T.C.
CELAL BAYAR ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANABİLİM DALI
YÜKSEK LİSANS

AGATE VE KEMMERERİTE MİNERALLERİNİN LÜMİNESANS ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Evrim TOPTAŞ

Anabilim Dalı : Fizik
Programı : Atom ve Molekül Fiziği

Manisa 2008

T.C.
CELAL BAYAR ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
FİZİK ANABİLİM DALI
YÜKSEK LİSANS

AGATE VE KEMMERERİTE MİNERALLERİNİN LÜMİNESANS ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Evrim TOPTAŞ

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 19 Aralık 2008
Tezin Savunulduğu Tarih : 25 Aralık 2008

Tez Danışmanı : Yard. Doç. Dr. Yüksel KARABULUT
Diğer Jüri Üyeleri : Prof. Dr. Nurdoğan CAN
Yard. Doç. Dr : Murat Müslim SAÇ

Manisa 2008

İÇİNDEKİLER **Sayfa**

İÇİNDEKİLER ... III
ŞEKİLLER DİZİNİ ... VI
TEŞEKKÜRLER ... IX
ÖZET ... X
ABSTRACT ... XI

BÖLÜM 1. TEMEL KAVRAMLAR
1.1 Kristal Yapı ... 1
1.1.1 Kristal Yapı Kusurları ... 3
1.1.1.1 Noktasal Kusurlar ... 3
1.1.1.1 (a) Yabancı Atomun Oluşturduğu Noktasal Kusurlar ... 3
1.1.1.1 (b) Boşluk Kusurları ... 3
1.1.1.2 Çizgisel Kusurlar ... 5
1.1.1.2 (a) Kenar Çizgisel Kusuru ... 5
1.1.1.2 (b) Vida Kusuru ... 5
1.1.1.3 Yüzeysel Kusurlar ... 5
1.1.1.4 Hacimsel Kusurlar ... 6
1.1.1.4 (a) Kayma Kusurları ... 6
1.1.1.4 (b) İkizleme Kusurları ... 6
1.2 Mineraller ... 7
1.2.1 Skaler Özellikler ... 7
1.2.2 Vektörel Özellikler ... 7
1.3 Minerallerin Fiziksel Özellikleri ... 7
1.3.1 Dilinim ... 7
1.3.2 Yarılma ... 8
1.3.3 Kırılma ... 9
1.3.4 Sertlik ... 9
1.3.5 Esneklik ... 10
1.3.6 Renk ... 10
1.3.6.1 Renksiz Mineraller ... 11
1.3.6.2 Renkli Mineraller ... 12
1.3.6.3 Renklenen Mineraller ... 12
1.3.7 Elektriksel Özellikler ... 12
1.3.7.1 Piezoelektriklik ... 12
1.3.7.2 Piroelektriklik ... 13

BÖLÜM 2. LÜMİNESANS VE LÜMİNESANS ÇEŞİTLERİ

2.1 Giriş 14
2.2 Lüminesans 15
2.2.1 Banttan Banda Geçişler 17
2.2.2 Serbest Bölgeden Yasak Bölgeye Geçişler 17
2.2.3 Donör-Akseptör Çifti Geçişleri 17
2.2.4 Serbest-Eksiton Yayılımı 18
2.2.5 Sınır-Eksiton Emisyonu 18
2.3 Termolüminesans (TL) 20
2.3.1 Termolüminesansın İlk Gözlemleri (1948 den önce) 20
2.3.2 Termolüminesansın Prensipleri 22
2.3.3 Termolüminesansın Ölçüm Metotları 26
2.3.4 Temel Termolüminesans Aparatları 27
2.3.4.1 Isıtma Sistemleri 27
2.3.4.2 Işık Dedeksiyonu, Kaydetme ve Gösterim 27
2.4 Katodolüminesans (CL) 28
2.4.1 Genel Bilgi 28
2.4.2 CL Sistemi 29
2.4.2.1 Örnek Odası 29
2.4.2.2 Sütun Montajı 30
2.4.2.3 Vakum Sistemi 30
2.4.2.4 Foton Dedeksiyonu 31
2.4.2.5 Frekans Modülatörü ve Lock-in Amplifikatörleri 31
2.4.2.6 Lock-in Amplifikatörler 32
2.4.2.7 Veri Toplama ve Veri İşleme 32
2.5 Radiolüminesans (RL) 34
2.5.1 Spektrometre 36
2.5.2 CCD Dedektör 36
2.5.3 Örnek Odası 37
2.5.4 Işınlama Sistemi 38
2.5.5 Vakum Sistemi 39
2.5.6 Verilerin Toplanıp Düzenlendiği Bilgisayar Programı 39
2.6 Diğer Lüminesans Türleri 39
2.6.1 Fotolüminesans 40
2.6.2 Tribolüminesans 40
2.6.3 Elektrolüminesans 40
2.7 Optiksel Soğurma Sistemi 40

BÖLÜM 3. DENEY AŞAMASI
3.1 Giriş 42

BÖLÜM 4. SONUÇLAR VE ÖNERİLER
4.1 Kemmererite Mineralinden Elde Edilen Grafik Sonuçları 44
4.2 Agate Mineralinden Elde Edilen Grafik Sonuçları 54
4.3 Kemmererite Mineralinden Elde Edilen Soğurma Grafiği 62
4.4 Agate Mineralinden Elde Edilen Soğurma Grafiği 63
4.5 Kaynaklar 64

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil No	Başlık	Sayfa
Şekil 1.1	(a) Düzenli, (b) düzensiz atomlara sahip bir kristal yapısı	1
Şekil 1.2	Bir birim hücrenin şematik olarak gösterilmesi	2
Şekil 1.3	(a) Safsızlık hatası, (b) Yer alan atom hatası, (c,d) Atom boşluğu hatası	4
Şekil 1.4	(a) ve (b) Kenar kusurları, (c) ve (d) Vida kusurları	5
Şekil 1.5	(a) Tane sınır kusurları, (b) İkizleme sınırları kusurları	6
Şekil 1.6	Dilinim şekilleri	8
Şekil 1.7	(a) Bazal yarılma (piroksen), (b) Romboedral yarılma (korund)	8
Şekil 1.8	Mohs göreceli sertlik değerleri ile mutlak sertlik değerlerinin karşılaştırılması	9
Şekil 1.9	Renklerin üç farklı birimle gösterildiği spektrum	10
Şekil 1.10	Işığın yoğun bir madde ile etkileşmesi sonucunda meydana gelen yansıma, kırılma, yayılma ve emilme(absorbsiyon)	11
Şekil 2.1	Lüminesans olayının band diyagramı	15
Şekil 2.2	Farklı yollarla oluşan lüminesans	16
Şekil 2.3	Fotolüminesans diyagramı	18
Şekil 2.4	Lüminesans olayının karakteristik τ_c zamanına göre sınıflandırılması	19
Şekil 2.5	Katılarda eksitasyon ve emisyon lüminesans planı	22
Şekil 2.6	Termolüminesans sisteminin basitleştirilmiş diyagramı	27
Şekil 2.7	CL deneysel sistemi	29
Şekil 2.8	CL vakum sistemi	30
Şekil 2.9	PM tüpü ve parlayan kırınım ağı yüzünden, düzenli bir yoğunluk spektrumunun bozulması	32
Şekil 2.10	Radiolüminesans olayının band diyagramındaki gösterimi	34
Şekil 2.11	Çalışmada kullanılan RL dedeksiyon sisteminin gösterimi	35
Şekil 2.12	RL sistemindeki odanın iç görüntüsü ve optik sistemin çizimsel gösterimi	36
Şekil 2.13	RL sisteminde kullanılan CCD dedektörün sıvı azot haznesi	36
Şekil 2.14	Örnek odası	37
Şekil 2.15	Örnek odasının genel görünümü	37
Şekil 2.16	Işınlama amacı ile kullanılan X- ışını tüpü	38
Şekil 2.17	X-ışını kontrol ünitesi	38
Şekil 2.18	Perkin Elmer Lambda 950 UV/VIS/NIR Spektrofotometre Sistemi	41

