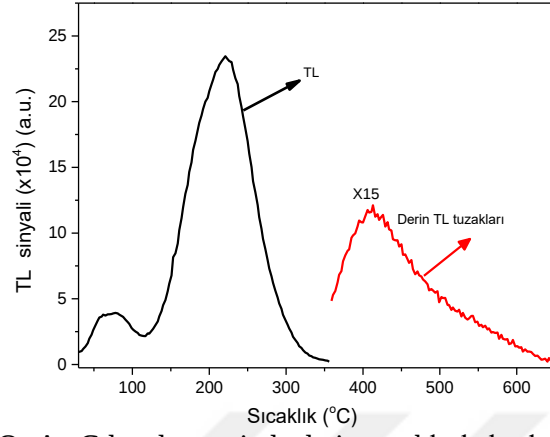
Bu davranışı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ için 350 °C üzerindeki “derin tuzak” gruplarından elektronun 110-330 °C bölgesi aralığından sorumlu TL “tuzak” gruplarına yük transferi ile açıklanabilir. Bu olay fototransfer olarak bilinir. Fototransfer olayının gerçekleşip gerçekleşmediğini test etmek amacıyla malzeme 0,2 Gy beta dozuna maruz bırakıldı ve 350 °C’ye kadar ön ısıtılıp tüm TL tuzakları boşaltıldı. Ardından önceden belirlenen (50, 100, 200 ve 400 s) farklı uyarım

süreleri boyunca mavi ışık ile uyarıldıktan sonra TL ışıma eğrileri 2 °C/s ısıtma hızı ile 350 °C'ye kadar kaydedildi (Şekil 4.55).



Şekil 4.55. 350 °C'ye kadar ön ısıtma yapılan $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un farklı uyarım süreleri sonunda 350 °C'ye kadar kaydedilen TL ışıma eğrisi.

Şekil 4.55'te açıkça görülüyor ki tepe maksimumu ~140 °C'de konumlanan TL tepesi sinyali uyarım süresi arttıkça artmaktadır. Kaydedilen fototransfer TL eğrileri 110-330 °C aralığında olmaktadır. Bu sonuçlar fototransfer olayının gerçekleştiğini desteklemektedir. Fototransfer yük kaynağı büyük olasılıkla 350 °C'den 650 °C'ye kadar uzanan TL tuzak bölgesinden kaynaklanmaktadır (Şekil 4.56).

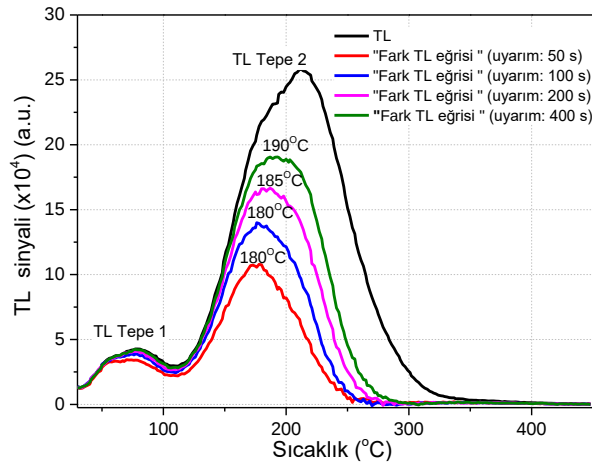


Şekil 4.56. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ malzemesinde derin tuzaklarla beslenen yüksek sıcaklık tepelerinin gösterimi.

4.4.3.6.(3). Farklı uyarım sürelerinin “Fark TL eğrisi” üzerine etkisinin araştırılması.

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un TL eğrisinden “OSL sonrası TL” eğrisi çıkartılarak “Fark TL eğrisi” nin farklı uyarım sürelerindeki davranışı araştırıldı.

Şekil 4. 57’de farklı uyarım süreleri altında elde edilen “Fark TL eğrisi” eğrileri gösterilmektedir.



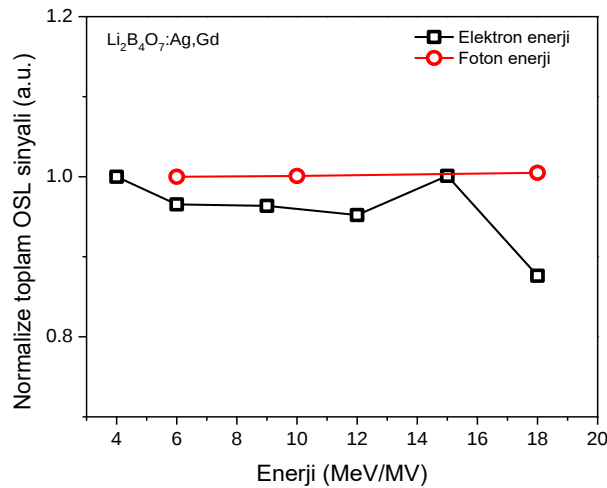
Şekil 4.57. Farklı uyarım süresi sonrası “Fark TL eğrisi”nin değişimi.

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un “TL Tepe 2” eğrisinin T_m sıcaklığı uyarım süresi 50 ve 100 s iken 180 °C’de sabit olduğu kaydedildi. “TL Tepe 2” eğrisinin T_m sıcaklığının mavi ışık ile 50 ve 100 s uyarım süreleri boyunca değişmemesinin sebebi, 30-110 °C sıcaklık arasındaki (düşük sıcaklık TL tepesi) OSL’den sorumlu TL “tuzak” gruplarını verilen uyarım sürelerinde (50 ve 100 s) boşaltmaması olarak açıklayabiliriz.

Uyarım süresi 200 ve 400 s alındığında ise T_m ’u sırasıyla 185 ve 190 °C’ye kadar değişmektedir. Bu değişim $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ ’un TL eğrisinin daha önceden de bahsedildiği üzere kompleks ve karmaşık TL eğrilerinden oluştuğunu göstermektedir. Uyarım süresi 200 ve 400 s uyarım süreleri boyunca “TL Tepe 2” eğrisinin T_m sıcaklığının sırasıyla 185 ve 190 °C’ye değişmesinin sebebi 120-200 °C arasındaki bölgeden birden fazla OSL’den sorumlu TL “tuzak” gruplarının olması olarak açıklayabiliriz (Bölüm 4.4.3.3).

4.4.3.7. Foton ve elektron enerji- yanıtları

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ ’un enerji-yanıtları deneyi Bölüm 3.2.5.2.5’de verilen deney protokolü uygulanarak yapıldı. Şekil 4.58 toplam OSL sinyalinin farklı foton ve elektron enerjilerine karşı grafiğini göstermektedir.

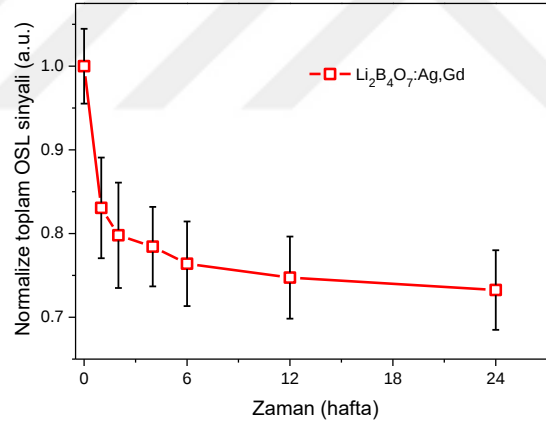


Şekil 4.58. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag},\text{Gd}$ 'un farklı enerjilerdeki foton ve elektronlara verdikleri enerji-yanıt grafiği.

Malzemenin farklı foton enerjilerine verdiği yanıt oldukça stabildir. 4 MeV'a göre elektron enerjilerine göre kalibre edildiğinde verilen yanıt 15 MeV'a kadar %5 oranında değişim göstermektedir. 18 MeV'luk enerjide yaklaşık %13'lük bir azalma kaydedilmiştir.

4.4.3.7. Sönüm çalışması

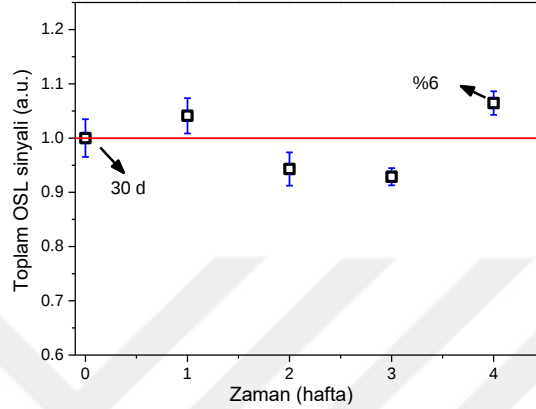
$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag},\text{Gd}$ 'un karanlık ortamda solma deneyi için Bölüm 3.2.5.2.6.2.'de verilen protokol uygulandı. Şekil 4.59 ilk 24 saatlik kısa süreli solma grafiğini göstermektedir. OSL sinyali için ilk 24 saatte %27 oranında azalma kaydedilmiştir.



Şekil 4. 59. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag},\text{Gd}$ 'un toplam OSL sinyalinin 24 saate kadar değişim grafiği.

Şekil 4.60 ilk 4 haftalık “uzun” süreli solma grafiğini göstermektedir. 1. Haftada ilk okumaya göre yaklaşık %4 lük bir artış olmaktadır. 4 hafta sonuna kadar inişli-çıkışlı solma karakteristikleri görülmektedir. 4 hafta sonunda yaklaşık

%6'lık bir artış kaydedilmiştir. Bu tip dalgalanmalar yüklerin derin tuzaklarda daha sık tuzaklara geçişleri olan tünellenmelerden kaynaklanabilir.



Şekil 4.60. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un uzun süreli solma grafiği.

4.5. Tuzak Parametrelerinin Belirlenmesi

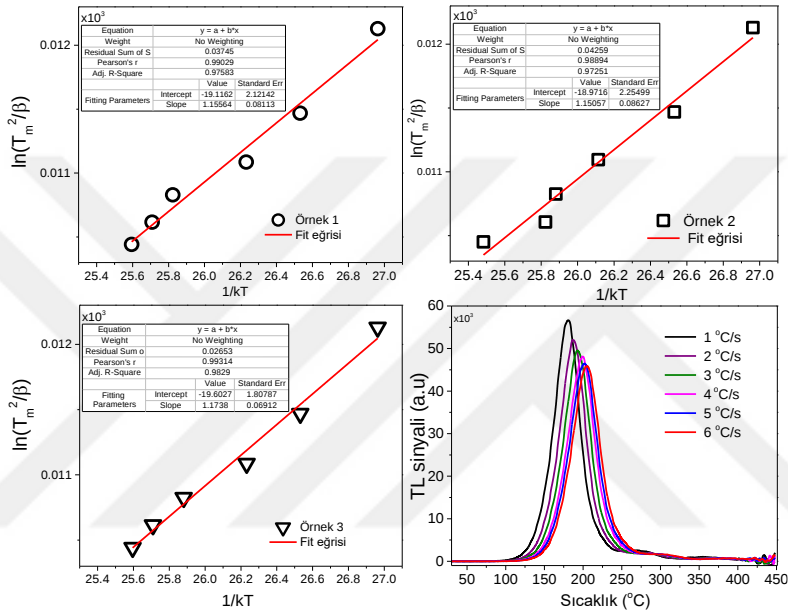
4.5.1. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin tuzak parametrelerinin çalışmaları

Farklı ısıtma hızları (VHR), Başlangıç artış (IR) ve Bilgisayar yardımcı tepe ayrıştırma (CGCD) yöntemlerini içeren üç farklı yöntem uygulanarak $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin TL eğrisi kullanılarak tuzak parametre çalışmaları yapılmıştır.

- Farklı ısıtma hızları yöntemi (VHR)

Şekil 4.61 $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin TL eğrileri önceden belirlenen 1,2,3,4,5 ve 6 °C/s ısıtma hızları kullanılarak kaydedildi. TL teorisine uygun bir şekilde ısıtma hızı arttıkça TL eğrinin T_m sıcaklıkları yüksek sıcaklıklara doğru kaydığı gözlemlendi. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin 200 °C'de konumlanan TL tepesinin (Malzemenin ana dozimetrik TL eğrisi) T_m 'un sıcaklığı belirlenebildiğinden VHR yöntemi sadece bu TL eğrisine uygulandı. Diğer TL tepesi (~300 °C) düşük TL sinyalinden dolayı T_m belirlenmesinde istatistiksel hataların yüksek olacağı düşünülerek hesaplanmadı.

Aynı grup üç örnek için $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu},\text{B}'$ 'nin TL eğrisinin maksimum sinyale karşılık gelen T_m sıcaklıkları her bir ısıtma hızı için belirlendi. $\ln(\frac{T_m^2}{\beta})$ 'nin $\frac{1}{kT}$ 'ye karşı grafiği çizildi (Şekil 4.61). Çizilen grafiğin eğimi aktivasyon enerjisini (E) verir; keşişimi ise frekans faktörü (s) ile ilişkilidir.



Şekil 4.61. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu},\text{B}'$ 'nin TL eğrisinden farklı ısıtma hızları yöntemi kullanılarak tuzak parametre hesaplaması.

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu},\text{B}'$ 'nin ana dozimetrik TL eğrisi için grafikten belirlenen tuzak parametreleri $E=1,16\pm0,01$ eV; $s=3,02\times10^{12}$ s⁻¹ dir.

- Başlangıç artış yöntemi (IR)

Başlangıç artış yöntemi kullanılarak, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu},\text{B}'$ 'nin TL eğrinin tepe maksimum sinyalinin %10-15 bölgesi arasındaki verilerden ana dozimetrik TL eğrisi için aktivasyon enerjisi $1,23\pm0,014$ eV olarak hesaplanmıştır.

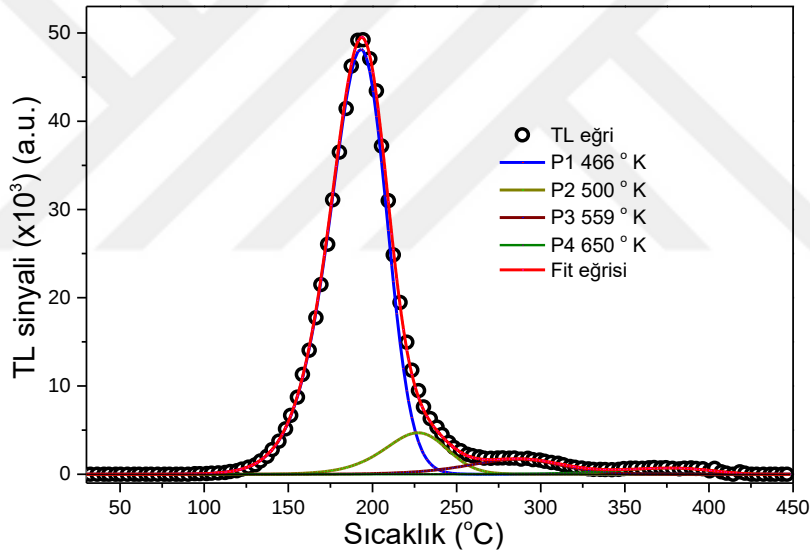
- CGCD yöntemi kullanılarak kinetik parametrelerin hesaplamaları

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin TL eğrisi origin grafik programında, C++ program dili yardımıyla Kitis (1998) tarafından Eşitlik 4.4'de verilen genel mertebe kinetik TL eşitliği kullanılarak bileşenlerine ayrıştırıldı (Şekil 4.62).

$$I(T) = I_m b^{\frac{b}{b-1}} \exp\left(\frac{E}{kT} \frac{T-T_m}{T_m}\right) \left[(b-1)(1-\Delta) \frac{T^2}{T_m^2} \exp\left(\frac{E}{kT} \frac{T-T_m}{T_m}\right) + Z_m \right]^{-\frac{b}{b-1}} \quad (4.4)$$

Burada, I_m : maksimum sinyal, T_m : tepe maksimum sıcaklığı b: kinetik derecesi,

$\Delta = \frac{2kT}{E}$, $\Delta_m = \frac{2kT_m}{E}$ ve $Z_m = 1 + (b-1)\Delta_m$ olarak verilmektedir.