Şekil 3.1 Kemmererite kodlu mineralden alınan kimyasal analiz 42
Şekil 3.2 Kemmererite kodlu mineralden alınan kimyasal analiz 42
Şekil 4.1 Isıtma hızı 2 ^{o}C/s için farklı dozlarda X-ışınına maruz bırakılmış kemmereritenin TL spektrumu 44
Şekil 4.2 Isıtma hızı 5 ^{o}C/s için farklı dozlarda X-ışınına maruz bırakılmış kemmereritenin TL spektrumu 44
Şekil 4.3 Isıtma hızı 7 ^{o}C/s için farklı dozlarda X-ışınına maruz bırakılmış kemmereritenin TL spektrumu 45
Şekil 4.4 Isıtma hızı 10 ^{o}C/s için farklı dozlarda X-ışınına maruz bırakılmış kemmereritenin TL spektrumu 45
Şekil 4.5 92^{o}C deki pik için maksimumunun değişimi 47
Şekil 4.6 140^{o}C deki pik için maksimumunun değişimi 47
Şekil 4.7 268^{o}C deki pik için maksimumunun değişimi 48
Şekil 4.8 108^{o}C deki pik için maksimumunun değişimi 48
Şekil 4.9 173^{o}C deki pik için maksimumunun değişimi 49
Şekil 4.10 238^{o}C deki pik için maksimumunun değişimi 49
Şekil 4.11 115^{o}C deki pik için maksimumunun değişimi 50
Şekil 4.12 178^{o}C deki pik için maksimumunun değişimi 50
Şekil 4.13 289^{o}C deki pik için maksimumunun değişimi 51
Şekil 4.14 126^{o}C deki pik için maksimumunun değişimi 51
Şekil 4.15 195^{o}C deki pik için maksimumunun değişimi 52
Şekil 4.16 292^{o}C deki pik için maksimumunun değişimi 52
Şekil 4.17 Isıtma hızı 2 ^{o}C/s için farklı dozlarda X-ışınına maruz bırakılmış aqatenin TL spektrumu 54
Şekil 4.18 Isıtma hızı 5 ^{o}C/s için farklı dozlarda X-ışınına maruz bırakılmış agatenin TL spektrumu 54
Şekil 4.19 Isıtma hızı 7 ^{o}C/s için farklı dozlarda X-ışınına maruz bırakılmış agatenin TL spektrumu 55
Şekil 4.20 Isıtma hızı 10 ^{o}C/s için farklı dozlarda X-ışınına maruz bırakılmış agatenin TL spektrumu 55
Şekil 4.21 91^{o}C deki pik için maksimumunun değişimi 57
Şekil 4.22 273^{o}C deki pik için maksimumunun değişimi 57
Şekil 4.23 110^{o}C deki pik için maksimumunun değişimi 58
Şekil 4.24 295^{o}C deki pik için maksimumunun değişimi 58
Şekil 4.25 125^{o}C deki pik için maksimumunun değişimi 59
Şekil 4.26 278^{o}C deki pik için maksimumunun değişimi 59
Şekil 4.27 135^{o}C deki pik için maksimumunun değişimi 60

Şekil 4.28 287^{o}C deki pik için maksimumunun değişimi 60
Şekil 4.29 Kemmererite mineraline ait optiksel soğurma spektrumu 63
Şekil 4.30 Agate mineraline ait optiksel soğurma spektrumu 63

TEŞEKKÜR

Tezimi hazırlamamda emeği geçen ve okul hayatım boyunca benden desteklerini esirgemeyen değerli hocam Yrd. Doç. Dr. Yüksel KARABULUT'a, okulumuzun bütün imkânlarından faydalanmamızı sağlayan değerli hocamız Prof. Dr. Nurdoğan CAN'a ve 2 yıl boyunca bana destek veren başta Mehmet AYVACIKLI olmak üzere, bütün hocalarıma yardımlarından dolayı teşekkürü bir borç bilirim.

Ayrıca her zaman yanımda olan beni yalnız bırakmayan sevgili aileme çok teşekkür ederim.

ÖZET

Bu çalışmada Agate ve Kemmeretite minerallerinin lüminesans özellikleri incelenmiştir. Öncelikle Tübitak Marmara Araştırma Merkezi Malzeme Enstitüsü tarafından SEM/EDS cihazı kullanılarak minerallerin kimyasal analizleri yapılmıştır. Celal Bayar Üniversitesi Lüminesans Araştırma Laboratuarında bulunan RA94 TLD Reader Analyser sistemi kullanılarak bu minerallerin lüminesans özellikleri incelenmiştir ve Termolüminesans (TL) spektrumları alınmıştır. Tüm spektrumlar ısıtma hızı sırasıyla 2, 5, 7, 10 ^{o}C/s olacak şekilde her ısıtma hızı için beş farklı sürede 1, 3, 5, 7, 10'ar dakikalık X-ışınına maruz bırakılma süresi sonucunda 50 – 400 ^{o}C sıcaklık aralığında alınmıştır.

Sistemde kullanılan X-ısını tüpü su soğutmalı tek fazlı Machlett OEG-50A lik bir tüptür. Deneysel çalışmalarda uygulanan voltaj 30kV ve akım 15mA dir. Bu değerler hem olası elektriksel boşalımla tüpe zarar vermemek hem de güvenli çalışma doz seviyesini aşmamak amacıyla seçilmiştir.

Ayrıca Agate ve Kemmererite minerallerinin 300 - 700nm aralığında görünür bölgede optiksel absorbsiyonlarını incelemek amacıyla Celal Bayar Üniversitesi Lüminesans Araştırma Laboratuarında bulunan Perkin Elmer Lambda 950 UV/VIS/NIR spektrofotometre sistemi kullanılmıştır.

Bahsedilen tüm ölçümler ve elde edilen bütün veriler AXUM grafik programı kullanılarak spektrum şekline getirilmiştir ve grafikleri çizilmiştir.

ABSTRACT

In this study, the lüminescence properties of the Agate and Kemmererite minerals have been investigated. Using the instrument of SEM/EDS, the chemical analysis of minerals has been done by TUBITAK Marmara Research Center, Material Enstitute. The lüminescence properties of these minerals have been studied by the RA94 TLD Reader Analyzer in the Lüminescence Research Laboratory of Celal Bayar University and the thermolüminescence (TL) spectra have been obtained. All spectra within the temperature range of 50 – 400 ^{0}C have been taken for heat rates of 2, 5, 7, 10 ^{0}C/s which are obtained as a result of the exposure of minerals to X-rays within time periods of 1, 3, 5, 7, 10 minutes, respectively.

The X-rays tube used in the system is a monophase Machlett OEG-50A tube with water cooling. The applied voltage and current in the experiment are 30kV and 15mA. These values have been selected in order not to damage the tube with electrical discharge and not to exceed the safety dose level.

Moreover, with the purpose of studying optical absorption of the Agate and Kemmererite minerals in visible region with the wavelenght of 300 – 700nm the spectrometer system with the instrument of the Perkin Emler Lambda 950 UV/VIS/NIR in the lüminescence Research Laboratory of Celal Bayar University has been used.

All measurements and experimental data obtained have been prepaired in the spectrum form and plotted by using the AXUM programme.

BÖLÜM 1. TEMEL KAVRAMLAR

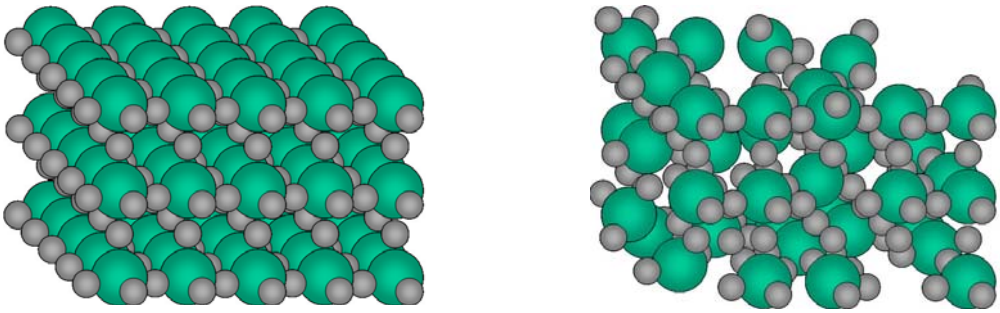
1.1 Kristal Yapı

Yerkabuğundaki katı, çoğunlukla kristal yapılı kimyasal karışımlara (bileşiklere) mineral denir. Dış görünüşlerinin düzenli olması kristallerin özdeş yapıtaşları olarak seçilebilecek birimlerin düzenli tekrarı sonucu oluştuklarını göstermektedir. Genel anlamda katı deyince basınç ve kayma kuvvetleri altında elastik özellik gösteren maddeler anlaşılır. Deneyler ise katıların atomlar veya atom guruplarının oluşturduğu temel birimlerin düzenli olarak tekrarı ile oluştuğunu göstermektedir. Bu temel birimler katının içinde rasgele dağılmış değildirler ve birbirlerine göre oldukça düzenli bir şekilde bulunurlar. Atom veya atom guruplarının belli bir düzen içinde yerleştiği maddelere veya katı cisimlere kristal denir. Buna göre katı maddeleri genel olarak iki gruba toplayabiliriz.

i. Kristal yapıya sahip olanlar (düzenli yapı)

ii. Amorf yapıya sahip olanlar (düzensiz yapı)

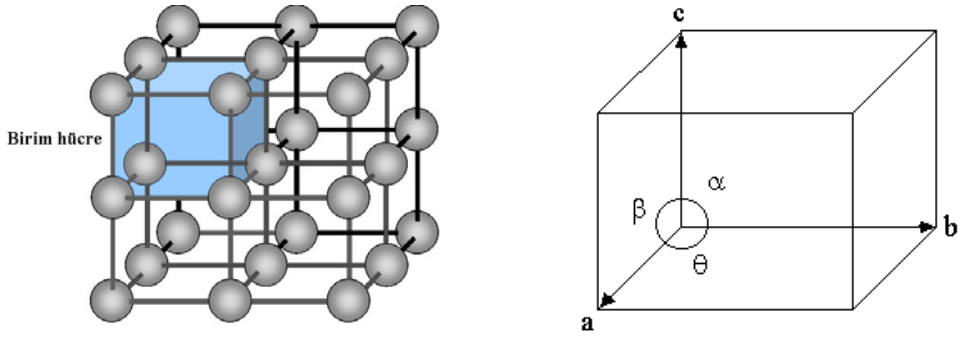
Amorf yapıda atomlar rasgele düzenlenmişlerdir. Kristal yapıya sahip olan maddelerde belli bir geometrik düzen içerisinde o maddenin tekrarlanması söz konusudur. Amorf katılarda ise belli bir periyodik dağılım yoktur. [1]



(a) (b)

Şekil 1.1 (a) Düzenli, **(b)** düzensiz atomlara sahip bir kristal yapısı

Kristalin tüm özelliklerini taşıyan en küçük yapı tasına birim hücre (örgü) denir. Bir birim hücrenin sekli ve büyüklüğü, orijin olarak alınan köseden çizilen a, b ve c vektörleri ile belirtilir. Bu vektörler hücreyi temsil eder ve hücrenin kristallografik eksenleri olarak adlandırılır. Bu vektörler ve bu vektörler arasındaki açılar (α, β, θ) birim hücre parametreleri olarak adlandırılır.



Şekil 1.2 Bir birim hücrenin şematik olarak gösterilmesi

Gerçek katılar çok ender olarak büyük ve kusursuz tek kristaller halinde bulunurlar, yani ideal mükemmel kristal bulmak çok güçtür. Mükemmellikten sapmaya birkaç örnek aşağıda verilmiştir. [1]

- Kristalin yüzeyi mükemmellikten sapmaya iyi bir örnektir. Yüzeyde periyodiklik sona erer. Yüzeye yakın atomlar içtekilerden farklı bir çevre içindedirler. Bunun sonucu olarak da farklı davranırlar.

- Gerçek kristallerin içinde her zaman az da olsa yabancı atomların bulunması mükemmellikten sapmaya neden olur.

- İdeal kristallerdeki atomların denge konumlarında hareketsiz oldukları kabul edilmektedir. Oysa termal titreşimler atomların denge konumlarında küçük salınım hareketleri yapmalarına sebep olur.

- Düzlemsel kusurlar bir arada ya da tek başına kristal yapıda bulunabilir.

1.1.1. Kristal Yapı Kusurları

Kristallerin mükemmelliğinin bozulduğu an kusurlar ortaya çıkar.

i. Noktasal Kusurlar

ii. Çizgisel Kusurlar

iii. Yüzeysel Kusurlar

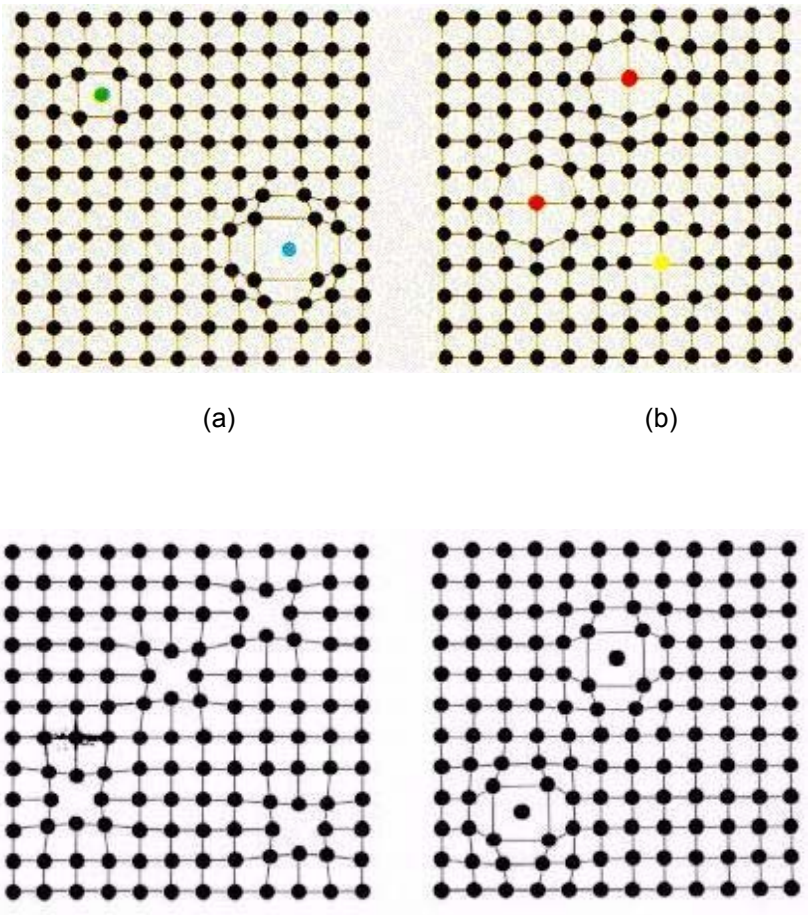
iv. Hacimsel Kusurlar

1.1.1.1 Noktasal Kusurlar: Bir kristalin beklenen noktasında olması gerekenin olmaması sonucu ortaya çıkar. [2]

1.1.1.1 (a) Yabancı atomun oluşturduğu noktasal kusurlar: Kristal yapı oluşurken olması gereken atomun yerinde olmaması gereken yabancı bir atomun bulunmasıdır. Eğer yabancı atom asıl atomdan büyükse kristal atomların arasına girme şansı azdır. Bu tip kusurlar maddeyi kristalleştirirken çalıştığımız ortamın kirli olması ile ortaya çıkar. Yabancı atom kristalin yüzeyinde ya da arada bir yerde bulunabilir.

1.1.1.1 (b) Boşluk kusurları: En basit nokta hatasıdır, metal yapısı içinde yerinde bulunmayan (yeri bos olan) bir atomun hatasıdır. Böyle bir hata ilk kristalleşme sırasında atomların hatalı olarak yığılması veya yüksek sıcaklık derecesinde termal titreşimleri sonucu olabilir. Isıl enerji yükseldikçe tek atomun düşük enerji seviyesindeki yerinden dışarıya fırlaması ihtimali artar. Boşluklar, tek veya iki ile daha fazlası bir arada toplanarak iki boşluk veya üç boşluk olabilir.

- tek bir boşluk var ise F merkezli boşluk kusuru
- 2 boşluk var ise M merkezli boşluk kusuru
- 3 boşluk var ise R merkezli boşluk kusuru



(a) (b)

(c) **(d)**

Şekil 1.3 (a) Safsızlık hatası, **(b)** Yer alan atom hatası

(c,d) Atom boşluğu hatası

Atom arada bir yerde ise bu tip kusura Frenkel tipi kusur, eğer kristal yüzeyinde bir yerde ise Shottky tipi kusur denir. Bir kristalde nokta kusurları olup olmaması kristalin fiziksel özelliklerini değiştirir. Mesela katıların optik soğurma tayfları değişik olur. Elektriksel ve manyetik özellikleri değişir. Düzensiz kusurlu bir kristal yapı daha yüksek enerjidedir. Çünkü kusurun oluşması enerji gerektiren bir olaydır. Düzenli kusursuz bir kristal ise en kararlı haldedir ve enerjisi en azdır. Bir nokta kusuru oluşturmanın bedeli 1 eV'dir.[2]

Bir kristalde N_0 tane atomda kusurlu atom sayısı:

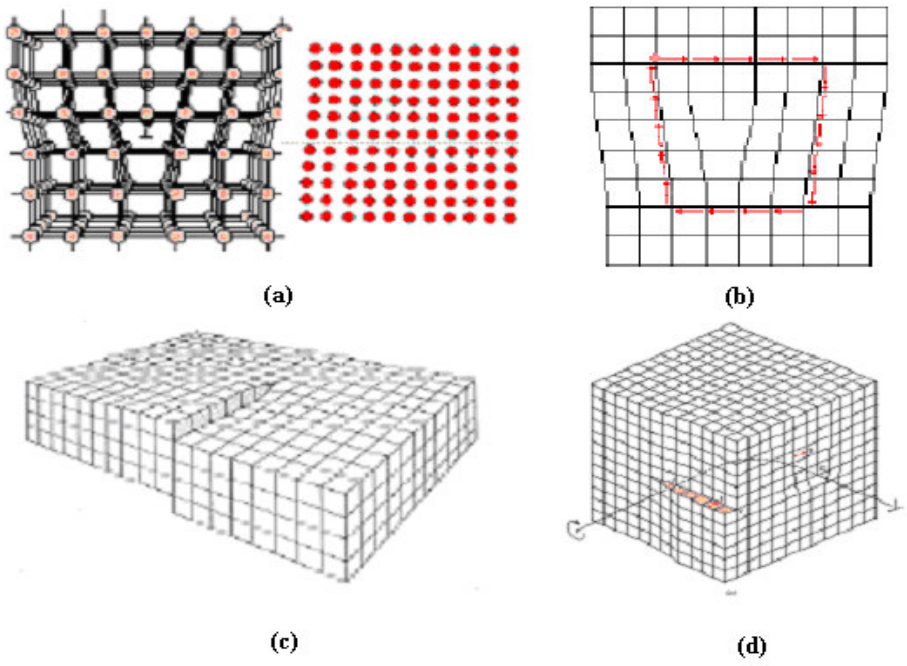
$N = N_0 \cdot e^{-E/kt}$ dir.