Şekil 4.62. CGCD yöntemi kullanarak $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin TL eğrisinin bileşenlerine ayrıştırılması.

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin TL eğrisi en iyi fit işlemleri sonucu dört TL tepesinden oluşan TL eğrisine fit edilebildi. TL eğrisini oluşturan TL tepeleri: P_1 , P_2 , P_3 ve P_4 olarak adlandırıldı. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu,B}$ 'nin TL eğrisini oluşturan P_1 eğrisinin T_m 'mu 192 °C'de, P_2 eğrisinin T_m 'mu 227 °C'de, P_3 eğrisinin T_m 'mu 286 °C'de ve P_4

eğrisinin T_m 'mu 377 °C'olarak kaydedildi. TL eğrisini oluşturan P_1 , P_2 , P_3 ve P_4 tepelerinin tuzak parametreleri: E, b ve s değerleri hesaplanmıştır.

Buna göre P_1 için $E=1,22$ eV; $s=3,01 \times 10^{12}$ s⁻¹ ve $b=1,25$ olarak hesaplandı. P_2 , P_3 ve P_4 eğrilerinin E, s ve b değerleri sırasıyla 1,32, 1,12 ve 1,31 eV; $2,25 \times 10^{12}$, $9,87 \times 10^8$ ve $12,29 \times 10^9$ s⁻¹; 1,3, 1,3 ve 1,0 olarak hesaplanmıştır.

$Li_2B_4O_7:Cu,B$ 'nın TL eğrisinden üç farklı yöntem kullanılarak hesaplanan kinetik parametre sonuçları Çizelge 4.3'te verilmektedir.

Çizelge 4.3. $Li_2B_4O_7:Cu,B$ 'nın TL eğrisinden üç farklı yöntemlerde elde edilen kinetik parametre değerleri.

		CGCD			VHR			IR		
TL Tepe	T_m (K)	E (eV)	b	s (s ⁻¹)	E (eV)	b	s (s ⁻¹)	E(eV)		
P1	466	1,22	1,25	$3,01 \times 10^{12}$	$1,16 \pm 0,01$	1	$3,02 \times 10^{12}$	$1,23 \pm 0,014$		
P2	500	1,32	1,30	$2,25 \times 10^{12}$	-	1	-	-	-	-
P3	559	1,12	1,30	$9,87 \times 10^8$	-	1	-	-	-	-
P4	650	1,31	1,00	$12,29 \times 10^9$	-	1	-	-	-	-

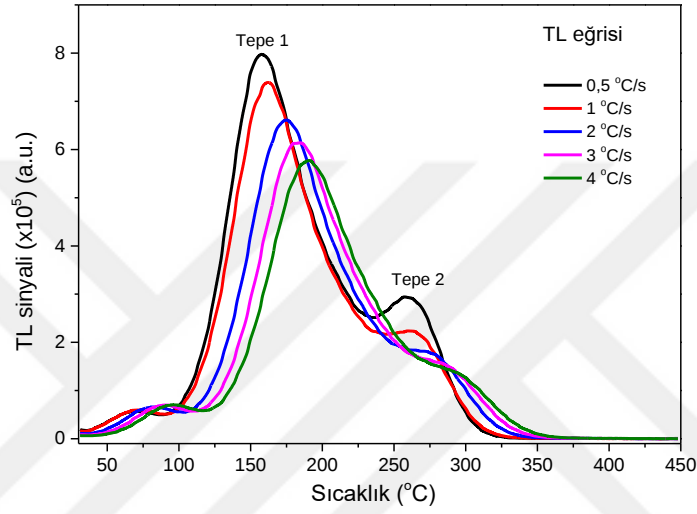
Sonuç olarak ana dozimetrik TL tepesinin aktivasyon enerjisi diğer yöntemlerde bulunan değerlerle karşılaştırılabilir. Aktivasyon enerjisi P_1 tepesi için IR ve CGCD sonuçları sırasıyla 1,22 ve 1,23 eV gibi bir uyum içinde olmakla birlikte, P_1 için VHR yöntemiyle aktivasyon enerjisi diğer yöntemlerle karşılaştırıldığında % 10 fark kadar daha düşük hesaplanmıştır.

4.5.2. $Li_2B_4O_7:Ag$ malzemesinin tuzak parametreleri çalışmaları

Farklı ısıtma hızları (VHR), İzotermal sönüm yöntemi (isotermal TL) ve Bilgisayar yardımlı pik ayrıştırma (CGCD) yöntemlerini içeren üç farklı yöntem uygulanarak $Li_2B_4O_7:Ag$ 'ün TL eğrisi ve "Fark TL eğrisi" için tuzak parametre çalışmaları yapılmıştır.

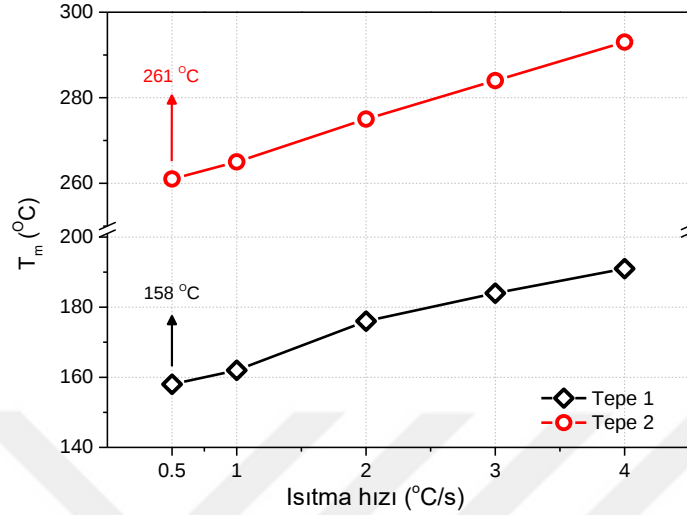
- Farklı ısıtma hızlarına dayanan VHR yöntemi:

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün TL eğrileri 1 Gy beta doz sonrası önceden belirlenen 0,5, 1, 2, 3 ve 4 °C/s ısıtma hızları kullanılarak oda sıcaklığından 450 °C'ye kadar kaydedilmiştir (Şekil 4.63).



Şekil 4.63. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün 1 Gy beta doz sonrası farklı ısıtma hızları ile kaydedilen TL eğrisi.

Farklı ısıtma hızlarına karşılık gelen $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün “Tepe 1” ve “Tepe 2” tepelerinin T_m sıcaklıklarının farklı ısıtma hızına karşılık gelen değişimleri Şekil 4.64’te verildi.

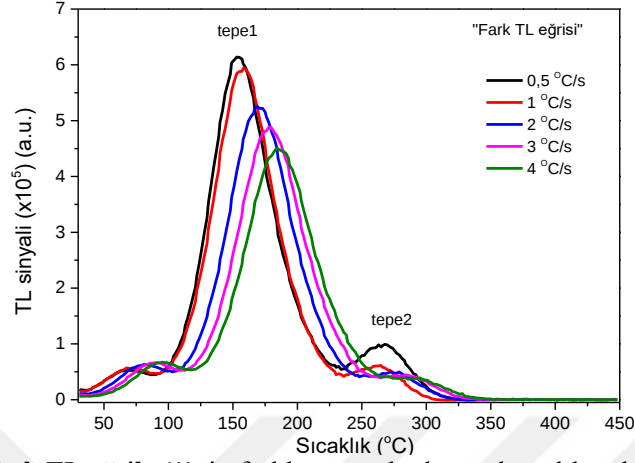


Şekil 4.64. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün “Tepe 1” ve “Tepe 2” tepelerinin T_m sıcaklıklarının farklı ısıtma hızına karşılık gelen değişimleri.

“Tepe 1” tepesinin “ T_m ” sıcaklığı 156°C 'den 191°C 'ye “Tepe 2” eğrisinin “ T_m ” sıcaklığı 259°C 'den 292°C 'ye doğru değişmektedir.

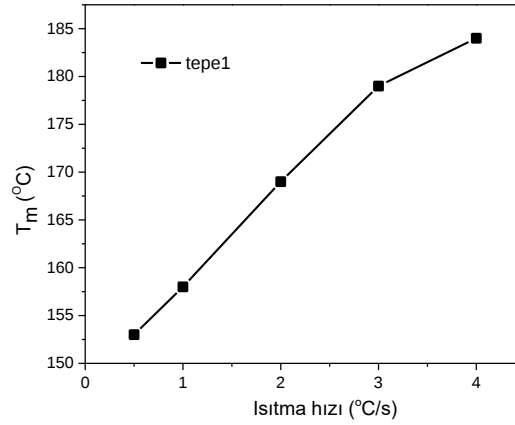
Tez kapsamında $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ için, farklı ısıtma yöntemini (VHR), “Fark TL eğrisi” kullanılarak uyguladık. Böylece, OSL'den sorumlu TL tuzaklarının (Ortak TL-OSL tuzağı) kinetik parametreleri belirlenmiştir.

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün TL eğrisi 1 Gy doz sonrası kaydedildi. Malzemede arta kalan sinyali silmek için ardından tekrar TL okumaları yapıldı. Tekrardan malzemeye 1 Gy doz verildikten sonra OSL ölçümü 100 s süreyle mavi ışık uyarımıyla kaydedildi ve ardından TL okumaları aynı ısıtma hızı ile kaydedildi. TL eğrisine uygulanan ısıtma hızları (0,5, 1, 2, 3 ve 4°C/s) kullanılarak döngü her bir ısıtma hızı için tekrarlandı. TL eğrisinden “OSL sonrası TL” eğrisi çıkarılarak “Fark TL eğri” kaydedildi. Farklı ısıtma hızları kullanılarak elde edilen “Fark TL eğrileri” grafiği Şekil 4.65'te verildi.



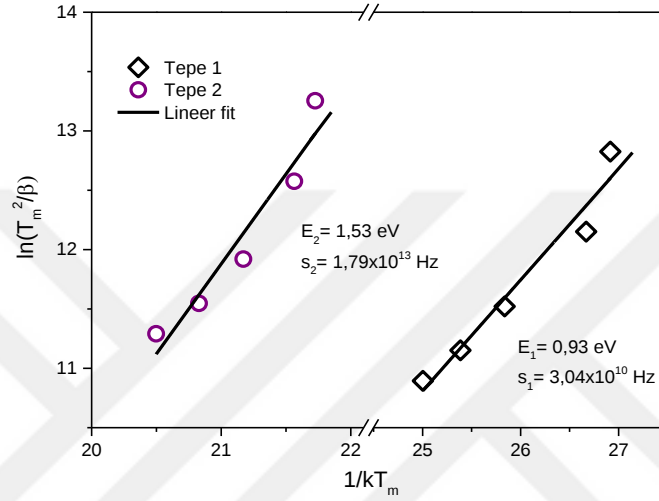
Şekil 4.65. “Fark TL eğrileri”nin farklı ısıtma hızlarına karşılık gelen TL eğrileri.

Farklı ısıtma hızlarında “Fark TL eğrisi” nin ‘tepe1’ tepesinin T_m sıcaklığı 152 °C’den 184 °C’ye kadar değişmektedir. “tepe2” eğrisinin T_m sıcaklığı düşük sinyali olduğu nedeniyle belirlenememiştir. Şekil 4.66 “Fark TL eğrisi” nin ‘tepe1’ tepesinin T_m sıcaklığının farklı ısıtma hızlarına karşılık gelen değişimini göstermektedir.



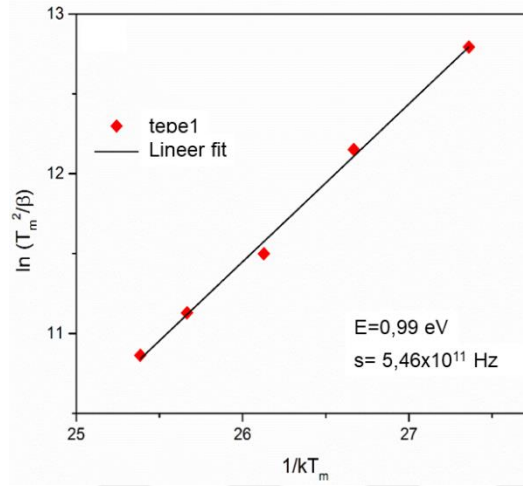
Şekil 4.66. “Fark TL eğrisi”nde “tepe1” tepesinin T_m sıcaklığının farklı ısıtma hızlarına karşı değişimi.

Şekil 4.67 ve Şekil 4.68, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün TL eğrisinin ve “Fark TL eğrisi” nin T_m sıcaklıklarından faydalanılarak hem TL eğrisi için hem de “Fark TL eğrisi” için $\ln(\frac{T_m^2}{\beta})$ 'nin $1/kT$ 'ye karşı çizilen grafiklerini göstermektedir.



Şekil 4.67. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün TL eğrisinin farklı ısıtma hızları kullanılarak elde edilen TL tepelerinin aktivasyon enerjilerinin hesabı.

“Tepe 1” ve “Tepe 2” için kinetik parametreler hesaplandı. “Tepe 1” için $E=0,93$ eV ve $s= 3,04 \times 10^{10} \text{ s}^{-1}$ ve “Tepe 2” için $E=1,53$ eV ve $s=1,76 \times 10^{13} \text{ s}^{-1}$ olarak hesaplandı.



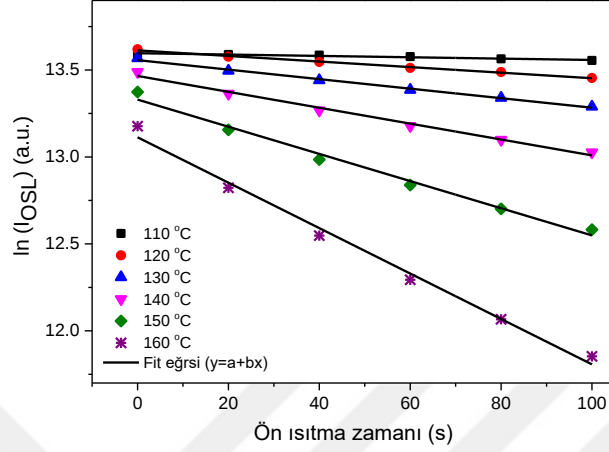
Şekil 4.68. ‘Fark TL eğrisi’ nin farklı ısıtma hızları kullanılarak tepel’in aktivasyon enerjilerin hesabı.

“Fark TL eğrisi” için “tepe1” tepesi için kinetik parametreler $E= 0,99$ eV ve $s=5,46 \times 10^{11} \text{ s}^{-1}$ olarak hesaplandı.

- İzotermal sönüm yöntemi (Isothermal TL)

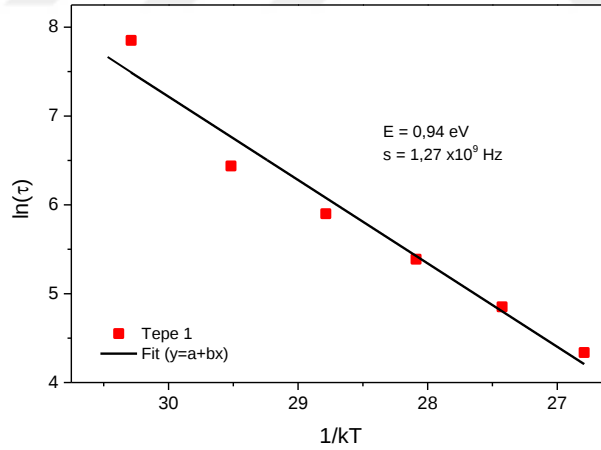
$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ malzemesi için OSL’den sorumlu TL tuzakların (ortak TL-OSL tuzakları) kinetik parametrelerinin hesaplanması amacıyla izotermal sönüm yöntemi uygulandı.

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ örnekleri 1 Gy beta dozuna maruz bırakıldıktan sonra önceden belirlenen 110, 120, 130, 140, 150 ve 160 °C sıcaklıklarında ön ısıtılıp (ısıtma hızı: 1°C/s) o sıcaklıkta ve 0, 20, 40, 60, 80 ve 100 s sürelerde her bir sıcaklık için ayrı ayrı bekletilip ardından OSL okumaları 100 s boyunca kaydedildi. Her bir sıcaklık ve süre için aynı döngü tekrarlandı. Kaydedilen izotermal bozunum eğrilerinin her bir sıcaklık için logaritması alınarak ön ısıtma sıcaklığındaki bekleme sürelerine karşı grafiği çizildi (Şekil 4.69).