1.1.1.2 Çizgisel Kusurlar: Aynı çizgide bulunan atomların oluşturduğu kusurlardır, iki tanedir.[2]

1.1.1.2 (a) Kenar çizgisel kusuru: Bu kusur genellikle malzemeyi işlerken ortaya çıkar. Bu tür kusurların enerji olarak değeri 13 eV civarındadır.

1.1.1.2 (b) Vida Kusuru: Kristali makaslama zoruna tabi tutarsak yani yüzeyine paralel kuvvet çifti uygularsak vida kusuru ortaya çıkar. Bu kusurda kristalin cephesi kayar. Bu tip kusurun bulunduğu kristallerde cm^3 başına 10 kusur bulunur. [2]

1.1.1.3 Yüzeysel Kusurlar: Bir kristal küçük kristal taneciklerinden oluşmuştur. Genellikle kristal metal malzemeler bu tip kristal taneciklerinin üst üste yığılmasıyla oluşturulmuştur. Küçük metal tanecikler düzgün olmalarına rağmen birleşme anında birbirleriyle açı yaptıklarından yüzeyde kusur oluştururlar. Bu kusurların adına "pit" denir. [2]

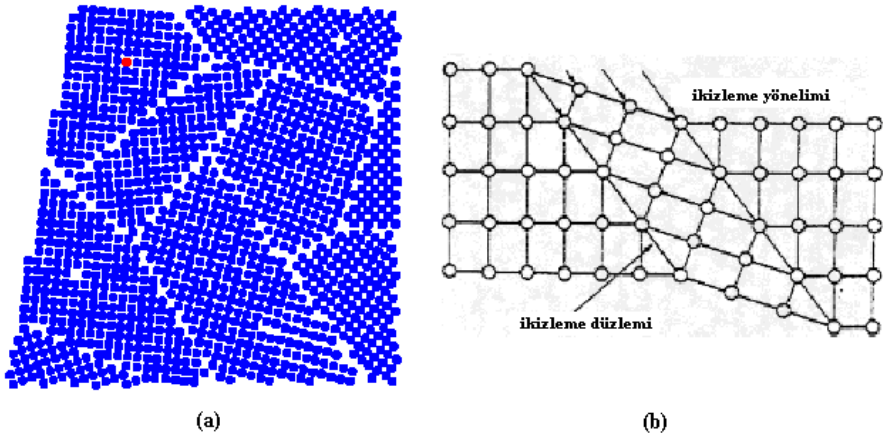


Şekil 1.4 (a) ve **(b)** Kenar kusurları, **(c)** ve **(d)** Vida kusurları

1.1.1.4 Hacimsel Kusurlar:

1.1.1.4 (a) Kayma Kusurları: Kristal yapı oluşurken şekildeki gibi her bir parça düzgün ancak biri diğerine göre öteleme (kayma) yapmış olabilir. Bu tip kusurlara kayma kusuru denir.

1.1.1.4 (b) İkizleme Kusuru: Bu tip kusurda belli bir parça döndükten sonra aynı parçanın ikizi ile birleşmesi sonucu oluşur. Hacimsel kurun oluşması için gerekli enerji çok büyüktür. [2]



Şekil 1.5 (a) Tane sınırı kusurları, **(b)** ikizleme sınırları kusurları

1.2. Mineraller

Doğal şekilde oluşan, homojen, belirli kimyasal bileşime sahip inorganik kristalleşmiş katı bir cisimdir. Minerallerin fiziksel özellikleri, kısmen yönlere bağlı, kısmen de yönlere bağlı olmayanlar olarak ikiye ayrılır. [3]

1.2.1 Skaler Özellikler: Yönlere bağlı olmayan yani her yönde aynı olan özelliklerdir. Örneğin; özgül ağırlık. Fiziksel özellikleri yönlere göre değişmeyen minerallere izotrop mineraller denir.

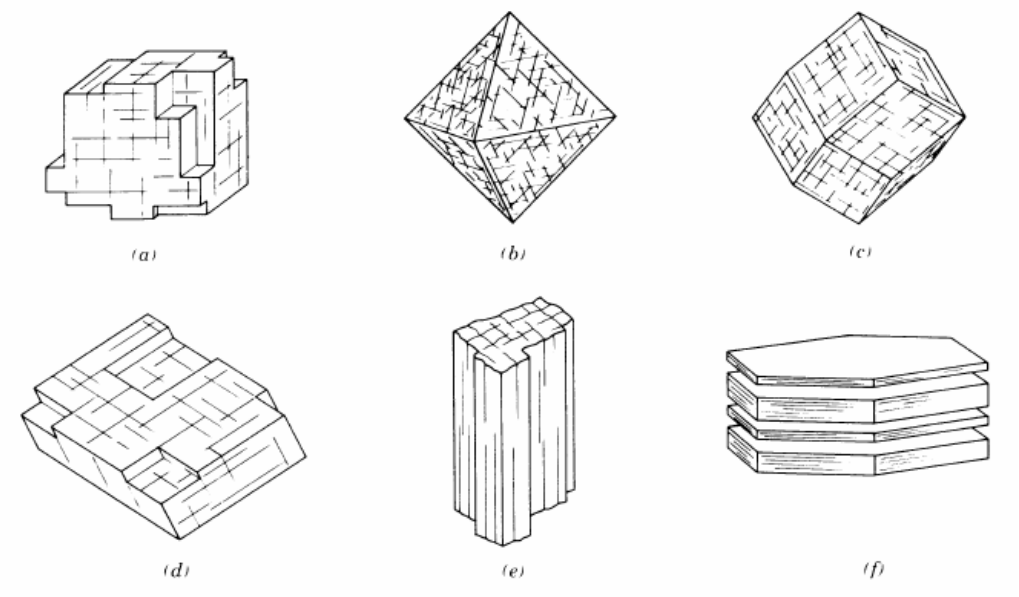
1.2.2 Vektörel Özellikler: Minerallerin yönlere bağlı olarak değişen özellikleridir. Örneğin; sertlik, dilinim gibi. Fiziksel özellikleri yönlere göre değişen minerallere de anizotrop mineraller denir. Minerallerin fiziksel özellikleri; -yoğunluk -çizgi rengi -sertlik -parlaklık -dilinim -elektrik -kırılma -magnetik -renk –flüoresans

1.3 Minerallerin Fiziksel Özellikleri

Bir maddeye etki eden kuvvetler *dilinim*, *yarılma* veya *kırılma* meydana getirebilirler. Kristalen maddenin dayanımı; bağ türleri, bunların düzenlenme tarzları ve yapısal kusurların varlığına bağlıdır. Mineralin uygulanan kuvvete karşı gösterdiği tepkide bağ türleri büyük bir önem taşır. Ayrıca, bir mineralin belirli düzlemlerinde veya yönlerinde yapısal kusurlar varsa, bu yönler boyunca daha kolay deformasyona uğrar. Meydana gelen gerilim mineralin direnç sınırını aşarsa kırılma meydana gelir. Minerallerin çoğunun yapısında diğer yönlerden daha zayıf olan ve sistematik olarak yer alan düzlemsel yönler vardır. Bunun nedeni, kristalin belirli yönlerinde, diğer yönlerine oranla daha az sayıda veya daha zayıf bağların olmasıdır. [3]

1.3.1 Dilinim

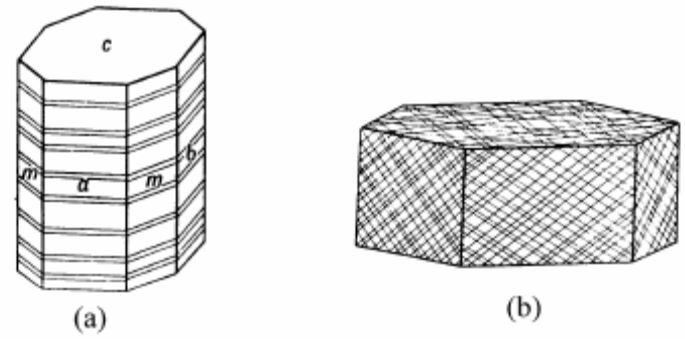
Minerallerin atomik düzlemlerine paralel olarak gösterdikleri düz yüzeyli levhalara ayrılma eğilimine dilinim denir. Kristalin içyapısına bağlı olup sadece atomik düzlemlere paralel olarak meydana gelir. Dilinim, bir grup paralel atomik düzlem arasında bulunan zayıf bağlardan, daha büyük kafes mesafesinden veya her ikisinin varlığından kaynaklanabilir. Dilinim, bazı minerallerde tek yönde olabildiği gibi (mikalar), iki yönde (ortoklas) veya üç yönde de (galenit) olabilir (Şekil 1.6). Bazı minerallerin ise dilinimi yoktur (kuvars). Dilinimi tanımlarken, kalitesini ve kristallografik yönlerini de vermek gereklidir. Dilinimin kalitesi için; mükemmel, iyi ve zayıf gibi terimler kullanılır. Dilinimin yönü ise kübik, oktaedral, romboedral, prizmatik veya pinakoidal gibi dilinimin paralel olduğu formun adı ile ifade edilir. [3]



Şekil 1.6 Dilinim şekilleri

1.3.2 Yarılma

Minerallerde zayıf yapısal düzlemler boyunca görülen ayrılmaya yarılma denir. Bu zayıflıklar; basınç, ikizlenme veya eksolüsyonun sonucu olarak meydana gelebilirler ve kristalografik düzlemlere paralel olmaları nedeniyle dilinimi andırırlar. Ancak dilinimden farklı olarak yarılma her numunede görülmez. Sadece ikizlenmiş veya basınçlardan etkilenmiş minerallerde izlenir. Bu minerallerde bile, belirli yönlerde az sayıda yarılma düzlemi bulunur. Örneğin, ikizler; yapışma düzlemi boyunca yarılma, bu düzlemlerin dışında ise düzensiz kırılma gösterirler. Bilinen başlıca yarılma örnekleri, magnetitin oktaedral yarılması, piroksenlerin bazal yarılması ve korundun romboedral yarılmasıdır. [3]



Şekil 1.7 (*a*) Bazal yarılma (piroksen), **(*b*)**Romboedral yarılma (korund)

1.3.3 Kırılma

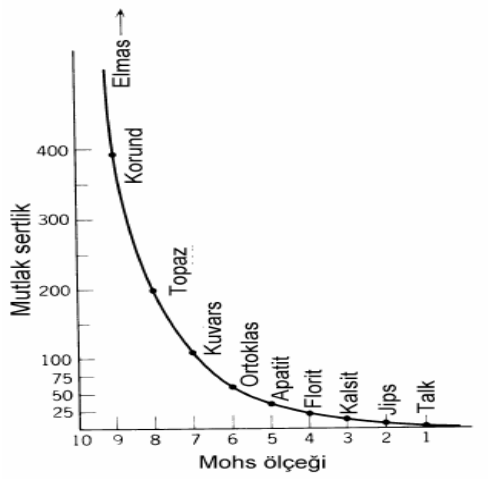
Bazı minerallerdeki bağlar tüm yönlerde yaklaşık olarak aynı dayanımdadırlar. Bu kristallerde kopma ve ayrılma belirli kristallografik yönleri izlemez. Bir mineralin dilinim ve yarılma yüzeyleri dışında kalan yüzeyler boyunca ayrılmasına kırılma denir. Kırılma, mineraller için önemli ölçüde tanıtıcı olan bir özelliktir.

Farklı kırılma çeşitleri aşağıda verilmektedir.

i. Konkoidal (midye kabuğu biçimli) kırılma; Kırık yüzeyi bir midye kabuğunun içini andıran düz, kavisli bir yüzeydir. Tipik olarak cam ve kuartz görülür.
ii. Lifsel ve kıymıklı; Lifli minerallerde görülen kırılma tarzı.
iii. Çengelli; Dişli ve keskin kenarlı kırık yüzeyi.
iv. Pürüzlü veya düzensiz; Pürüzlü veya düzensiz yüzeyler meydana getiren kırılma. [3]

1.3.4 Sertlik

Bir mineralin düzgün bir yüzeyinin çizilmeye karşı gösterdiği dirence sertlik denir. Diğer fiziksel özellikler gibi sertlik de mineralin kristal yapısıyla ilgilidir. Plastiklik gösteren metalik bağlı kristallerde çizilme, bir oyuk meydana getirir. Ancak iyonik ve kovalent bağlı gevrek mineraller mikro boyutta kırılarak çizilmeye tepki verirler. 1824 yılında Avusturyalı mineralog F. Mohs, doğada en çok bulunan mineraller arasında on tane mineral seçmiştir. Bu minerallerle karşılaştırma yaparak herhangi bir mineralin göreceli sertliği kolayca saptanabilir (şekil 1.8).



Şekil 1.8 Mohs göreceli sertlik değerleri ile mutlak sertlik değerlerinin karşılaştırılması

Atomları birbirine bağlayan güçler yönlere bağlı olarak değişebilirler. Bu nedenle sertlik Vektörel bir özellik olup kristaller değişik yönlerde farklı sertlik gösterirler. Birçok mineralde yönler arasındaki sertlik farkı çok az olup, bu farklılık ancak özel yöntemlerle saptanabilir. [3]

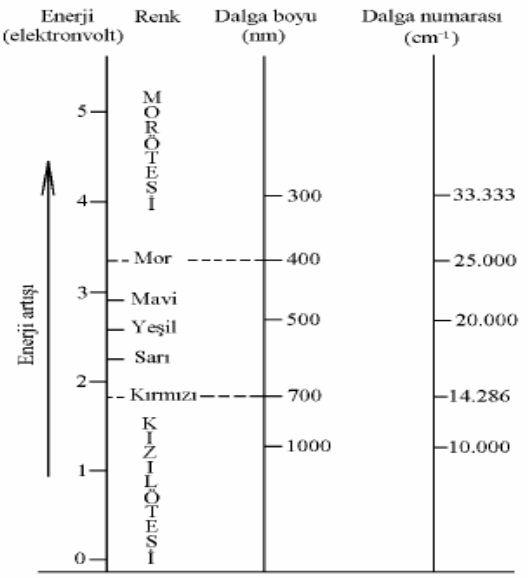
1.3.5 Esneklik

Bir mineralin, kırılma, öğütülme, bükülme veya yırtılmaya karşı gösterdiği dirence esneklik denir. Esnekliği tanımlamak için aşağıdaki terimler kullanılır.

i. Gevrek; Kolayca kırılan ve toz haline gelen mineral. Başlıca iyonik bağlı mineraller için karakteristik bir özelliktir.
ii. Dövülebilme; Bir mineralin çekiçle dövülerek levha haline gelebilmesidir.
iii. Çekilebilme; Bir mineralin tel haline çekilebilmesidir.
iv. Kesilebilme; Bir mineralin bıçakla yonga çıkartılarak kesilebilmesi. 2, 3 ve 4 maddelerde tanımlanan özellikler, metalik bağlantılı minerallerde görülür.
v. Bükülebilme; Kuvvet kaldırıldıktan sonra eski haline dönemeyecek tarzda bükülme veya eğilme; Klorit ve talkın dilinim katmanları bükülebilir ancak büküldükten sonra eski haline dönmezler. Meydana gelen deformasyon kalıcıdır.
vi. Elastiklik; Kuvvet kaldırıldıktan sonra eski haline gelebilen bükülme veya eğilme yeteneği. Mikalar bu tarzda elastiklik gösterirler. [3]

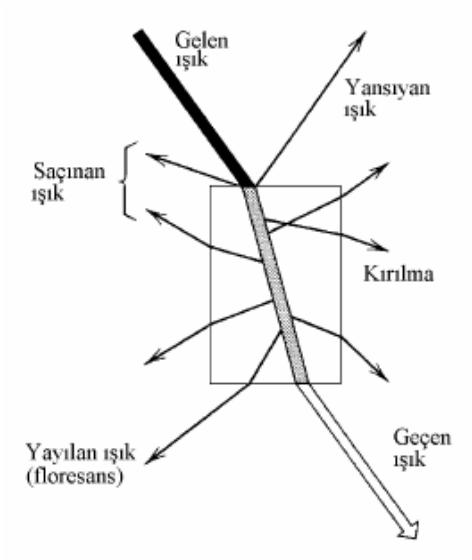
1.3.6 Renk

Renk, minerallerin fiziksel özellikleri arasında ilk başta ve en kolay gözlenen özelliğidir. Ayrıca birçok mineral için karakteristik bir özellik olup minerali tanıtan kriterlerden biridir. Birçok mineralin rengi değişik olabilmektedir.



Şekil 1.9 Renklerin üç farklı birimle gösterildiği spektrum.

Renk, gözümüzün elektro magnetik spektrumdan “görünen ışığı” görebilmesi ile ilgilidir. Görünen ışık, bu spektrumun yaklaşık olarak 350 – 750 nanometre aralığındaki dalga boylarını kapsar. [3]



Şekil 1.10 Işığın yoğun bir madde ile etkileşmesi sonucunda meydana gelen yansıma, kırılma, yayılma ve emilme (absorbsiyon). Emilen ışığın bir kısmı floresans olarak yeniden yayılabilir.