Şekil 4.69. İzotermal sönüm yönteminin uygulaması sonucunda elde edilen eğriler.

Şekil 4.69’da verilen her sıcaklıkta farklı sürelerde ölçülen grafik lineer bir eğriye fit edilmesiyle “ τ ” değerleri kaydedildi. $\ln(\tau)$ ’nin $1/kT$ ’ye karşı grafiği çizildi (Şekil 4.70).

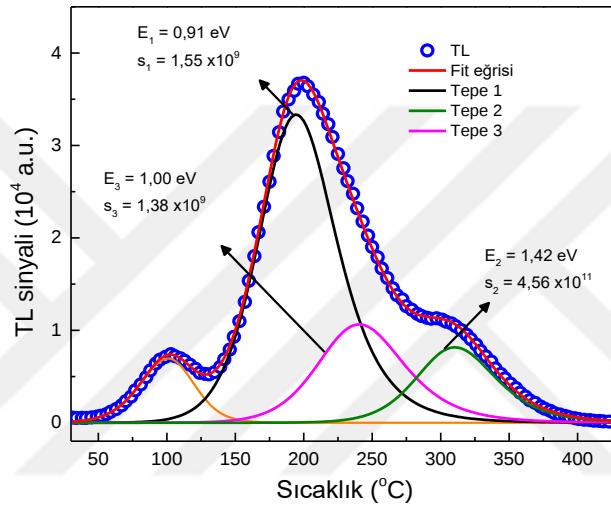


Şekil 4.70. “Tepe 1” için $\ln(\tau)$ ’nin $1/kT$ ’ye karşı grafiği.

Grafiğin eğimi aktivasyon enerjisini verirken keşişimi frekans faktörü ile ilişkilidir. Grafiğin eğiminden $E = 0,94$ eV ve keşişiminden $s = 1,27 \times 10^9$ s⁻¹ olarak hesaplandı.

- Bilgisayar yardımlı eğri ayrıştırma yöntemi (CGCD)

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün 1 Gy doz sonrası 1 °C/s ısıtma hızı ile kaydedilen TL eğrisi Kitis tarafından denklem 4.4'te verilen genel mertebe kinetik TL eşitliği kullanılarak excel ofis program yardımıyla bileşenlerine ayrıştırıldı (Afouxenidis ve ark., 2011) (Şekil 4.71).



Şekil 4.71. CGCD yöntemi kullanılarak $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün TL eğrisinin bileşenlerine ayrıştırması.

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün TL eğrisi dört TL tepesinden oluşan eğrilere iyi bir şekilde fit edilebildi. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün TL eğrisini oluşturan TL tepeleri: P₁, P₂, P₃ ve P₄ olarak adlandırıldı. P₁ tepesinin T_m 70 °C, P₂ için T_m 210 °C'de, P₃ için T_m 155 °C'de P₄ için T_m 275 °C olarak kaydedildi. Her bir TL tepesinin kinetik parametreleri E, s ve b hesaplandı. Sonuçlar Çizelge 4.4'te verildi.

Çizelge 4.4. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ malzemesinin üç farklı yöntem ile elde edilen kinetik parametre sonuçlarının karşılaştırmaları.

	TL Tepe						Ortak TL-OSL tuzak	
	Tepe 1		Tepe 2		Tepe 3		tepe1	
Yöntem	E (eV)	s (s^{-1})	E (eV)	s (s^{-1})	E (eV)	s (s^{-1})	E (eV)	s (s^{-1})
VHR	0,93	$3,04 \times 10^{10}$	1,53	$1,79 \times 10^{13}$	-	-	0,99	$5,46 \times 10^{11}$
ITA	-	-	-	-	-	-	0,94	$1,27 \times 10^9$
CGCD	0,91	$2,10 \times 10^9$	1,42	$1,05 \times 10^{12}$	1,04	$3,55 \times 10^9$	-	-
b								
	1,87		1,51		1,97		-	-

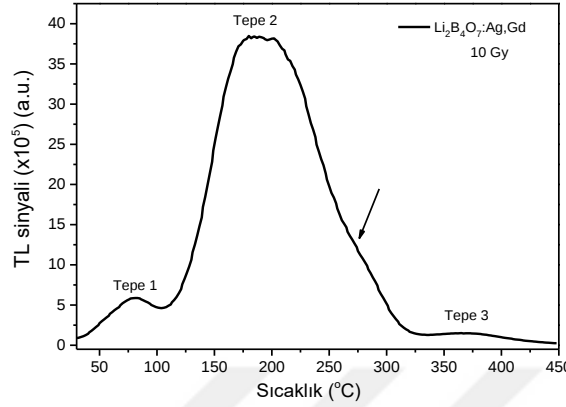
Kinetik parametre sonuçları bir biri ile uyum içerisindedir.

4.5.3. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un kinetik parametrelerinin çalışılması

İzotermal sönüm yöntemleri (isotermal TL ve Prompt Isotermal Bozunum-PID), Kesirli ışıma eğrisi (FGT) ve CGCD yöntemlerini içeren dört farklı yöntem uygulanarak $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un TL eğrisinden tuzak parametre çalışmaları yapıldı. Bu ölçümlerde aksi belirtilmedikçe 10 mg ağırlığında tek bir örnek (planchet) ve 10 Gy beta test dozu ve 2 °C/s ısıtma hızı kullanıldı.

- $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un basit TL ışıma eğrisi

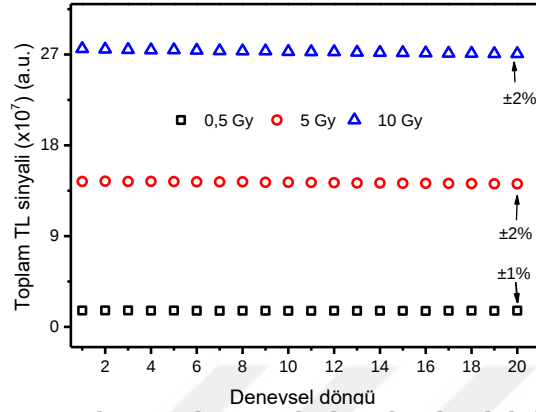
10 Gy doz sonrası 2 °C/s ısıtma hızı ile 450 °C ye kadar kaydedilen $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un TL eğrisi Şekil 4.72'de gösterilmektedir. TL eğrisinin tepe T_m sıcaklıkları 80, 205 ve 360 °C konumlanan bir birine yakın üç TL tepesinden oluşmaktadır. İlk TL tepesi (80 °C) yüksek oranda solması nedeniyle dozimetrik araştırmalar için uygun değildir. 205 °C'de konumlanan TL tepesi $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un potansiyel dozimetrik TL eğrisi olarak çalışılabilir, fakat en az iki TL tepesinden (~270 °C bir boyun bölgesi mevcuttur) oluşan kompleks TL tepesine sahiptir. 360 °C'deki TL tepesi göreceli olarak düşük TL sinyaline sahiptir. Bu eğri yüksek doz sonrası uygun bir ön ısıtma yapıldıktan sonra dozimetrik araştırmalar için çalışılabilir.



Şekil 4.72. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un 10 Gy doz sonrası 2°C/s ısıtma hızında kaydedilen TL eğrisi.

- Tekrarlanabilirliğin test edilmesi

Kesirli ışıma eğrisi (FGT) tekniği başlangıç artış (IR) yönteminin tekrarlayan bir dizi uygulamalarını içerir. FGT tekniğini uygulamadan önce $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un tekrarlanabilirliğinin test edilmesi gerekmektedir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un TL eğrisinin tekrarlanabilirliği önceden belirlenen 0,5, 5 ve 10 Gy farklı test dozlarında 20 döngüye kadar test edildi. Her test dozu için TL okumaları 2°C/s ısıtma hızında oda sıcaklığından 450°C 'ye kaydedildi. Kaydedilen TL eğrilerinin 30-450 $^{\circ}\text{C}$ arası toplam TL sinyalinin her test dozu için deneysel döngü sayısına göre grafiği çizildi (Şekil 4.73).



Şekil 4.73. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un 20 döngüye kadar tekrarlanabilirlik grafiği.

5 ve 10 Gy test dozları için %2'lik sapmalar kaydedildi. Üç farklı test dozu için de iyi bir tekrarlanabilirliğe sahip olduklarını söyleyebiliriz.

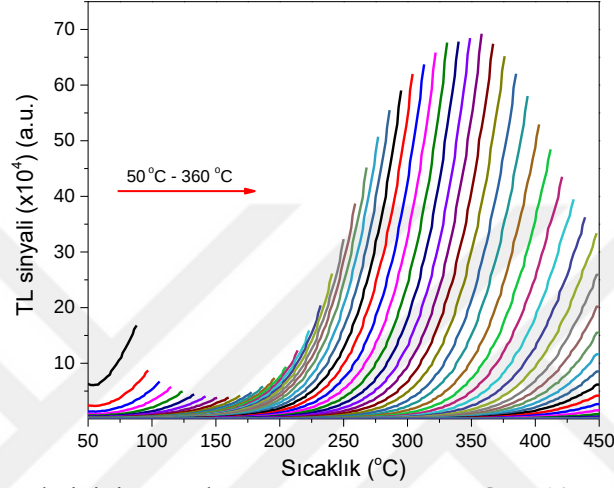
- Kesirli ışıma eğri tekniği (FGT)

Bölüm 1.3.2.3.6'da anlatıldığı üzere FGT tekniği TL eğrisinin şekline bakılmaksızın TL eğrisinden kinetik parametreleri hesaplamada kullanılan kullanışlı bir yöntemdir. Yöntemin ana avantajı doz ve kinetik derece bilgisinden bağımsız olmasıdır.

FGT tekniği uygulamalarının en önemli sonuçları;

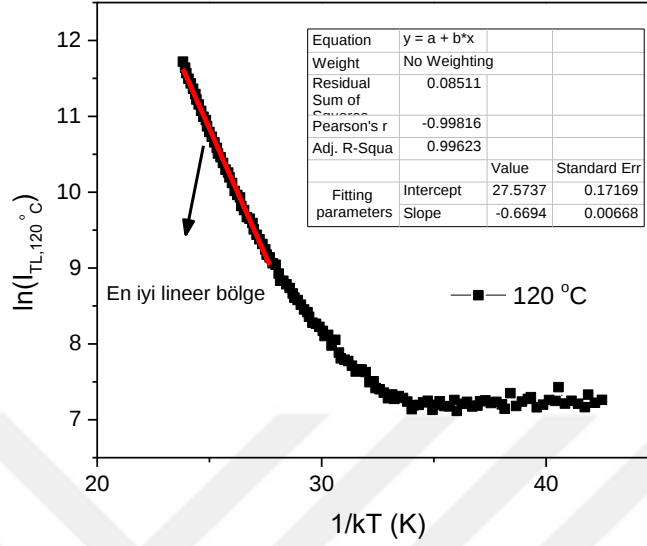
- 1) TL eğrisinin üst üste binen TL tepelerinin tam sayısını verir. Bu sayı aktivasyon enerji-sıcaklık grafiğindeki $T_{\max}$ 'una gelen plato bölge sayısına karşılık gelir.
- 2) Yukarıda bahsedilen TL eğrisini oluşturan her bir TL tepesinin aktivasyon enerjisinin tam değerini verir.
- 3) Dozdan bağımsızdır ve kinetik merteye derece (b) bilgisi gerektirmez.

Bu çalışmada FGT tekniğini, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un 10 Gy doz sonrası 50 °C'den 370 °C'ye kadar 5 °C/s artışlarla 2 °C/s ısıtma hızları ile ardışık TL okumaları kaydedildi (Şekil 4.74).



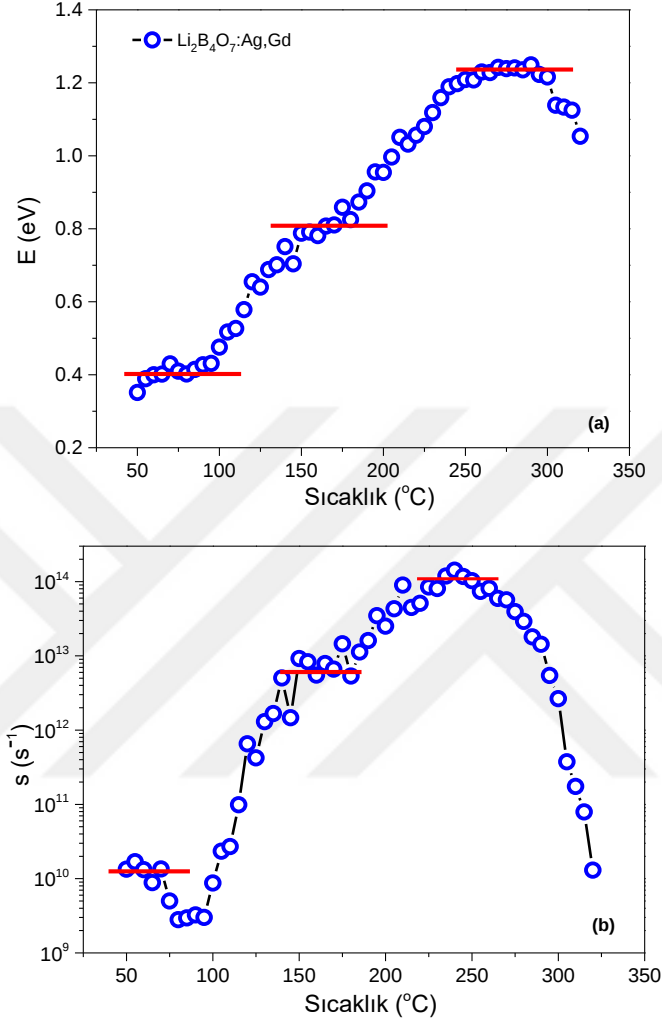
Şekil 4.74. FGT tekniğinin uygulanması: $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un 10 Gy doz sonrası 50 °C'den 370 °C'ye kadar 5 °C artışlarla 2 °C/s ısıtma hızları ile ardışık TL okumaları

Grafikteki her bir eğrinin logaritması alınarak $\ln(I_{\text{TL}})$ 'in $1/kT$ 'ye karşı grafiği çizildi ve Şekil 4.75'de verilen grafik elde edildi. Burada dikkat edilmesi gereken en önemli husus en iyi lineer bölge alanını belirlemektir. Belirlenen bölge alanı, lineer bir fonksiyona fit edildiği zaman grafiğin eğimi $-E$ 'yi verirken keşisimi ise frekans faktörü ile ilişkilidir.



Şekil 4.75. 120 °C'deki verinin doğal logaritmasının 1/kT'ye karşı grafiği.

Her bir tepe için ayrı ayrı grafik çizildi. Grafiğin eğimi ve keşiminden E ve s değerleri verilen sıcaklıktaki veri için kaydedildi. Şekil 4.76a aktivasyon enerjisi -sıcaklık grafiğini göstermektedir. Grafikte her bir plato grafiğin ait olduğu tepe için aktivasyon enerjini vermektedir. Şekil 4.76b'de frekans faktörü-sıcaklık grafiğinin göstermektedir. Grafikte her bir nokta belli sıcaklıktaki frekans faktörü değerini vermektedir.



Şekil 4.76. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ için FGT tekniği kullanılarak (a) Aktivasyon enerjisi (b) frekans faktörünün hesaplanması.

Şekil 4.76a aktivasyon enerjisi (E) değerinin sıcaklığa (T) karşı grafiğini göstermektedir. $\sim 55\text{-}85$ $^{\circ}\text{C}$, $\sim 150\text{-}180$ $^{\circ}\text{C}$ ve $\sim 250\text{-}300$ $^{\circ}\text{C}$ arasında olan (~ 75 $^{\circ}\text{C}$, 165 ve 275 $^{\circ}\text{C}$ merkezli) üç plato bölgesi belirlendi. Bu plato bölgelerine karşılık gelen E değerleri sırasıyla $0,41 \pm 0,08$; $0,81 \pm 0,11$ ve $1,23 \pm 0,16$ eV olarak hesaplandı.

Şekil 4.76b frekans faktörünün sıcaklığa karşı grafiğini göstermektedir. Şekil 4.76b’de da üç plato bölgesi kaydedildi. Bu plato bölgeleri de TL eğrisinin hemen hemen benzer sıcaklık bölgelerine karşılık gelmektedir. Bu plato bölgelerine karşılık gelen s değerleri $\sim 10^{10}$, $\sim 10^{13}$ ve $\sim 10^{14} \text{ s}^{-1}$ olarak kaydedildi. FGT sonuçları Çizelge 4.5’te verilmiştir.

- İzotermal sönüm yöntemleri (isotermal TL ve Prompt Isotermal Decay-PID)

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ ’un ana dozimetrik TL eğrisinin kinetik parametrelerini belirlemek amacıyla izotermal yöntemi iki şekilde uygulandı.

- i. İzotermal sönüm yöntemi: Örnek önceden belirlenen farklı sıcaklıklarda ön ısıtılıp, o sıcaklıkta önceden belirlenen bekleme sürelerinin ardından TL okumaları gerçekleştirilmiştir (Isothermal TL).
- ii. Ani izotermal sönüm yöntemi (PID): Önceden belirlenen farklı sıcaklıklarda belirlenen bekleme süresi boyunca malzemeden yayımlanan sinyal kaydedilmiştir (Prompt Isothermal Decay (PID)).

Ani izotermal sönüm yöntemini metin içerisinde PID olarak gösterilecektir.

İzotermal yönteminde (İsotermal TL), malzemeye doz verilir ve TL ışıma eğrisinin T_m ’un altında olan önceden belirlenen sabit bir sıcaklıkta ve önceden belirlenen belirli süreler boyunca lüminesans sinyali kaydedilir. Ani izotermal sönüm yönteminde (PID) ise malzemeye doz verilir ve örneğin önceden belirlenen sıcaklıkta tutulması esnasında (optiksel olarak uyarmaksızın) lüminesans sinyali kaydedilir.

Her iki yöntem için de kaydedilen izotermal sönüm eğrileri eşitlik 4.5’de Kirsh ve Chen tarafından verilen genel mertebe kinetiği kullanılarak fit edilir (Kirsh, 1992).

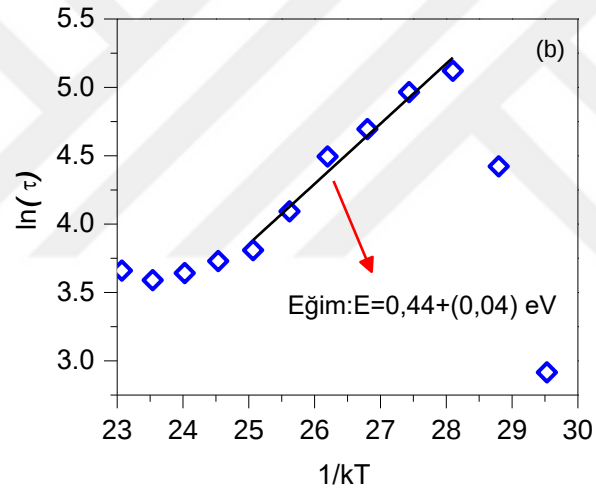
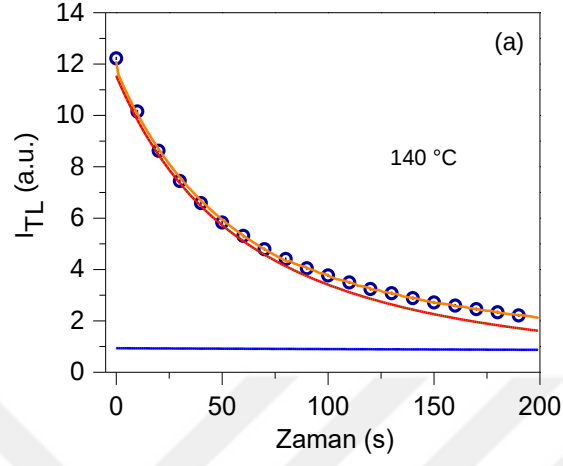
$$I(t) = I_0 \left[1 + (b - 1) \frac{t}{\tau} \right]^{-\frac{b}{b-1}}, \quad b \neq 1 \quad (4.5)$$

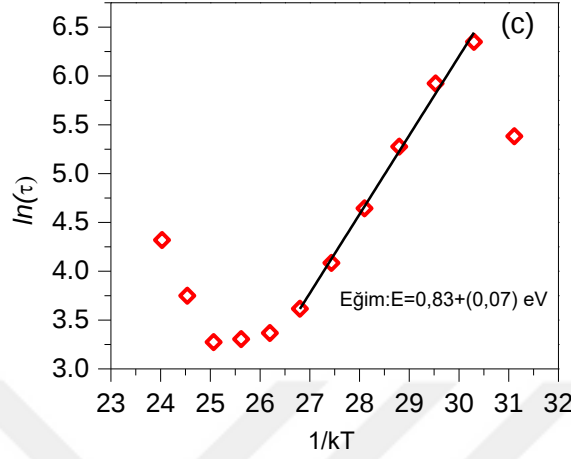
Burada $I(t)$: lüminesans sinyali, I_0 : lüminesans sinyal maksimumu, $\tau=1/\lambda$: yaşam-ömür (life time), b : kinetik derecedir.

Denklem 4.5’de verilen eşitlikte iki bağımlı değişken vardır. Bunlar b ve τ ’dur.

Bağımlı parametreleri belirlemek için kaydedilen izotermal sönüm eğrilerinin Denklem 4.5’e fit edilmesi gerekmektedir. Seçilen tüm sıcaklıklar için izotermal sönüm eğrisi için $\ln(I_{TL})$ ’nın $1/kT$ ’ye karşı grafiği çizilir. Grafiğin eğimi aktivasyon enerji değerini verir. Bu grafik lineer bir bölge vermelidir (Sfampa ve ark., 2014).

DeneySEL protokolda, 100 ve 210 °C arası sıcaklıklar alınarak 10 °C’lik artışlarla belirlenen sıcaklıklarda 200 s bekleme süresi alınarak $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ ’un izotermal sönüm eğrileri her bir sıcaklık için ayrı ayrı kaydedildi.





Şekil 4.77. (a) 140 °C’ta 200 s bekleme süresi ile ölçülen izotermal TL sönüm eğrinin Denklem 4.5’e göre fit edilmiş grafiğini (b) İzotermal TL için $\ln(\tau)$ ’nın $1/kT$ ’ye karşılık grafiği (c) “PID” için $\ln(\tau)$ ’nın $1/kT$ ’ye karşılık grafiği.

Şekil 4.77a’da verilen grafik, 140 °C’ta 200 s bekleme süresi ile ölçülen izotermal TL sönüm eğrinin Denklem 4.5’e göre fit edilmiş grafiğini göstermektedir.

Tüm izotermal (TL) sönüm eğrilerini en iyi şekilde fit edebilmek için iki bileşenli izotermal sönüm eğrisi gerekmektedir (Şekil 4.77a) kaydedilen PID eğrileri için ise tek bileşenli izotermal sönüm eğrisine iyi bir şekilde fit edilebilmektedir. Her iki yöntemde sönüm eğrileri FOM değeri %0,92-%1,21 aralığında değişen değerlerle en iyi şekilde fit edildi. Fit işlemi sonucu kinetik derece değeri her iki yöntem için de 1,85-1,99 aralığında bir değer olarak belirlendi.

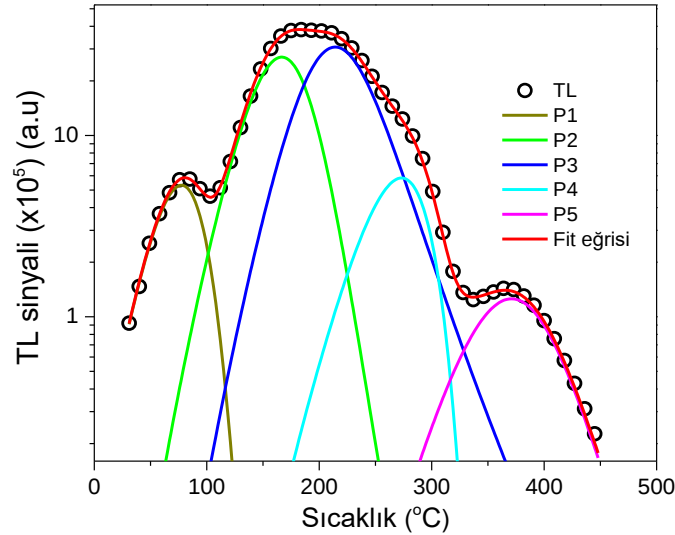
Şekil 4.77b belirlenen her sıcaklıkta kaydedilen izotermal TL eğrileri için fit işlemleri sonucundan bulunan yaşam-ömür (life-time) değerinin logaritması alınarak, $\ln(\tau)$ ’nin $1/kT$ ’ye karşılık grafiğini, Şekil 4.77c ise “PID” için $\ln(\tau)$ ’nin $1/kT$ ’ye karşılık grafiğini göstermektedir. Grafikte lineer bölge seçilip lineer bir

fonksiyona ($y=ax+b$) fit edilmiştir. Fit eğiminden aktivasyon enerjisi izotermal TL için $E=0,44$ eV ve PID için ise $E=0,83$ eV olarak hesaplanmıştır. İlgili sonuçlar Çizelge 4.5’da verilmiştir.

- Bilgisayar yardımlı tepe ayrıştırma yöntemi (CGCD metodu)

Kitis ve ark., (1998) tarafından denklem 4.4’te verilen genel mertebe kinetik TL eşitliği kullanılarak, 10 Gy doz sonrası $2\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ ısıtma hızı ile kaydedilen $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ ’un TL eğrisi excel ofis yardımıyla bileşenlerine ayrıştırıldı (Şekil 4.78).

En iyi fit değeri FOM değeri ile kontrol edildi. Belirlenen FOM değeri $\%1,1$ ’den az değerdedir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ ’un TL eğrisi beş tepeden oluşan bir TL eğrisine en iyi şekilde fit edilebildi. TL eğrisini oluşturan TL tepelerinin aktivasyon enerji değerleri sıcaklık arttıkça artmıştır. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ ’un TL eğrisini oluşturan her bir TL tepesinin E, s ve b değerleri hesaplandı. Sonuçlar Çizelge 4.5’da verildi.



Şekil 4.78. CGCD yöntemi ile $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ ’un TL eğrisinin bileşenlerine ayrıştırılması.

Çizelge 4.5'te verilen 4 yöntem kullanılarak elde edilen sonuçlar verilmiştir.

Çizelge 4.5. FGT, İzotermal sönüm yöntemleri ve CGCD yöntemleri kullanılarak elde edilen kinetik parametre karşılaştırmaları.

	FGT			İzotermal sönüm yöntem		CGCD				
				İzotermal-TL	Ani izotermal sönüm (PID)	TL bileşenleri	T _m (°C)	E (eV)	b	s (s ⁻¹)
	Plato (°C)	E (eV)	s (s ⁻¹)	E (eV)	E (eV)					
Tepe 1	55-85	0,41	10 ¹⁰	-	-	P1	79	0,52	1,10	10 ⁶
Tepe 2	150-180	0,81	10 ¹³	0,44	0,87	P2	167	0,76	1,38	10 ⁷
	250-300	1,29	10 ¹⁴			P3	214	0,93	1,87	10 ⁸
						P4	275	0,99	1,00	10 ⁸
Tepe 3	-	-	-	-	-	P5	373	1,2	1,57	10 ⁸

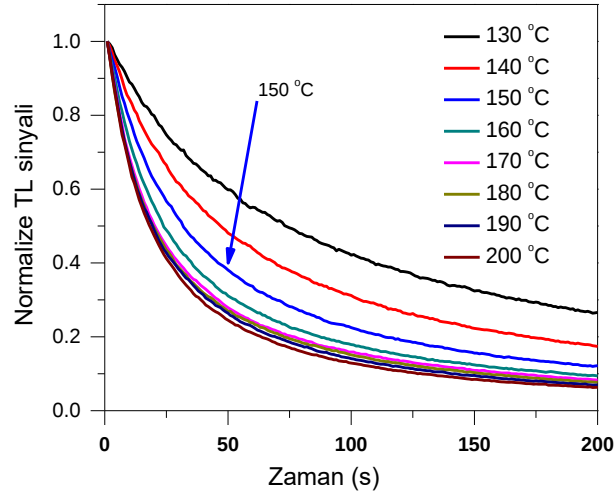
$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ tuzak parametrelerinin genel bir değerlendirilmesi yapılacak olursak:

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ 'un 10 Gy doz sonrası kaydedilen TL ışıma eğrisi Şekil 4.72'de verilmiştir. Malzemenin 205°C 'deki ana dozimetrik TL eğrisi en az iki TL tepesinin üst üste gelmesi ile oluşan kompleks bir yapıdadır. Kompleks TL eğrilerden tuzak parametre hesaplamaları literatürde verilmiştir. Bu çalışmada çoğunlukla ana dozimetrik TL eğrisinin tuzak parametreleri hesaplamaları üzerine yoğunlaşmıştır.

FGT tekniği ile CGCD yöntemlerinin sonuçlar tutarsızdır. FGT tekniği $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ 'un TL eğrisinin üç tane TL tepesinden oluştuğunu söylemektedir (Şekil 4.76a- üç plato bölgesi olması nedeniyle). CGCD sonuçları ise malzemenin TL eğrisinin beş TL tepesinden meydana geldiğini göstermektedir. Bu sonuçlar oldukça çelişkilidir. Bu çalışmada bu farklılıkların sebeplerini açıklamak üzere izotermal sönüm yöntemi (isothermal TL ve PID) kullanılmıştır.

FGT tekniğinden ve uygulanan diğer tekniklerden elde edilen kinetik parametre sonuçları oldukça tutarsızdır. FGT tekniğinde aktivasyon enerjisi-sıcaklık grafiğinde yeterince geniş olmayan sadece üç plato bölgesi olduğu kaydedildi. Bu plato bölgelerinin yukarıya doğru süreklilik eğilimindedir. Bu sürekliliğin sebebi ya malzemenin tam kristal formda olmaması ya da bir tünelleme rekombinasyon (lokalize bir rekombinasyon) (elektronun en yakın tuzaklara geçmesi) yolunun varlığıdır. Bu nedenler içerisinde amorf yapının muhtemel mevcudiyetini Bölüm 4.2.3’de verilen XRD grafiğine göre en azından çoğunlukla kristal bir fazın oluşması nedeniyle ihmal edebiliriz (Şekil 4.16).

İzotermal sönüm yöntemi ile ana dozimetrik eğri için hesaplanan aktivasyon enerjisi 0,45 eV olarak hesaplandı. Bu sonuç çok düşük bir değerdir! Lokalize bir rekombinasyon yolunun varlığı PID analizinin sonuçları ile doğrulandı. Şekil 4.79 izotermal sönüm eğrilerinin başlangıç sinyaliyle normalize edilmiş I_{TL} grafiğini göstermektedir.



Şekil 4.79. Farklı sıcaklıklarda normalize izotermal TL eğrilerinin değişim grafiği.

Açıkça görüldüğü gibi, 150 ° C'nin üzerindeki uyarım sıcaklıkları için, normalize edilmiş I_{TL} ölçümleri çakışmaktadır. Literatürde Durango apatit ve $MgB_4O_7:Dy,Na$ gibi çeşitli dozimetrik malzemelerin izotermal TL sinyallerinin farklı davranışları verilmiştir (Kitis ve ark., 2016; Sfampa ve ark., 2014). Bu yazarlar benzer özelliklerini lokalize geçişler için önermişlerdir. Aksine, artan sıcaklıklarda PID ana dozimetrik eğri için bir aktivasyon enerji değeri $0,83 \pm 0,07$ eV sağlar. Bu sonuç CGCD analizi ile elde edilen ana dozimetrik TL tepesi için bulunan sonuç ile uyumludur. Ek olarak normalize edilmiş PID eğrileri Şekil 4.79'daki gibi çakışmamaktadır.