Beyaz ışık bir mineralin yüzeyine çarptığı zaman; mineralden geçer, saçılır, yansır, kırılır veya mineral tarafından emilir. Işığın kısmen saçılması ve yansıması, mineralde cila özelliği olarak algılanır. Geçen ışık mineral tarafından emilmezse (absorbsiyon) bu mineral yansıyan veya geçen ışıkta renksiz görünür. Mineralden geçen ışığın belirli dalga boyları emilebilir. Geriye kalan ve mineralden geçip göze ulaşan dalga boylarındaki ışınların kombinasyonu bir renk olarak algılanır.

Bazı mineraller için renk özelliği çok tipiktir. Mineralin üzerine gelen ışıkların bir kısmı mineral tarafından emilir. Diğer kısmı da yansır. Işığın mineral tarafından emilmesi ve yansıması her mineralde farklıdır. Işığın emilme ve yansıma oranları mineralin rengini belirler. Mineraller, renk özelliği dikkate alındığında 3 gruba ayrılırlar. [3]

1.3.6.1 Renksiz Mineraller: Gelen ışığın dalga boyu ile emilen ışığın dalga boyu aynı ise; diğer bir deyişle, mineral üzerine gelen ışığın tamamı mineral tarafından emiliyorsa bu mineral renksiz görünür. Renksiz mineraller şeffaf olur. [3]

1.3.6.2 Renkli Mineraller: Mineral üzerine gelen ışıkla, emilen ışık eşit miktarda olmazsa yani ışığın bir kısmı mineral yüzeyinden yansıyarak göze gelirse, mineral kendine özgü rengini verir. Mineral renkleri, mineralin kendi maddesine veya kimyasal yapısına bağlı olduğundan önemli bir özelliktir. Renkli mineraller ışığı farklı yönlerde, farklı olarak emiyorlarsa "pleokroizma" denilen çok renklilik ortaya çıkar. Bu optik özellikleri bakımından anizotrop olan renkli veya renklenen mineraller için geçerlidir. Mesela kordiyorit bir yönde mavimsi iken diğer yönde sarı, üçüncü yönde ise mor renk gösterir. Mikroskop çalışmalarında; pleokroizma önemli bir rol oynar. Mineralin değişik yönlerdeki ince kesitlerinin incelenebildiği ve belli yönde ışık sağlanabilen polarizen mikroskoplarda inceleme yapılabilir. [3]

1.3.6.3 Renklenen Mineraller: Mineral bünyesine, renk veren yabancı maddelerin (pigment) veya izomorf bir cismin karışması nedeniyle, karakteristik renginden farklı renk gösteren minerallere "renklenen mineraller" denir. [3]

1.3.7 Elektriksel Özellikler

Kristallerin elektriksel iletkenlik göstermesi yapılarındaki bağ tipi ile ilgilidir. Tümüyle metalik bağlı olan doğal elementlerin mineralleri elektriksel bakımdan mükemmel iletkendir. Metalik bağların kısmen bulunduğu bazı sülfür mineralleri yarı iletkendir. İyonik veya kovalent bağlı mineraller ise iletken değildir. Küp sistemi dışında kalan minerallerdeki elektriksel iletkenlik, kristallografik yönlere göre değişen Vektörel bir özelliktir. Örneğin heksagonal bir mineral olan grafit'in elektriksel iletkenliği c eksenine dik yönde çok daha fazladır. [3]

1.3.7.1 Piezoelektriklik

Otuz iki kristal sınıfının yirmi birinde simetri merkezi yoktur. Bu kristallerde polar eksenler bulunur. Jiroidal sınıfı dışındaki sınıfların tümünde, farklı uçları değişik kristal formları gösteren en az bir polar eksen vardır. Polar eksenlerin uçlarına basınç uygulanırsa, elektronlar bu eksenin bir ucundan diğerine doğru akarlar. Böylece bir uçta negatif elektrik diğer uçta da pozitif elektrik yükü meydana gelir. Buna Piezoelektriklik denir. Piezoelektriklik, polar eksenli sınıflarda kristalleşen herhangi bir mineralde görülebilir. Ancak, bazı minerallerde meydana gelen elektrik yükü saptanamayacak kadar küçüktür. Piezoelektriklik gösteren en önemli minerallerden biri kuvars'tır. Kristallografik bakımdan yönlü olarak kesilen kuvars levhaları radyo frekanslarını kontrol etmek ve frekans düzenleyici olarak dijital saatlerde kullanılırlar. [3]

1.3.7.2 Piroelektriklik

Bir kristalde meydana gelen sıcaklık değişimleri polar bir eksenin zıt uçlarında pozitif ve negatif yüklerin gelişmesine sebep olur. Bu özelliğe piroelektriklik denir ve sadece polar eksenli kristallerde gözlenir. Tek polar eksenli olan on kristal sınıfının kristalleri, “gerçek” veya birincil Piroelektriklik gösterirler. [3]

BÖLÜM 2. LÜMİNESANS VE LÜMİNESANS ÇEŞİTLERİ

2. GİRİŞ

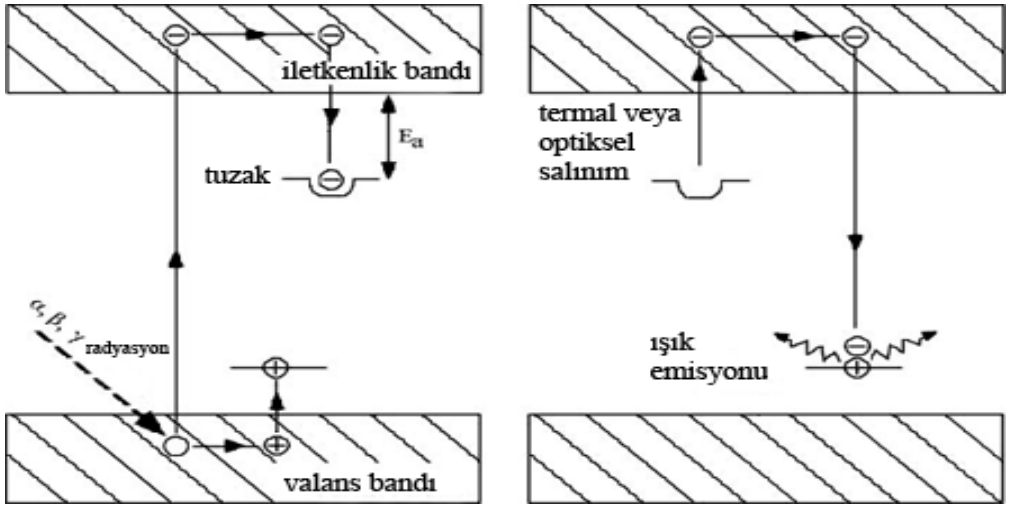
Kristallerde kusurlar, bilim ve teknolojide son derece önem taşımaktadırlar. Bilim insanları katı hal fiziğinin doğuşuyla materyallerdeki kusurların çeşitlerinin ve biçimlerinin anlamaya ve kontrol etmeye çalışmışlardır. Bu da yarıiletken teknolojisinin doğmasına neden olmuştur.

Safsızlıklar yarıiletken, yalıtkanların, elektronik ve optik özelliklerini belirlemede önemli rol oynamaktadır. İnorganik yalıtkanlarda ara enerji seviyelerinin oluşmasına neden olan safsızlıklar kullanılarak endüstride kullanılabilen yeni materyaller üretilmektedir. Ara enerji seviyeleri lazer teknolojisinde kullanıldığı gibi çeşitli özelliklerinden dolayı başka alanlarda da kullanılmaktadır. Elektron ve eşik tuzağı olarak davranan safsızlıkların oluşturduğu yasak bölgedeki enerji seviyelerinin çalışılması özellikler elektronların radyasyona duyarlı olmalarından dolayı dozimetre ve tarihlendirme alanlarında geniş kullanım alanı bulmuştur. Materyalin yaydığı lüminesansın, uyarma kaynağının tipine göre malzemenin yapısal özelliğinin yansıttığı görülmektedir. Yapılan çalışmalarda materyalin ve bulundurduğu safsızlıkların faz geçişlerinin lüminesansı etkilediği görülmüştür.