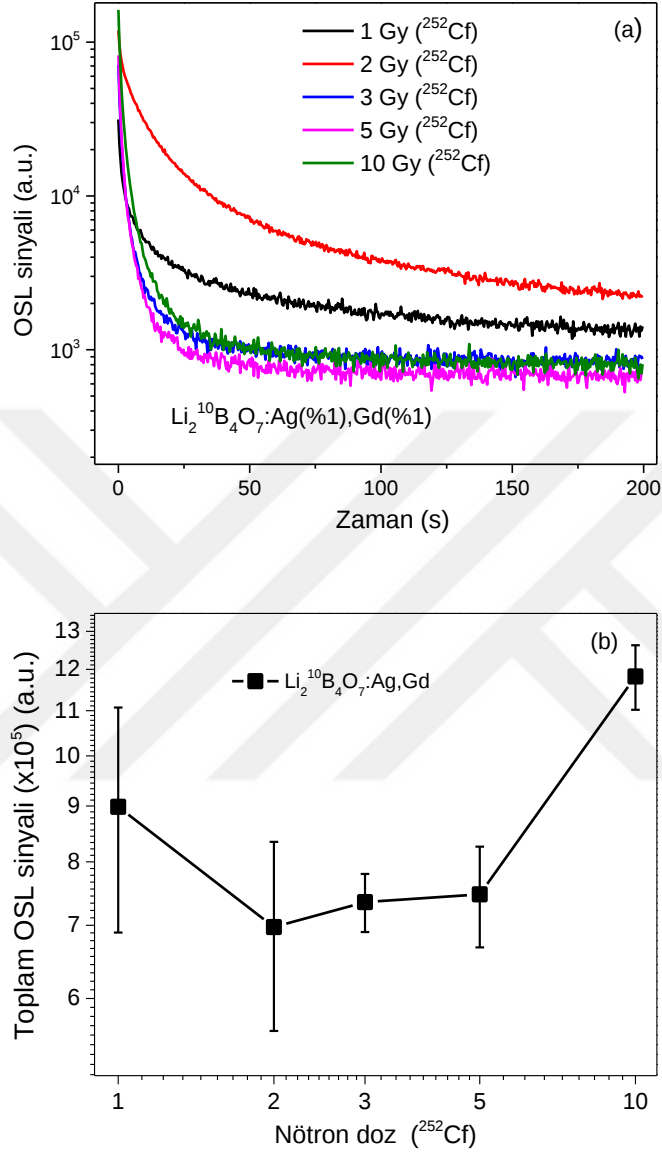
4.6. Nötron radyasyonuna tutma çalışmaları

$Li_2^{10}B_4O_7:Ag(\%1),Gd(\%1)$ ($Li_2^{10}B_4O_7:Ag,Gd$) malzemesinin sentezlenmesi ve malzemelerin ^{252}Cf nötron doz ışınlamaları ile ilgili protokol Bölüm 3.2.6'da verilmiştir.

$Li_2^{10}B_4O_7:Ag,Gd$ malzemesi parçaçık boyutları 90 μm 'dan küçük ve 90-140 μm olmak üzere iki gruba ayrıştırılmıştır. Her iki parçaçık grubu ^{252}Cf nötron dozuna maruz bırakılıp nötron doz- cevap eğrileri kaydedilmiştir.

- $Li_2^{10}B_4O_7:Ag,Gd$ 'un nötron doz sonrası OSL sönüm eğrileri (<90 μm 'den küçük parçaçık boyutlu)

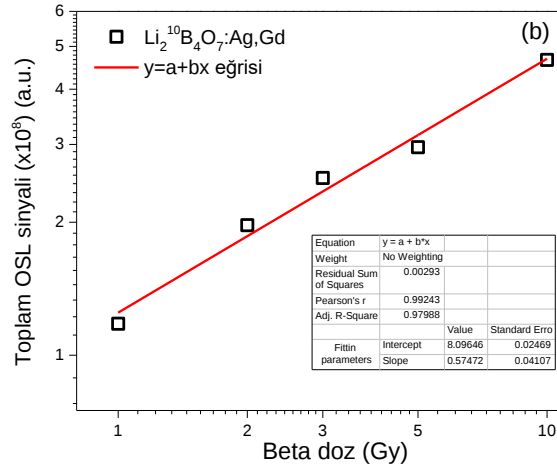
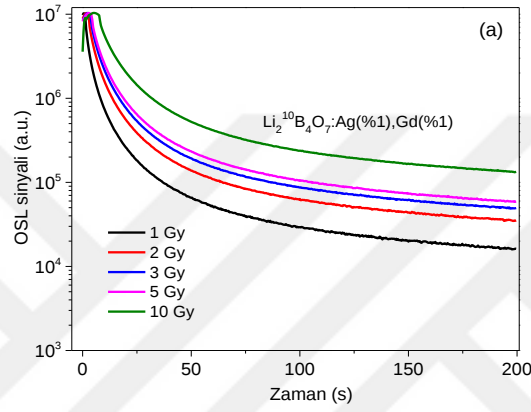
Şekil 4.80a'da $Li_2^{10}B_4O_7:Ag,Gd$ 'un OSL sönüm eğrileri önceden belirlenen 1,2,3,5 ve 10 Gy nötron doz sonrasında 120 °C'de 10 s süre ön ısıtma sonrası 200 s boyunca kaydedildi. Şekil 4.80b'de ise aynı OSL sönüm eğrilerinin 0-200 s toplam alanı alınarak nötron dozlarına karşı grafiğini göstermektedir.



Şekil 4.80. (a) $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un (90 μm 'den küçük)) nötron dozları sonrası OSL sönüm eğrileri (b) Toplam OSL sinyalinin nötrona dozlarına karşı değişimleri.

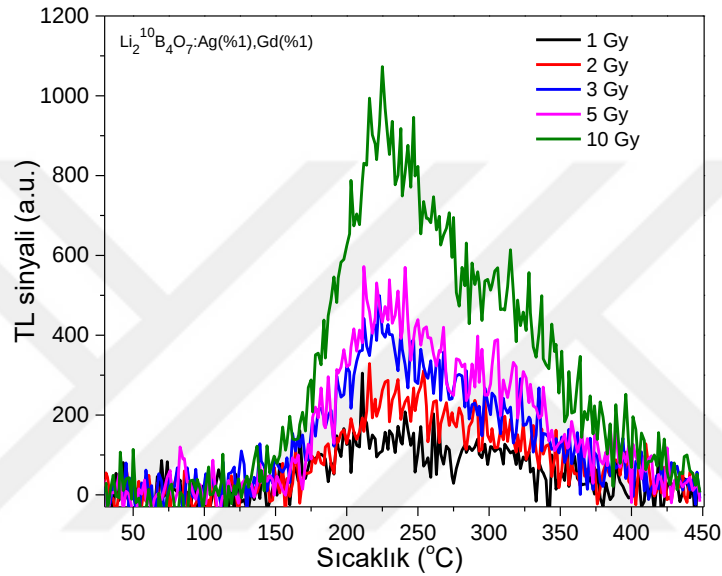
- $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un beta doz sonrası OSL sönümü eğrileri (90 μm 'den küçük parçacık boyutlu)

Şekil 4.81a'da $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag},\text{Gd}$ 'un OSL sönüm eğrileri önceden belirlenen 1, 2, 3, 5 ve 10 Gy beta doz sonrasında 120 °C'de 10 s süre sonrası 200 s boyunca kaydedildi. Şekil 4.81b'de ise aynı OSL sönüm eğrilerinin 0-200 s toplam alanı alınarak beta dozlarına karşı grafiğini göstermektedir.



Şekil 4.81. $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag},\text{Gd}$ 'un (90 μm 'den küçük) beta dozları sonrası OSL sönüm eğrileri (b) Toplam OSL sinyalinin beta dozlarına karşı değişimleri.

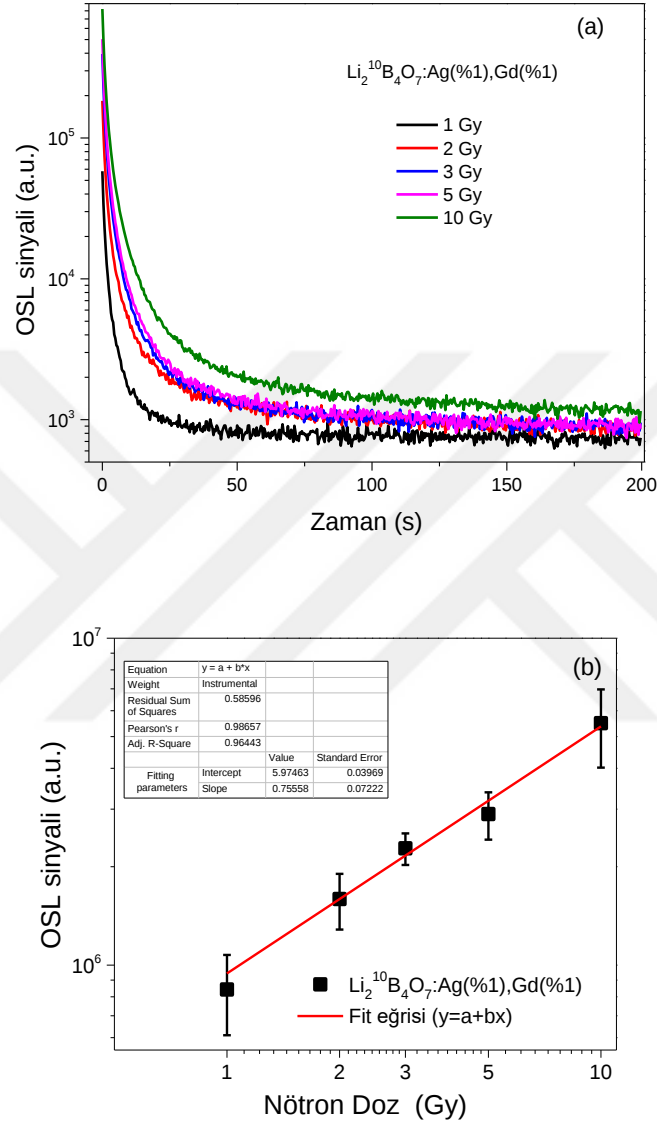
Şekil 4.82’de $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag},\text{Gd}$ ’mun 1 ile 10 Gy arası ^{252}Cf kaynağı ile nötron ile ışınlama sonrası $5\text{ }^\circ\text{C/s}$ ısıtma hızı ile oda sıcaklığından $450\text{ }^\circ\text{C}$ ’ye kadar kaydedilen TL eğrilerini göstermektedir. TL ölçümlerinde Hoya U-340 filtresi kullanıldı.



Şekil 4.82. $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag},\text{Gd}$ ’un ($90\text{ }\mu\text{m}$ ’den küçük) nötron doz sonrası Hoya U-340 filtresi kullanılarak kaydedilen TL eğrisi.

- $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag},\text{Gd}$ ’mun nötron doz sonrası OSL sönüm eğrileri ($90\text{-}140\text{ }\mu\text{m}$ parçacık boyutu)

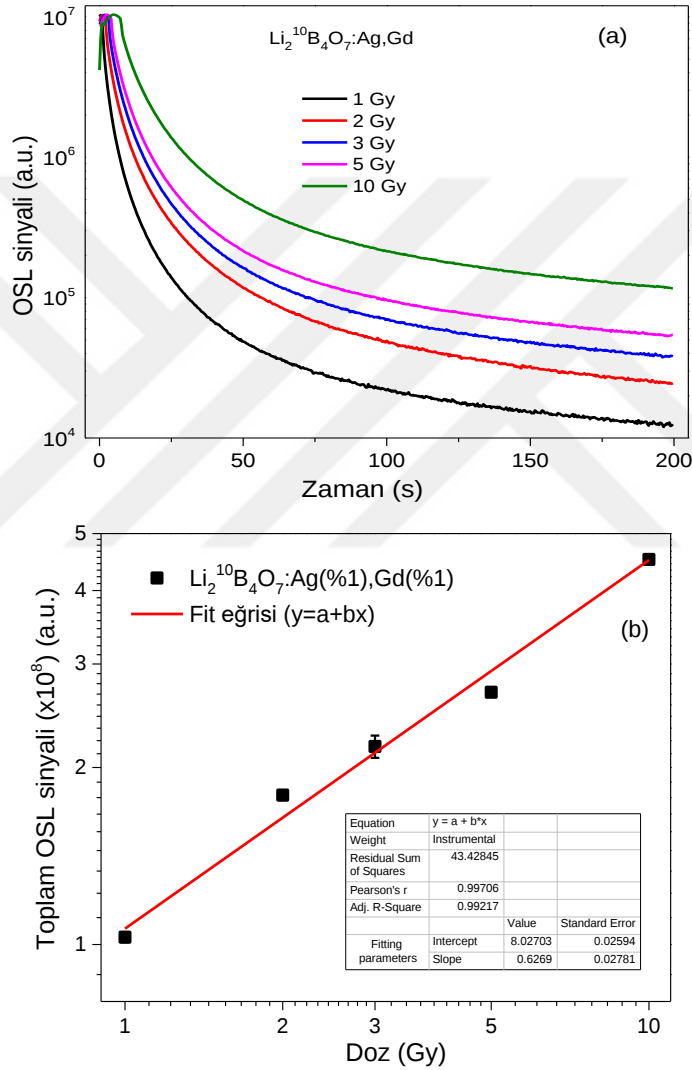
Şekil 4.83’da $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag},\text{Gd}$ ’un OSL sönüm eğrileri önceden belirlenen 1,2,3,5 ve 10 Gy nötron doz sonrasında $120\text{ }^\circ\text{C}$ ’de 10 s süre sonrası 200 s boyunca kaydedildi. Şekil 4.83b’de ise aynı OSL sönüm eğrilerinin 0-200 s toplam alanı alınarak nötron dozlarına karşı grafiğini göstermektedir.



Şekil 4.83. (a) $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag},\text{Gd}$ 'un nötron dozları sonrası OSL sönüm eğrileri (b) Toplam OSL sinyalinin nötrona dozlarına karşı değişimleri (90-140 μm).

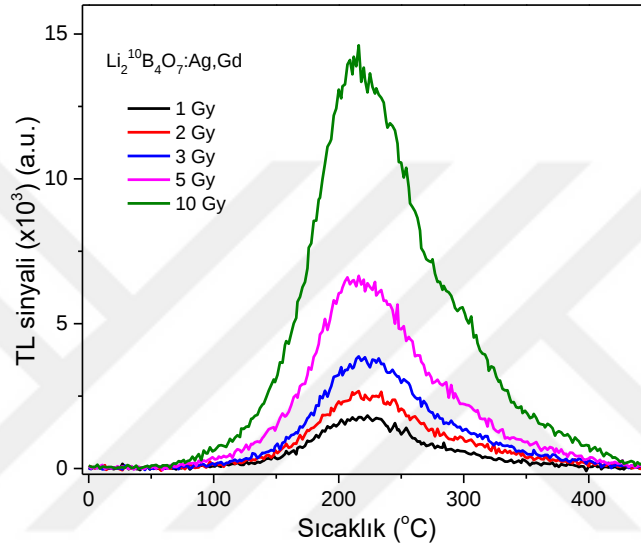
- $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag},\text{Gd}$ 'un beta doz sonrası TL eğrileri (90-140 μm parçacık boyutu)

Şekil 4.84a'da $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un OSL sönüm eğrileri önceden belirlenen 1, 2, 3, 5 ve 10 Gy beta doz sonrasında 120 °C'de 10 s süre sonrası 200 s boyunca kaydedildi. Şekil 4.84b'de ise aynı OSL sönüm eğrilerinin 0-200 s toplam alanı alınarak beta dozlarına karşı grafiğini göstermektedir.



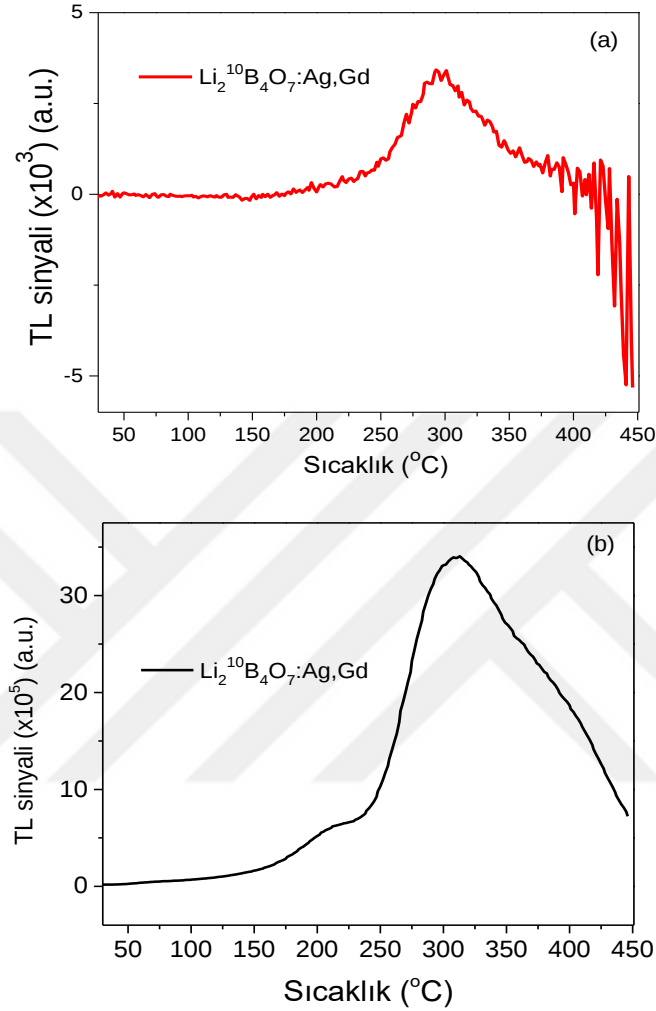
Şekil 4.84. (a). $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un beta doz sonrası OSL sönüm eğrileri (b) Toplam OSL sinyalinin beta dozlarına karşı değişimleri (90-140 μm).

Şekil 4.85’de $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ ’un 1 ile 10 Gy arası ^{252}Cf kaynağı ile nötron ile ışınlama sonrası $5\text{ }^\circ\text{C/s}$ ısıtma hızı ile oda sıcaklığından $450\text{ }^\circ\text{C}$ ’ye kadar kaydedilen TL eğrileri göstermektedir. TL ölçümlerinde Hoya U-340 filtresi kullanıldı.



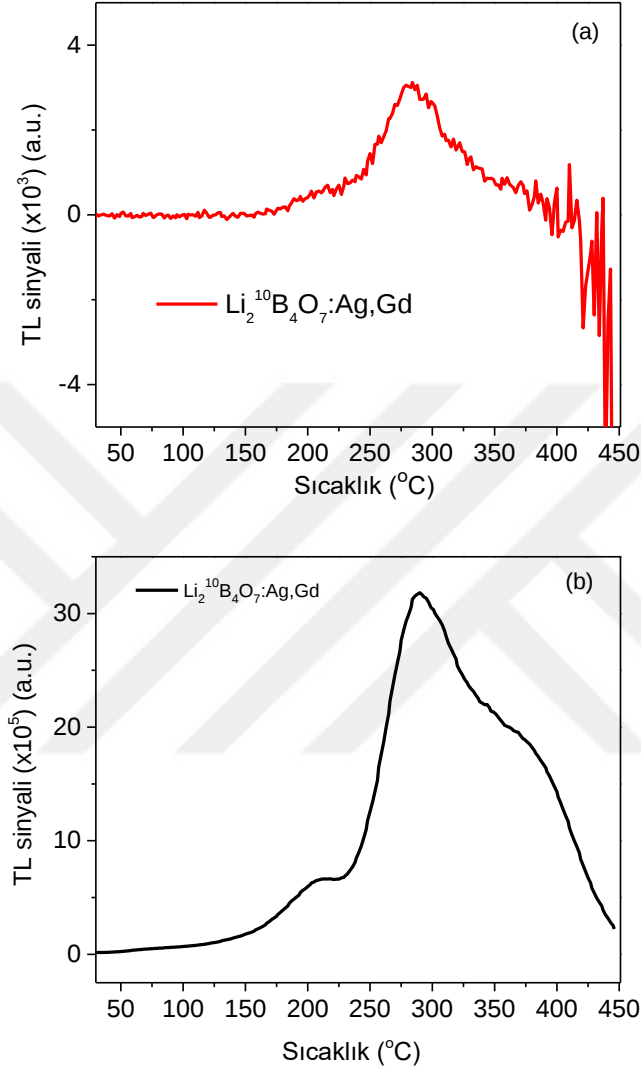
Şekil 4.85. $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ ’un nötron doz sonrası Hoya U-340 filtresi kullanılarak kaydedilen TL eğrisi (90-140 μm).

Şekil 4.86a’da $90\text{ }\mu\text{m}$ ’den küçük parçacık boyutuna sahip olan $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ ’un 10 Gy nötron doz sonrası $5\text{ }^\circ\text{C/s}$ ısıtma hızı ile oda sıcaklığından $450\text{ }^\circ\text{C}$ ’ye kadar kaydedilen TL eğrilerini göstermektedir. Şekil 4.86b’ de ise aynı malzemenin 10 Gy doz beta sonrası $5\text{ }^\circ\text{C/s}$ ısıtma hızı ile $450\text{ }^\circ\text{C}$ ’ye kadar kaydedilen TL eğrilerini göstermektedir. TL okumalarında Schot BG-39 filtresi kullanıldı.



Şekil 4.86. (a) $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un 10 Gy nötron doz sonrası TL eğrisi (b) $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un 10 Gy beta doz sonrası TL eğrisi (<90 μm küçük parçacık boyutlu).

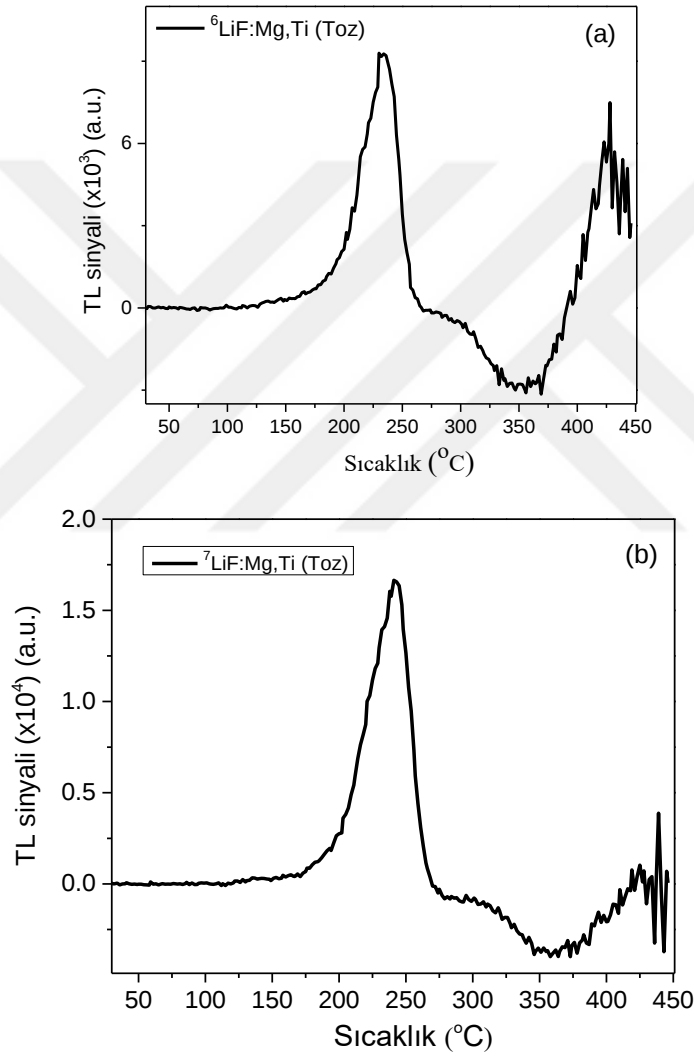
Şekil 4.87a'da 90-140 μm parçacık boyutuna sahip olan $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un 10 Gy nötron doz sonrası 5 $^\circ\text{C/s}$ ısıtma hızı ile 450 $^\circ\text{C}$ 'ye kadar kaydedilen TL eğrisini göstermektedir. Şekil 4.87b ise aynı malzemenin 10 Gy beta doz sonrası 5 $^\circ\text{C/s}$ ısıtma hızı ile 450 $^\circ\text{C}$ 'ye kadar kaydedilen TL eğrisini göstermektedir. TL okumalarında Schot BG-39 filtresi kullanıldı.



Şekil 4.87. (a) 90-140 μm parçacık boyutuna sahip olan $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'ün 10 Gy nötron doz sonrası TL eğrisi (b) 10 Gy beta doz sonrası TL eğrisi.

Şekil 4.88a Sigma Aldrich firmasından temin edilen toz $^6\text{LiF}:\text{Mg,Ti}$ (TLD-600)'ün 10 Gy nötron doz sonrası 5 $^\circ\text{C/s}$ ısıtma hızı ile oda sıcaklığından 450 $^\circ\text{C}$ 'ye kadar kaydedilen TL ışıma eğrisini göstermektedir.

Şekil 4.88b’de ise aynı firmadan temin edilen toz $^7\text{LiF:Mg,Ti}$ (TLD-700)’ün 10 Gy nötron doz sonrası 5 °C/s ısıtma hızı ile oda sıcaklığından 450 °C’ye kadar kaydedilen TL ışıma eğrisini göstermektedir. TL ölçümlerinde Schott BG-39 filtresi kullanıldı.



Şekil 4.88. (a) $^6\text{LiF:Mg,Ti}$ (TLD-600)’ün 10 Gy nötron doz sonrası TL eğrisi (b) $^7\text{LiF:Mg,Ti}$ (TLD-700)’ün 10 Gy nötron doz sonrası TL eğrisi.

- $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ malzemesinin nötron doz-cevapları ile ilgili genel bir değerlendirme:

Nötronlar yüksüz oldukları için atomların elektronları ile etkileşime girmemektedir ve dolayısıyla iyonlaşmaya ya da uyarmaya sebep olmamaktadır. Bu yüzden doğrudan tespit edilmeleri mümkün değildir. Nötronların varlığının belirlenmesi için atom çekirdeği ile etkileşime girmeleri gerekmektedir. Bu dedektörlerle nötron etkileşmesi sonucu oluşan ikincil iyonlaştırıcı ışınlar ölçülür. Nötronlar yüksüz olduğundan, nötron dedektöründe bir nötron-iyonizasyon tanecik dönüştürücüsü bulunmalıdır. Bu dönüştürücüler yüksek nötron tesir kesitine sahip iyonlar olmalıdırlar, örneğin ^6Li ve ^{10}B iyonları yüksek nötron tesir kesitine sahiptirler (McKeever ve ark., 1995). Parçacık fiziği ve çekirdek fiziğinde nötron tesir kesiti, gelen nötronun hedef çekirdekle etkileşime girme ihtimalini ifade eder. Tesir kesiti (σ) için kullanılan standart birim barndır. 1 barn 10^{-28} m^2 veya 10^{-24} cm^2 'ye eşittir. ^6Li ve ^{10}B için σ leri sırasıyla 940 ve 3840 barn'dır. Bu yüzden üstün dozimetrik özellik gösteren $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ malzemesinin aynı iyon konsantasyonları alınarak ($\text{Ag}(\%1)$, $\text{Gd}(\%1)$) 10 izotopu ile zenginleştirilmiş borik asit ($\text{H}_3^{10}\text{BO}_3$) kullanılarak $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ malzemesi sentezlenip nötronlara olan hassasiyetleri araştırıldı.

Şekil 4.80' de 90 μm parçacık boyutundan küçük $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ 'un artan nötron dozları ile OSL sinyalinin düzenli olarak artmadığı kaydedildi. Bu düzensizliklerin sebepleri; Nötron kaynağının örnek pozisyonuna göre kalibre edilmemesinden olduğunu söyleyebiliriz.

$\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ un nötron radyasyonuna maruz sonrası iyi bir TL ve OSL sinyalleri kaydedildi (Şekil 4.83 ve 4.85). TLD 600 ve TLD 700' lerin TL eğrileri ile de karşılaştırıldı.

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ tabanlı nötron dozimetresi geliştirmek için çok daha detaylı çalışmalara ihtiyaç vardır. Ön çalışma sonuçları $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7\text{:Ag,Gd}$ un nötron dozimetresi olarak kullanımı için geliştirilmesi ve üzerinde durulması gereken bir malzeme olduğunu söyleyebiliriz.



5. SONUÇ VE ÖNERİLER

- TL dozimetresi olarak $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu},\text{B}$ malzemesi ile ilgili sonuç ve öneriler:

Çözelti Yanma sentez yöntemi ile $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'a önceden belirlenen kütlece % 0,005-0,1 arasında değişen dört farklı konsantrasyonda bakır (Cu) ve kütlece % 0,001-0,3 arasında değişen dört farklı konsantrasyonda bor (B) iyonları seçilerek katkılar yapılmıştır. 800 °C'de 4 saat süre ile sinterleme sonucu elde edilen $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu}(\%0,01),\text{B}(\%0,001)$ yani $(\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu},\text{B})$ malzemesi 1 Gy beta dozu sonrası 140 °C, 10 s süre ön ısıtma işleminden sonra kaydedilen TL eğrisi yüksek hassasiyetli ideal yalın TL eğrisi olarak umut vaat etmiştir. Katkılanan Cu iyonu TL hassasiyetini ileri bir derece iyileştirme sağlamıştır. Burada Cu iyonlarının düşük yüzdelerde katkılanması çok önemlidir. Bakır iyonunun yanına katkılanan B iyonu ise yardımcı aktivatör olarak etki etmiştir. Çünkü $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu}(\%0,01)$ malzemesinin TL ısıtma eğrisi 125 ve 210 °C iki tepeden oluşur. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu}(\%0,01)$ üzerine eklenen Boron (B) malzemenin TL sinyal şeklini değiştirmeden sinyal maksimumunu artırdığından dolayı B iyonu burada yardımcı aktivatör olarak etki etmiştir. Literatürde daha önce $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ tabanlı malzemelere katkı iyonu olarak B katkılanmamıştır. Bu nedenle ilk olarak tez kapsamında katkılanarak TL üzerine etkisi araştırılmıştır. B iyonunun etkisi TL eğrisinde iyileştirmelere yol açmıştır. Bunun sebebi B bir elektronu eksiktir yani değerlik elektronlarının sayısı, elektronik konfigürasyonda mevcut olan orbitallerden daha azdır. Bu elektron yetersizliği nedeniyle, bor yeni bir mekanizma benimseme ve bağlar üretme eğilimindedir. Fakat burada dikkat edilmesi gereken B'nin “düşük konsantrasyonlarda” katkılanmasıdır. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu},\text{B}$ 'nun (B'un katkılanmasıyla) oluşturduğu enerji mekanizmaları çalışılabilir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Cu},\text{B}$ 'nun yapısal karakterizasyon analizleri X-ışını kırınımı (XRD), FTIR ve Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) yöntemleriyle çalışılmıştır. Malzemenin XRD kırınım desenlerinin konum ve şiddetleri ICDD 98-041-9673 nolu PDF kartında verilen $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ile uyum içindedir. Tetragonal kristal örgü yapısına sahip olduğu

belirlenmiştir. Malzemenin FTIR sonuçlarında XRD sonuçları ile desteklemektedir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'a katkılanan Cu ve B iyonlarının yüzde konsantrasyonu yeni bir molekül titreşimlerini meydana getirmediğini söyleyebiliriz. Çözelti yanma sentez yöntemiyle $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ malzemesini başarılı bir şekilde sentezlenmiştir.