TL, genellikle, örneğin sabit bir sıcaklığa kadar ısıtılmasıyla ve lüminesans yayınımının sıcaklığın fonksiyonu olarak kaydedilmesiyle gözlemlenir. TL sinyalleri ışınım eğrisi olarak adlandırılır. Ve bu eğriler örnek içerisinde yer alan elektron tuzaklarına bağlı, değişik sıcaklıklarda ortaya çıkan farklı tepe noktaları olarak kendilerini gösterirler. Bu tuzakların oluşmasından örgü yapısındaki kusurlar sorumludur. Tipik bir kusur negatif bir iyonun yerinden uzaklaşması ve elektron tuzağı gibi davranan bir negatif iyon boşluğu yaratmasıyla oluşabilir. Bir kez tuzaklanan bir elektron eninde sonunda ısısal örgü titreşimiyle rahatsız edilecektir. Sıcaklığın artmasıyla bu titreşimler gittikçe güçlenecektir. Sınırlı bir sıcaklık menzili içinde tuzaklanmış elektronlar hızlıca serbest kalacaktır. Bazı elektronlar daha sonra sonuçta ışık yayınımı (TL) gerçekleştirecek şekilde, ışıma merkezindeki tuzaklanmış deşikler ile birleşirler. [4,5]

2.2 LÜMİNESANS

Lüminesans, bir malzemenin herhangi bir şekilde radyasyona maruz kalmasıyla meydana gelir. Gelen enerjinin bir kısmı soğurulur ve daha uzun dalga boylu bir ışık olarak geriye yayılır (Stokes Kanunu). Yayınlanan ışığın dalga boyu gelen radyasyona değil malzemeye bağlıdır.



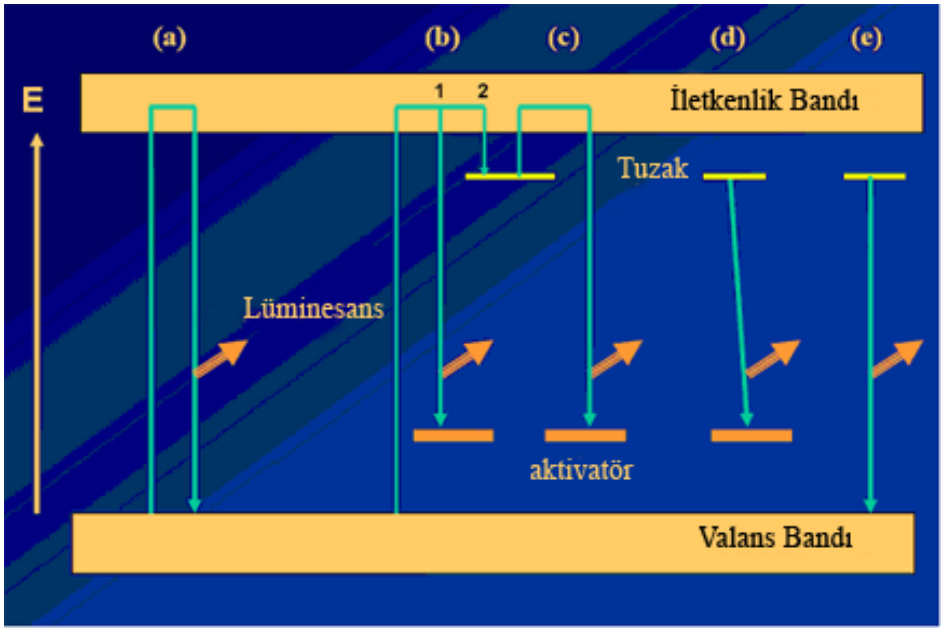
Şekil 2.1 Lüminesans olayının bant diyagramı

Radyasyon ile ışınlama boyunca kristal örgüye aktarılan enerji kristaldeki elektronları uyaracak ve lüminesans merkezlerinde tuzaklanmalarına sebep olacaktır (şekil 2.1). Bazı malzemelerde bulunabilecek olası lüminesans merkezleri:

- Geçiş metal iyonları (Mn^{+2},Cr^{+3}, Fe^{+3},…)
- Nadir toprak elementleri (Tb^{+3}, Eu^{+3},…)
- Ağır metaller (Pb^{+2}, Tl^{+},…)
- Elektron-boşluk merkezleri (S_2^-, O_2^- , F-merkezleri)
- Dislokasyon, cluster,….

Kristal içinde hızlandırılan elektronların enerji yayılımı boyunca, bu elektronlar kristal yapıda serbest elektronlarla karşılaşabilir ve/veya boşluklar tarafından hapsolabilirler. Safsızlıklar arasında, geçiş grubu metal iyonlarının 3d elektron konfigürasyonları tamamıyla doludur (Mn^{+2} , Fe^{+3}) dış enerji katkılarına çok duyarlıdır. Bu merkezlerin emisyonu kristal ve onun doğasındaki çok yüzlü iyonların koordinasyonuna bağlıdır. [7]

Lüminesans merkezinin türüne ve bulunduğu konuma göre, şekil 2.2 de gösterildiği gibi, farklı yollarla lüminesans oluşabilir.



Şekil 2.2 Farklı yollarla oluşan lüminesans

a) Uyarma enerjisinin soğurulması sonucunda elektronun önce iletkenlik sonra da değerlik bandına geçerken oluşan lüminesans
b) Uyarılma enerjisinin 1 ve 2 durumlarından yeniden birleşme merkezleri (akseptör) seviyelerine geçişinde ışın yayınlaması
c) Tuzak seviyelerinden iletkenlik bandına ve yine oradan yeniden birleşme merkezlerine geçişte ışın yayınlaması
d) Tuzaklardan akseptörlere geçiş sonrasında ışın yayınlaması
e) Tuzaklardan direkt değerlik bandına geçiş ile oluşan lüminesans [25,26]

Farklı yarıiletkenlerde görülen sıradan yayınlayıcı rekombinasyon işlemlerini şu başlıklarda inceleyebiliriz:

2.2.1 Banttan Banda Geçişler (elektron-boşluk rekombinasyonu)

Uyarılmış elektronun iletim bandından valans bandına geçerek bir boşlukla birleşmesi sonucu bandan banda geçiş gözlenir. Eğer yarıiletken doğrudan bir band boşluğuna sahipse (yasak banda) ve elektrik dipol geçişi izinli ise bu birleşme yüksek olasılıklıdır. Doğrudan olmayan yasak banda sahip yarı iletkenlerde bu birleşme ancak fonon aracılığı ile meydana getirilmesiyle mümkün olabilir. Bu ikincil mertebe bir işlemdir ve olma olasılığı düşüktür ya da daha uzun yayınlayıcı ömre sahiptir (τ_R).

2.2.2 Serbest Bölgeden Yasak Bölgeye Geçişler

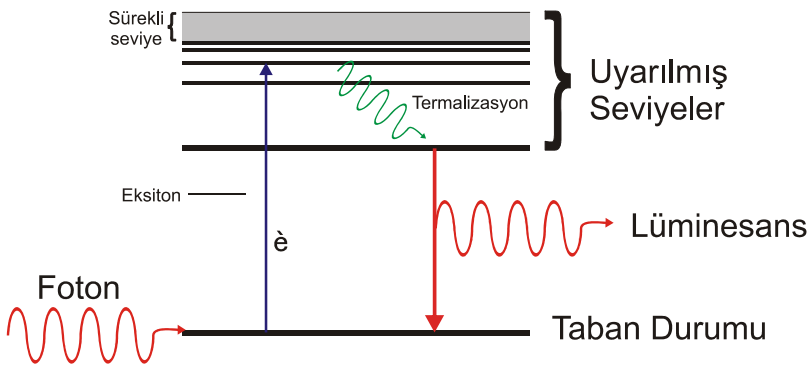
Yukarıda tartışılan bandan banda geçişler, yüksek sıcaklıkta safsızlık iyonları yutulmuşken baskın olarak görülür. Örneğin sıcaklığı düştükçe safsızlık atomları tuzak taşıyıcılar olur. Serbest elektronlar akseptörlerdeki boşluklarla yayınlayıcı birleşme yapabilir. Bunlar serbestten yasak bölgeye geçiş olarak adlandırılır. Yayınlanan fotonun enerjisi $\hbar\omega = E_g - E_A$ dır. Burada E_A, akseptörün bağlanma enerjisi ve E_g ise yasak band genişliğidir. Bununla birlikte serbestten bağlıya geçişlerde yayınlanan foton enerjisi safsızlık atomlarının bağlanma enerjilerini ölçmede en kolay yoldur.

2.2.3 Donör - Akseptör Çifti Geçişleri

Bu tip emisyon, bir önce tartışılan serbest-bağlı geçişlerine benzerdir. Dengelenmiş yarı iletkenler içinde sahip olduğu donör ve akseptörlere birçok etkileşim izinlidir. Donör akseptör çifti geçişlerinde, donörlerdeki elektronlar ışıma yaparak akseptörlerdeki boşluklarla birleşebilir. Yayınlanan fotonun enerjisi $\hbar\omega = E_g - E_A - E_D + \frac{e^2}{4\pi\varepsilon_0 R}$ burada, E_A, akseptörün bağlanma enerjisi ve E_D, donörün bağlanma enerjisidir. $\frac{e^2}{4\pi\varepsilon_0 R}$ terimi, materyal içinde donör ve akseptörler birbirlerinden R uzaklığı ile ayrılmışlarken donör ve akseptörler arasındaki Coulomb etkileşimidir.