Malzemenin 0,1 ile 20 Gy arasında lineer bir doz cevap eğrisine sahip olduğu belirlenmiş ve MDD değeri $\sim 23 \mu\text{Gy}$ olarak hesaplanmıştır. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ 'nın tekrarlanabilirliği 9 döngüye kadar test edilmiştir ve ilk okumaya göre % 1,5 içerisinde sapma göstermiştir. TL malzemesinin mükemmel bir tekrarlanabilirliğe sahip olduğunu söyleyebiliriz. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ 'nın foton-elektron enerjilerine verdikleri yanıtlar 1 ile % 1,5 arasında değişim göstermektedir. Farklı enerjilere verdikleri yanıtlar enerjiden bağımsızdır. Bu dozimetre için arzu edilen bir durumdur. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ 'nın hem güneş ışığında hem de laboratuvar ortamında karanlıkta solması çalışılmıştır. Karanlık ortamdaki solma grafiği % 10 içerisinde bir ay (4 hafta)'a kadar inişli-çıkışlı dalgalanmalar kaydedilmiştir. Dalgalanmaların sebebi derin tuzaklardan dozimetrik tuzaklara gelen yük (elektron) transferi olarak yorumlanmıştır. Dalgalanmalara sebep olan yük transferinin mekanizması daha derinlemesine çalışması gerekmektedir. Malzemenin direk güneş ışığındaki solma deneyinde 400°C 'deki TL tepe sinyali maksimumu 6 saat sonunda artmıştır. Genelde derin tuzaklardan daha sık tuzaklara yük transferi olurken çalıştığımız malzemede 6 saat için tam tersi durum gözlemlenmiştir. Buna sebep olan fototransfer mekanizması çalışılabilir. VHR, IR ve CGCD yöntemi ile malzemenin TL ışıma eğrisinden tuzak parametresi çalışılmıştır. Ana dozimetrik TL tepesinin aktivasyon enerjisi diğer yöntemlerde bulunan değerlerle karşılaştırılabilir bir seviyededir. Aktivasyon enerjisi P1 için IR ve CGCD sonuçları sırasıyla 1,22 ve 1,23 eV gibi bir uyum içinde olmakla birlikte, P1 için VHR sonuçlarının aktivasyon enerjisi için %10 farkı vardır.

Sonuç olarak $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7\text{:Cu,B}$ 'nın iyi bir tekrarlanabilirliğinin olması, geniş bir aralıkta beta radyasyonuna karşı lineer bir davranış göstermesi, foton ve elektron

enerjilerinden bağımsız olması ve yalın bir TL eğrisine sahip olması nedeniyle kişisel ve medikal dozimetrelerde kullanılabilir.

- OSL dozimetresi olarak $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ malzemesi ile ilgili sonuç ve öneriler:

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$, ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$) malzemesi çözelti yanma sentez yöntemiyle sentezlenmiş ve 800 °C sıcaklıkta 2 saat süre ile sinterlenmiştir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün yapısal karakterizasyon analizleri X-ışını Kırınımı (XRD), FTIR ve SEM yöntemleriyle çalışılmıştır. Malzemenin XRD kırınım desenlerinin konum ve şiddetleri ICDD 98-013-0018 nolu PDF kartında verilen $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ile uyum içerisinde. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün tetragonal kristal yapısına sahip olduğu belirlenmiştir. Malzemenin FTIR sonuçları da XRD analizini desteklemektedir. Katkı iyonlarının yeni bir molekül titreşimlerini meydana getirmedeğini söyleyebiliriz. SEM görüntüsünün farklı kısımlarından alınan parçaçık boyutu dağılımı 90-150 µm aralığında belirlenmiştir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün başarılı bir şekilde sentezlendiğini söyleyebiliriz. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün PL emsiyon eğrileri iki farklı tepe şeklinde kaydedildi. Bunlardan birinci tepe maksimumu ~272 nm dalga boyunda olan ultraviyole (UV) bölgede ve bir diğeri ise tepe maksimumu ~526 nm olan görünür bölge aralığına düşen yeşil bölgede kaydedilmiştir. PL spektrumunda 272 nm'de merkezlenen emisyon $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'a Ag^{+1} iyonu katkılanmasıyla meydana gelen metal merkezli $4d^{10} \leftrightarrow 4d^9s^5$ geçişine atfedilmektedir. 272 nm'de gözlenen emisyon literatürle uyum içerisinde olduğunu fakat PL spektrumunda gözlenen tepe maksimumu ~526 nm boyunda kaydedilen emisyon bandı literatürde daha önceden Ag katkılı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ için gözlenmemiştir. Bundan Ag^{2+} iyonlarını içeren bir yük transfer mekanizmasının sorumlu olduğunu önerilebilir. Buna neden olan mekanizma çalışılabilir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün iyi bir tekrarlanabilirliğine sahip olması, ~7 Gy'den 100 Gy'e kadar lineer olması , hem TL hem de OSL özelliğinin göstermesi nedeniyle üzerinde durulması gereken bir malzeme olduğunu göstermektedir, Fakat solma (fading) dezavantajı vardır. Bu problemi çözmek için $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$ 'ün yanına başka bir iyon katkılanarak problem çözülebilir.

- OSL dozimetresi olarak $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag},\text{Gd}$ malzemesi ile ilgili sonuç ve öneriler

Çözelti Yanma sentez yöntemi ile $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'a önceden belirlenen kütlece % 0,05 - %1 arasında değişen 5 farklı konsantrasyonda gümüş (Ag) ve kütlece % 0,5 - %2 arasında değişen 3 farklı konsantrasyonlarda Gadolinyum (Gd) iyonları seçilerek katkılarları yapılmıştır. 800 °C'de 2 saat süre ile sinterleme sonucu elde edilen $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1),\text{Gd}(\%1)$ yani ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag},\text{Gd}$) malzemesi 1 Gy beta dozu sonrası 120 °C, 10 s süre ön ısıtma işleminden sonra kaydedilen OSL sönüm eğrisi, diğer katkılarla kıyasla en yüksek OSL sinyali verdiği için dolayı umut vadetmiştir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'a katkılanan gümüş konsantrasyonu önemli ölçüde hem TL hem de OSL sinyalini arttırmıştır. OSL sinyali gümüş konsantrasyonu arttıkça $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 'a göre ~ 116 kat arttırmıştır. Ag katkısı OSL sinyalini önemli ölçüde iyileştirmiştir. Gümüş katkılı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$)'a Gd iyonunun katkılanması OSL sinyalini %16 oranında arttırmıştır. Literatürde şu ana kadar $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag},\text{Gd}$ malzemesinin OSL dozimetresi olarak çalışması mevcut değildir. Literatürde gümüş katkılı lityum tetraborat ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}$) malzemesi TL/OSL özelliğinden dolayı büyük ilgi çekmiştir. Fakat, malzemenin X-ışını Lüminesans (XL) spektrum çalışmaları literatürde fazlaca çalışılmamıştır. Tez kapsamında $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$, $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Gd}(\%1)$ ve $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1), \text{Gd}(\%1)$ malzemeleri XL spektrumları detaylı bir şekilde yorumlanmıştır. Katkısız $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ XL spektrumu maksimum 312 nm konumlanan tek geniş ve asimmetrik bir tepe kaydedilmiştir. Asimmetrik yapı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ kristalinin kompleks bir yapıda olduğunu göstermektedir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ kristal yapısına gümüş iyonları girmesiyle ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$) emisyon bandında ultraviyole bölgesine yakın tepe maksimumu 265 nm dalga boyuna denk gelen emisyon tepesi kaydedilmiştir. Ag iyonunun $4d^9s^5 \leftrightarrow 4d^{10}$ geçisinden dolayı 265 nm de emisyon vermekte ve Ag^{+1} merkezli bir emisyon olduğunu göstermektedir. Literatürde PL ile yapılan spektrum çalışmalarıyla eşleşmektedir. 317 nm'de geniş bir tepe ile görünür bölgede olan ~ 590, 609, 624

ve 706 nm olan 4 tane keskin emisyon tepesi kaydedildi (Şekil 4.21) Şekil 4.21’de görüleceği üzere görünür bölgede emisyon tepelerinin dağınıklığı Gd iyonunun Li^+ iyon çevresinde Bölüm 4.3.3’de verilen sebeplerden dolayı lokal bir düzensizlik olduğunu söyleyebiliriz. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ kombinasyonu kaydedeğer bir ikilidir. Bunun arasındaki enerji transferi çok daha detaylı bir şekilde çalışılabilir. Yeni bir uygulama alanında farklı amaçlar için uygulanabilirliği araştırılabilir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ ’un yapısal karakterizasyon analizleri X-ışını kırınımı (XRD), FTIR ve SEM yöntemleriyle çalışılmıştır. Malzemenin XRD kırınım desenleri konum ve şiddetleri ICDD 98-013-0018 nolu PDF kartında verilen $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ile uyum içerisinde bulunmuştur. Tetragonal kristal yapısına sahip olduğu belirlenmiştir. Malzemenin FTIR sonuçlarında XRD analizini desteklemektedir. Katkı iyonlarının yeni bir molekül titreşimini meydana getirmediğini söyleyebiliriz. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ malzemesinin başarılı bir şekilde sentezlediğimizi söyleyebiliriz. TL eğrisi ile OSL sönüm eğrisi arasındaki ilişki çalışılmıştır. 80 °C ve 210 °C TL eğrileri 50, 100, 200 ve 400 s uyarım süreleri altında, önceden belirlenen 30-110 °C (TL-Tepe 1), 110-330 °C (TL-Tepe 2) ve 30-450 °C (Toplam-TL) sıcaklık aralıkları kullanılarak davranışları araştırılmıştır. “TL Tepe 1” eğrisinin birinci derece kinetiğe ($b=1$) sahip olduğu ve “TL Tepe 2” eğrisinin birinci derece olmayan ($b \neq 1$) kinetiği sahip olduğu belirlenmiştir. Malzemenin ana dozimetrik TL eğrisi (TL Tepe 2) kompleks ve karmaşık TL eğrilerden meydana geldiği ve mavi ışığa hasas ve hasas olmayan TL tuzaklarının bulunduğu belirlenmiştir. Toplam TL alanın (30-450 °C) farklı uyarım süreleri altında davranışı, 110-330 °C arasındaki eğrinin davranışının altında yer almaktadır. Bu davranış 350 °C üzerindeki derin tuzaklardan, 110-330 °C bölgesi aralığından sorumlu TL tuzak gruplarına yük transferi ile yani fototransfer ile açıklanmıştır. Burada fototransfer mekanizması daha detaylı bir şekilde çalışılabilir. Ayrıca farklı uyarım süreleri altında “Fark TL eğrisi” TL eğrilerinin davranışları literatürde ilk defa incelenmiş ve yorumlanmıştır. Bu sonuçlar $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ için TL-OSL arasındaki ilişkinin çalışılmasına katkı sağlamıştır.

$\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un OSL dozimetrik özellikleri Risø TL/OSL DA-20 ölçüm sistemi içerisinde bütünleşik olarak 470 nm dalga boyuna sahip Mavi LEDs ler ile 200 s süre boyunca uyarılarak “Sürekli Dalga OSL” tekniği ile araştırılmıştır. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ 'un iyonize radyasyona yüksek hassasiyette OSL sinyali belirlenmiştir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ malzemesinin tekrarlanabilirlik testi beta-radyasyonuna altında 20 kez yapılmış ve mükemmel bir tekrarlanabilirliğe sahip olduğu kaydedilmiştir. Malzemenin lineer olduğu doz aralığı 6 - 500 Gy arasında $0,9990 < g(D) < 0,9999$ aralığında değişmektedir. Malzeme de lineer üstünlük gözlenmemiştir. MDD değeri $\sim 17 \mu\text{Gy}$ olarak belirlenmiştir. Karanlık ortamdaki solma deneyinde kısa süreler için ilk 24 saatte yaklaşık %27 oranında azalma kaydedildi. 1 ay sonunda ise % 6 lık bir azalma kaydedildi. %6'lık sapma deneysel hataların içerisinde kabul edilebilir (Böylelikle $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag}(\%1)$ ' de olan solma problemini de çözmüş olmaktadır). İzotermal sönüm yöntemi (Isotermal TL ve Prompt Isotermal Bozunum-PID), FGT ve CGCD yöntemlerini içeren dört farklı yöntem uygulanarak TL eğrisi için tuzak parametre çalışmaları yapılmıştır. FGT ve CGCD analiz sonuçları oldukça çelişkili çıkmıştır. Bu tutarsızlıkların sebepleri lokalize geçişlerle açıklanmıştır. Sonuç olarak $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ iyi bir tekrarlanabilirliğinin olması, 6-500 Gy arasında geniş bir aralıkta beta radyasyonuna karşı lineer bir davranış göstermesi, foton bağımsız olması ve iyi bir solma karakteristiği göstermesi bakımından üstün bir OSL dozimetre karakteristiklerini göstermiştir. $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ kişisel ve medikal dozimetrelerde kullanılabilir olduğunu önermekteyiz.

$\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ un ^{252}Cf nötron radyasyonuna maruz sonrası iyi bir TL ve OSL sinyalleri kaydedilmiştir (Şekil 4.83 ve 4.85). $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ tabanlı nötron dozimetresi geliştirmek için çok daha detaylı çalışmalara ihtiyaç vardır. Ön çalışma sonuçları $\text{Li}_2^{10}\text{B}_4\text{O}_7:\text{Ag,Gd}$ un nötron dozimetresi olarak kullanımı için geliştirilmesi ve üzerinde durulması gereken bir malzeme olduğunu söyleyebiliriz.

KAYNAKÇALAR

- Afouxenidis, D., Polymeris, G., Tsirliganis, N., Kitis, G., 2011. Computerised curve deconvolution of TL/OSL curves using a popular spreadsheet program. *Radiation protection dosimetry* 149, 363-370.
- Aitken, M.J., 1985. Thermoluminescence dating. Academic press.
- Akselrod, M., Kortov, V., Kravetsky, D., Gotlib, V., 1990. Highly sensitive thermoluminescent anion-defective alpha-Al₂O₃: C single crystal detectors. *Radiation Protection Dosimetry* 32, 15-20.
- Annalakshmi, O., Jose, M., Amarendra, G., 2011. Dosimetric characteristics of manganese doped lithium tetraborate—An improved TL phosphor. *Radiation Measurements* 46, 669-675.
- Antonov-Romanovsky, V., Keirum-Markus, I., Poroshina, M., Trapeznikova, Z., 1956. IR stimulable phosphors, Proc. Conf. Academy of Sciences of the USSR on the Peaceful Uses of Atomic Energy. Moscow 1955, pp. 239-250.
- Ausin, V., Rivas, J.A., 1972. Effect of Plastic Deformation on the Thermoluminescence of γ -Irradiated KCl Crystals. *Physical Review B* 6, 4828.
- Aydın, T., Demirtaş, H., Aydın, S., 2013. TL/OSL studies of Li₂B₄O₇: Cu dosimetric phosphors. *Radiation Measurements* 58, 24-32.
- Azorín, J., 1986. Determination of thermoluminescence parameters from glow curves. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements* 11, 159-166.
- Balarin, M., 1979. Temperature dependence of the pre-exponential factor in the glow curve theory. *physica status solidi (a)* 54, K137-K140.
- Balian, H.G., Eddy, N.W., 1977. Figure-of-merit (FOM), an improved criterion over the normalized chi-squared test for assessing goodness-of-fit of gamma-ray spectral peaks. *Nuclear Instruments and Methods* 145, 389-395.

- Bøtter-Jensen, L., McKeever, S.W., Wintle, A.G., 2003. Optically stimulated luminescence dosimetry. Elsevier.
- Bölükdemir, M.H., 2007. Sodyum klorür ve potasyum klorürün optik uyarmalı lüminesans (OSL) kinetiği Gazi Üniversitesi. Fenbilimleri Enstitüsü, Doktora Tezi, Ankara.
- Brant, A., Buchanan, D., McClory, J., Adamiv, V., Burak, Y.V., Halliburton, L., Giles, N., 2014. Photoluminescence from Ag^{2+} ions in lithium tetraborate ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$) crystals. *Journal of Luminescence* 153, 79-84.
- Braunlich, P., 1967. A Simple Model for Thermoluminescence and Thermally Stimulated Conductivity of Inorganic Photoconducting Phosphors and Experiments Pertaining to Infrared-Stimulated Luminescence, *Proc. 1st Int. Conf. on Luminescence Dosimetry*, pp. 57-73.
- Bulur, E., 1996. An alternative technique for optically stimulated luminescence (OSL) experiment. *Radiation Measurements* 26, 701-709.
- Bulur, E., Göksu, H., Wahl, W., 1998. Infrared (IR) stimulated luminescence from $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$: C. *Radiation measurements* 29, 625-638.
- Burak, Y.V., Padlyak, B., Shevel, V., 2002a. Neutron-induced defects in the lithium tetraborate single crystals. *Radiation effects and defects in solids* 157, 1101-1109.
- Burak, Y.V., Padlyak, B., Shevel, V., 2002b. Radiation-induced centers in the $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ single crystals. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 191, 633-637.
- Chapot, M., Duller, G., Roberts, H., 2014. Assessing the impact of pulsed-irradiation procedures on the thermally transferred OSL signal in quartz. *Radiation Measurements* 65, 1-7.
- Chen, R., McKeever, S.W., 1997. Theory of thermoluminescence and related phenomena. World Scientific.

- Chen, R., Pagonis, V., 2011. Thermally and optically stimulated luminescence: a simulation approach. John Wiley & Sons.
- Chen, R., Winer, S., 1970. Effects of various heating rates on glow curves. *Journal of applied physics* 41, 5227-5232.
- Chennakesavulu, K., Desai, D., Sabharwal, S., Alex, M., Ghodgaonkar, M., 2007. Neutron flux measurements with a Li₂B₄O₇ crystal. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* 571, 699-703.
- Cruz-Zaragoza, E., Furetta, C., Marcazzó, J., Santiago, M., Guarneros, C., Pacio, M., Palomino, R., 2016. Beta radiation induced luminescence of polycrystalline Cu-doped Li₂B₄O₇. *Journal of Luminescence* 179, 260-264.
- Çavdar, T., 2017. X-Işını luminesans yöntemiyle dozimetrik malzemelerin renk merkezlerinin belirlenmesi, Mersin Üniversitesi. Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, MERSİN.
- Daniel, P.M., Dawes, J., Prichard, M.M., 1953. Studies of the carotid rete and its associated arteries. *Phil. Trans. R. Soc. Lond. B* 237, 173-208.
- Danilkin, M., Jaek, I., Kerikmäe, M., Lust, A., Mändar, H., Pung, L., Ratas, A., Seeman, V., Klimonsky, S., Kuznetsov, V., 2010. Storage mechanism and OSL-readout possibility of Li₂B₄O₇: Mn (TLD-800). *Radiation Measurements* 45, 562-565.
- Ekdal, E., Karalı, T., Kelemen, A., Ignatovych, M., Holovey, V., Harmansah, C., 2014. Thermoluminescence characteristics of Li₂B₄O₇ single crystal dosimeters doped with Mn. *Radiation physics and chemistry* 96, 201-204.
- Feathers, J.K., Casson, M.A., Schmidt, A.H., Chithambo, M.L., 2012. Application of pulsed OSL to polymineral fine-grained samples. *Radiation Measurements* 47, 201-209.
- Furetta, C., 2010. Handbook of thermoluminescence. World Scientific.

- Furetta, C., Weng, P.-S., 1998. Operational thermoluminescence dosimetry. World Scientific Publishing Company.
- Garlick, G., Gibson, A., 1948. The electron trap mechanism of luminescence in sulphide and silicate phosphors. *Proceedings of the physical society* 60, 574.
- Ge, W., Zhang, H., Lin, Y., Hao, X., Xu, X., Wang, J., Li, H., Xu, H., Jiang, M., 2007. Preparation of $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ thin films by chemical solution decomposition method. *Materials Letters* 61, 736-740.
- Gobrecht, H., Hofmann, D., 1966. Spectroscopy of traps by fractional glow technique. *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 27, 509-522.
- Gurga, A., Juliano, T., Gogotsi, Y., Dub, S., Stus, N., Stratiichuk, D., Lisnyak, V., 2007. The mechanical properties of lithium tetraborate (100),(011) and (112) faces. *Materials Letters* 61, 770-773.
- Halperin, A., Braner, A., 1960. Evaluation of thermal activation energies from glow curves. *Physical Review* 117, 408.
- Hoogenstraaten, W., 1958. Electron traps in zinc sulphide phosphors. *Philips Research Report* 13, 515-693.
- İflazoğlu, S., 2017. Development of new thermoluminescent dosimeters for neutron measurements, *Physics and Physics Engineering*. Gaziantep University, Gaziantep.
- Ignatovych, M., Holovey, V., Vidoczy, T., Baranyai, P., Kelemen, A., 2007. Spectral study on manganese-and silver-doped lithium tetraborate phosphors. *Radiation Physics and Chemistry* 76, 1527-1530.
- Ignatovych, M., Holovey, V., Vidoczy, T., Baranyai, P., Kelemen, A., Laguta, V., Chuiko, O., 2005. Spectroscopy of Cu-and Ag-doped single crystal and glassy lithium tetraborate: luminescence, optical absorption and ESR study. *Functional materials*.

- Ignatovych, M., Holovey, V., Watterich, A., Vidóczy, T., Baranyai, P., Kelemen, A., Chuiko, O., 2004. Luminescence characteristics of Cu-and Eu-doped Li₂B₄O₇. *Radiation measurements* 38, 567-570.
- Ignatovych, M., Holovey, V., Watterich, A., Vidoczy, T., Baranyai, P., Kelemen, A., Ogenko, V., Chuiko, O., 2003. UV and electron radiation-induced luminescence of Cu-and Eu-doped lithium tetraborates. *Radiation Physics and Chemistry* 67, 587-591.
- Jones, L., Stokes, R., 2011. A new, passive dosimeter for gamma, beta and neutron radiations. *Journal of Radiological Protection* 31, 49.
- Kananen, B., Maniego, E., Golden, E., Giles, N., McClory, J., Adamiv, V., Burak, Y.V., Halliburton, L., 2016. Optically stimulated luminescence (OSL) from Ag-doped Li₂B₄O₇ crystals. *Journal of Luminescence* 177, 190-196.
- Kirsh, Y., 1992. Kinetic analysis of thermoluminescence. *physica status solidi (a)* 129, 15-48.
- Kitis, G., Gomez-Ros, J., Tuyn, J., 1998. Thermoluminescence glow-curve deconvolution functions for first, second and general orders of kinetics. *Journal of Physics D: Applied Physics* 31, 2636.
- Kitis, G., Polymeris, G.S., Sfampa, I.K., Prokic, M., Meriç, N., Pagonis, V., 2016. Prompt isothermal decay of thermoluminescence in MgB₄O₇: Dy, Na and LiB₄O₇: Cu, In dosimeters. *Radiation Measurements* 84, 15-25.
- Kortov, V., 2007. Materials for thermoluminescent dosimetry: Current status and future trends. *Radiation Measurements* 42, 576-581.
- Li, S.-h., Tso, M.-Y.W., Wong, N.W., 1997. Parameters of OSL traps determined with various linear heating rates. *Radiation Measurements* 27, 43-47.
- May, C., Partridge, J., 1964. Thermoluminescent kinetics of alpha-irradiated alkali halides. *The Journal of Chemical Physics* 40, 1401-1409.
- McKeever, S., 1985. *Thermoluminescence of Solids* (Cambridge University Press, Cambridge, 1985).

- McKeever, S., Rhodes, J.F., Mathur, V., Chen, R., Brown, M., Bull, R., 1985. Numerical solutions to the rate equations governing the simultaneous release of electrons and holes during thermoluminescence and isothermal decay. *Physical Review B* 32, 3835.
- McKeever, S.W., 1988. *Thermoluminescence of solids*. Cambridge University Press.
- McKeever, S.W., Moscovitch, M., Townsend, P.D., 1995. *Thermoluminescence dosimetry materials: properties and uses*.
- Mejdahl, V., 1969. Thermoluminescence dating of ancient Danish ceramics. *Archaeometry* 11, 99-104.
- Misra, S.K., Eddy, N.W., 1979. IFOM, a formula for universal assessment of goodness-of-fit of gamma ray spectra. *Nuclear Instruments and Methods* 166, 537-540.
- Moscovitch, M., St. John, T., Cassata, J., Blake, P., Rotunda, J., Ramlo, M., Velbeck, K., Luo, L., 2006. The application of LiF: Mg, Cu, P to large scale personnel dosimetry: current status and future directions. *Radiation protection dosimetry* 119, 248-254.
- Murray, A., Buylaert, J.-P., Thomsen, K.J., Jain, M., 2009. The effect of preheating on the IRSL signal from feldspar. *Radiation Measurements* 44, 554-559.
- Murthy, K., Virk, H.S., 2014. *Luminescence phenomena: An introduction*, Defect and Diffusion Forum. Trans Tech Publ, pp. 1-34.
- Ogorodnikov, I., Pustovarov, V., Kruzhalov, A., Isaenko, L., Kirm, M., Zimmerer, G., 2000. Self-trapped excitons in LiB_3O_5 and $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ lithium borates: time-resolved low-temperature luminescence VUV spectroscopy. *Physics of the Solid State* 42, 464-472.
- Ozdemir, A., Altunal, V., Kurt, K., Depci, T., Yu, Y., Lawrence, Y., Nur, N., Guckan, V., Yegingil, Z., 2017. Thermoluminescence properties of $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$: Cu, B phosphor synthesized using solution combustion technique. *Radiation Physics and Chemistry* 141, 352-362.

- Ozdemir, A., Can, N., Kurt, K., Yegingil, Z., 2018. Optically Stimulated Luminescence (OSL) dosimetric properties of Li₂B₄O₇: Ag, Gd and its relationship with thermoluminescence (TL) glow-curves. *Journal of Alloys and Compounds* 751, 159-169.
- Ozdemir, A., Yegingil, Z., Nur, N., Kurt, K., Tuken, T., Depci, T., Tansug, G., Altunal, V., Guckan, V., Sigircik, G., 2016. Thermoluminescence study of Mn doped lithium tetraborate powder and pellet samples synthesized by solution combustion synthesis. *Journal of Luminescence* 173, 149-158.
- Özdemir, A., 2015. Mangan ile katkılanmış lityum tetraboratın termolüminesans dozimetresi olarak çalışılması, Çukurova Üniversitesi. Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, ADANA.
- Pagonis, V., Kitis, G., Furetta, C., 2006. Numerical and practical exercises in thermoluminescence. Springer Science & Business Media.
- Palan, C., Bajaj, N., Omanwar, S., 2016. TL/OSL properties of Li₂B₄O₇: Ag phosphor for radiation dosimetry.
- Patra, G., Singh, S., Tiwari, B., Singh, A., Desai, D., Tyagi, M., Sen, S., Gadkari, S., 2016. Optically stimulated luminescence in Ag doped Li₂B₄O₇ single crystal and its sensitivity to neutron detection and dosimetry in OSL mode. *Radiation Measurements* 88, 14-19.
- Patra, G., Tyagi, M., Desai, D., Tiwari, B., Sen, S., Gadkari, S., 2012. Photoluminescence properties of Cu and Ag doped Li₂B₄O₇ single crystals at low temperatures. *Journal of Luminescence* 132, 1101-1105.
- Petrov, S., Bailiff, I., 1995. Thermal quenching and the Initial Rise technique of trap depth evaluation. *Journal of luminescence* 65, 289-291.
- Povnnennykh, A., SSR, K.U., 1978. The use of infrared spectra for the determination of minerals. *American Mineralogist* 63, 956-959.
- R. Cassata, J., Moscovitch, M., E. Rotunda, J., J. Velbeck, K., 2002. A new paradigm in personal dosimetry using LiF: Mg, Cu, P. *Radiation protection dosimetry* 101, 27-42.

- Ramadevudu, G., Rao, S.L.S., Shareeffuddin, M., Chary, M.N., Rao, M.L., 2012. FTIR and optical absorption studies of new magnesium lead borate glasses. *Global J Sci Front Res Phys Space Sci* 12, 41-46.
- Randall, J.T., Wilkins, M.H.F., 1945. Phosphorescence and electron traps-I. The study of trap distributions. *Proc. R. Soc. Lond. A* 184, 365-389.
- Rawat, N., Kulkarni, M., Tyagi, M., Ratna, P., Mishra, D., Singh, S., Tiwari, B., Soni, A., Gadkari, S., Gupta, S., 2012. TL and OSL studies on lithium borate single crystals doped with Cu and Ag. *Journal of Luminescence* 132, 1969-1975.
- Romet, I., 2017. Recombination luminescence of doped borates: origin and application prospects in dosimetry.
- Sanborn, E., 1967. Sulfides of strontium, calcium, and magnesium in infrared-stimulated luminescence dosimetry, *Proc. 1 st Int. Conf. on Luminescence Dosimetry*, pp. 183-191.
- Sanderson, D., Clark, R., 1994. Pulsed photostimulated luminescence of alkali feldspars. *Radiation Measurements* 23, 633-639.
- Sarikaya, C.K., 2011. Optically stimulated luminescence studies on natural fluorites Middle of Technical University. Physics and Physics Engineering, Ankara.
- Schulman, J., Kirk, R., West, E., 1967. USE OF LITHIUM BORATE FOR THERMOLUMINESCENCE DOSIMETRY. Naval Research Lab., Washington, DC.
- Sfampa, I., Polymeris, G., Tsirliganis, N., Pagonis, V., Kitis, G., 2014. Prompt isothermal decay of thermoluminescence in an apatite exhibiting strong anomalous fading. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms* 320, 57-63.
- Singh, S.D., 2017. Investigation of Order of Kinetics for Optically Stimulated Luminescence (OSL) of Li₂B₄O₇:Ag Nanoparticles. *International Journal of Engineering Technology*, 5.

- Srivastava, J., Supe, S., 1989. The thermoluminescence characterisation of Li₂B₄O₇ doped with Cu. *Journal of Physics D: Applied Physics* 22, 1537.
- Subramaniam, R.T., Chiam-Wen, L., Yee, L.P., Morris, E., 2012. Characterization of high molecular weight poly (vinyl chloride)-lithium tetraborate electrolyte plasticized by propylene carbonate, Recent advances in plasticizers. *InTech*.
- Tsukamoto, S., Rades, E.F., 2016. Performance of pulsed OSL stimulation for minimising the feldspar signal contamination in quartz samples. *Radiation Measurements* 84, 26-33.
- Universitet, R.D.T., 2008. Guide to the Risø TL/OSL Reader. Risø National Laboratory, Roskilde.
- West, W.G., Kearfott, K.J., 2015. Optically Stimulated Luminescence Dosimetry: An Introduction. *Solid State Phenomena* 238.
- Wintle, A., Huntley, D., 1980. Thermoluminescence dating of ocean sediments. *Canadian Journal of Earth Sciences* 17, 348-360.
- WS McKeever, S., 2002. New millennium frontiers of luminescence dosimetry. *Radiation protection dosimetry* 100, 27-32.
- Yeltik, A., 2009. Time-resolved optically stimulated luminescence (OSL) studies on samples containing quartz and feldspar, Middle east technical university. Physics and Physics Engineering, MsC thesis, Ankara.
- Yukihara, E.G., McKeever, S.W., 2011. Optically stimulated luminescence: fundamentals and applications. John Wiley & Sons.



ÖZGEÇMİŞ

Çukurova Üniversitesi Fizik Bölümü'nden 2011 yılında, 3,47/4,00 Genel Not Ortalaması ile 2. olarak mezun oldu. 2012 yılında Yüksek Lisans çalışmalarına başladı. Şubat 2015'de Doktora çalışmalarına başladı. Yüksek lisansa başladığı 2012 yılından beri radyasyon dozimetresi, sentetik dozimetrik malzemelerin üretilmesi ve dozimetrik karakteristiklerinin lüminesans yöntemiyle belirlenmesi üzerine çalıştı. Yeni ticari dozimetreler üretmek amacıyla malzeme üretimi alanında araştırmalar yaptı. Bu süre zarfında BOREN enstitüsünün desteklediği bir ULUSAL ve NATO'nun desteklediği bir ULUSLARARASI proje ve Çukurova Üniversitenin desteklediği sekiz Bilimsel Araştırma Projesi olmak üzere toplam 10 projede aktif olarak görev aldı. BOREN projesinden bor tabanlı malzeme üretimi üzerine bir Ulusal Patent aldı. Bu süre zarfında yurt içi ve yurtdışı birçok kongreye katıldı. Konuk doktora öğrencisi olarak yurt içinde ve yurt dışında laboratuvarlarda araştırmalar yaptı. Kasım 2018 yılında Doktor Ünvanını alarak mezun oldu.