2.2.4 Serbest - Eksiton Yayılımı

Oldukça saf yarıiletkenlerde foto uyarım, sıklıkla serbest-eksiton (bağlı elektron-boşluk çifti) oluşumuna öncülük eder. Eğer bu eksitonlar ışıma yaparak yok olursa, emisyon spektrumunda bir serbest eksiton piki meydana gelecektir (serbest eksiton yayılımı). Basit yayınlayıcı bozunum olarak bir ilk yaklaşımda bulunursak, serbest eksiton yayılımını, eksitonun taban durum enerjisini bir delta fonksiyonuna eşit olarak varsayarız. Eksitonun ömrünün etkilerini genişleterek, delta fonksiyonun çizgi şeklini Lorentzian dağılıma dönüştürebiliriz. Deneysel veriler, birçok serbest-eksiton emisyon piklerinin asimetrik şekilli olduğunu göstermektedir. Bunu anlamak için öncelikle eksitonların, eksitonik polariton şeklinde olduğunu düşünmeliyiz. Polaritonlar, bağlı fonon-foton sistemleridir ve bu sistem mevzu geçen eksitonlarla bağlıdır. Bu eksitonik polaritonlar, eksitonik bileşenleri vasıtasıyla düşük enerjilere doğru fononlarla saçılarak enerji verirler. Bununla birlikte polaritonun foton bileşeni fononlarla çok daha zayıf etkileşir. Bu verimliliği az olan etkileşme yüzünden emisyon pikinde asimetri gözlenir.

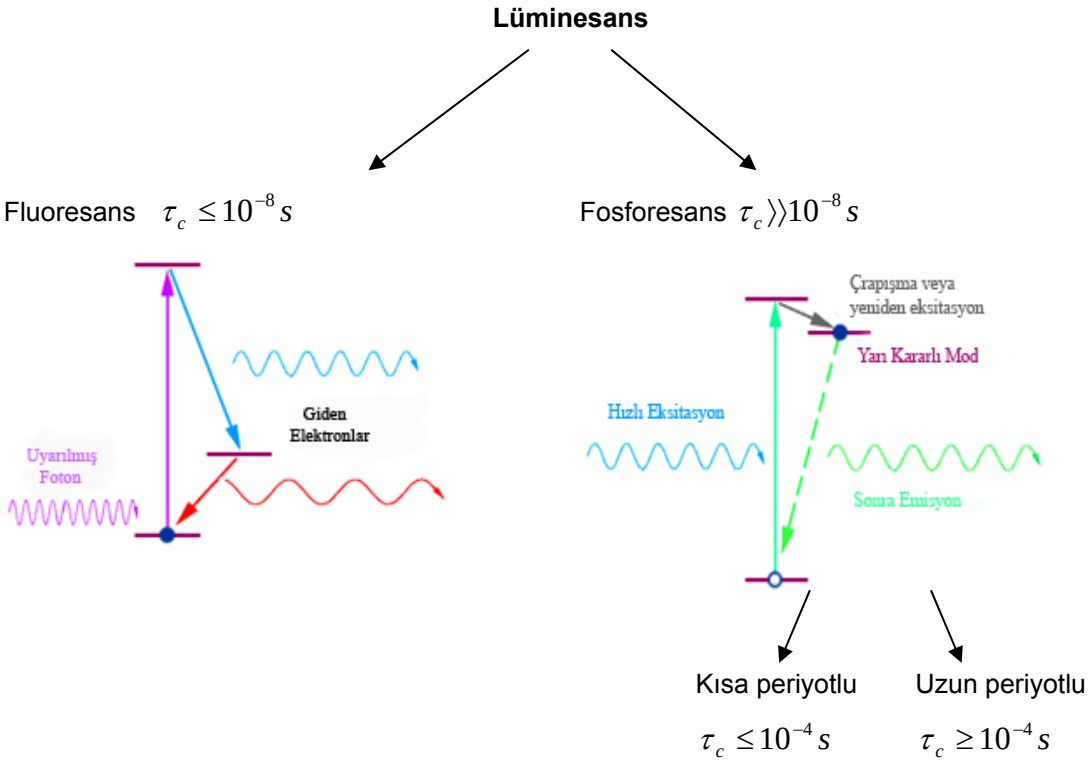


Şekil 2.3 Fotolüminesans diyagramı.

2.2.5 Sınır - Eksiton emisyonu

Son olarak, eğer yarıiletken nötr ya da iyonlaşmış donör ya da akseptörler içeriyorsa Van Der Waals etkileşimi bir önceki kısımda anlatılan eksitonları safsızlıklara doğru çeker (eksiton enerjisini düşürerek). Buradan da bir eksiton sınırından donör ya da akseptöre olan geçişlerde enerji, serbest-eksiton emisyon pikinden daha düşük enerjidedir.

Lüminesans süresi elektronların bir seviyeden başka bir seviyeye geçiş süreleri ile belirlenir. Yayımlanma ömrü olarak bilinen bu zaman τ_c ile gösterilir ve malzemeye özgüdür. Foton emisyonu uyarılmış bir seviyeden taban duruma olan direkt bir geçişten kaynaklandığında meydana gelen 10^{-8} s veya daha kısa süren lüminesans fluoresans olarak isimlendirilir. Uyarma durulduktan sonra devam eden lüminesans ise fosforesans adını alır. Bu tür özellik gösteren malzemelere verilen genel isim fosforlardır. Fosforların lüminesansı 10^{-7} s den başlayıp dakikalar hatta saatler sürebilir. Dolayısıyla yayımlanma ömrüne göre şekildeki gibi lüminesans ikiye ayrılabilir.



Şekil 2.4 Lüminesans olayının karakteristik τ_c zamanına göre sınıflandırılması

2.3 Termolüminesans (TL)

Termolüminesans kristal örgüdeki bozuklukların bir sonucudur. Yani safsızlık içermeyen ideal bir kristalin TL özelliği göstermesi mümkün değildir. Tabii ki doğada ideal kristal yoktur. TL, kristallerdeki kirliliği araştırmak için çok duyarlı bir yöntemdir, fakat kirliliği türünü kestirmek pek kolay değildir. Bunun yanı sıra TL yöntemi, dozimetri materyallerinin ölçümü ve güvenirliğini araştırmada, kristallerin tuzak parametrelerinin hesaplanmasında yer aldığı gibi son zamanlarda kristallerin ve nano parçacık düzeyindeki safsızlıkların faz geçişlerinin algılanmasında duyarlı olduğu görülmüştür.

2.3.1 Termolüminesansın İlk Gözlemleri (1948 den önce)

Ortaçağ simyacıları karanlıkta bazı mineraller ısıtıldığında hafifçe parıldadığını fark ettiler. Ancak, termolüminesansın gözlenen ilk bilimsel raporları Robert Boyle tarafından yapıldı. 1676 da Elsholtz aynı etkiyi fluorsparda gözlemledi. Konuyla ilgili önceki tahminler şöyleydi ısı kendi kendine ışığa dönüşüyordu. Du Fay (1726) sülfürün yandığını ve lüminesansın bu sebepten olduğunu düşündü, fakat daha sonra bu gözlemlediği olayın gecikmiş bir fosforesanstan başka bir şey olmadığının ilk kesin kanıtını elde etti. Quartz üzerindeki incelemeler gösterdi ki termolüminesans örmeğin ışığa maruz bırakılması sonucunda meydana geldi.

1821 de Calloud, Fransız kimyacı, 100 ve 180 ^{0}C arasında kinin sülfatın ısıtılmasıyla şiddetli mavi luminesans ürettiğini keşfetti. Bu gözlem Pelletier tarafından kısa süre sonra onaylandı. 1867 de, Becquerel ısıtıldığı zaman florspattan lüminesans elde edildiğini bildirdi. [10]

Tam olarak termolüminesans kelimesinin ne zaman literatürde kullanıldığını söylemek zordur, fakat 1895 de kesin olarak Wiedemann & Schmidt tarafından kullanılmıştı hatta Becker radyasyonla uyarılan TL'nin (termolüminesans) modern ismi altında deneysel ilk araştırmayı kabul etti. Wiedemann & Schmidt ve ilk araştırmacıların çalışmaları arasındaki temel fark şudur ki bu yazarlar laboratuarda bir elektron ışını ile numunelere ışıma yaptırarak termolüminesansa sebep olmuşlardı. Bu tip lüminesans yapay olarak elde edilmişti, hâlbuki ilk gözlemler çevredeki radyoaktivite tarafından meydana getirilen doğal lüminesanstı. Wiedemann & Schmidt fosforlardan üretilen çeşitli sentetikler üzerinde çalışmıştı. Ancak gerçekte laboratuarda doğal türlerden yeniden üretilen termoluminesans ilk Trowbridge & Burbank tarafından sunuldu. Bu yazarlar doğal TL fluoriti ısıtarak doğal TL gözlemlemiştir ve sonra X- ışınına maruz bırakılan malzemenin yeniden termolüminesans uyarılmasını elde etmişlerdi.

19. yy sonlarında radyasyon ve fosforesans arasındaki ilişki geniş bir inceleme konusuydu ve 1904 de Marie Curie doktora tezini yazarken radyasyonla uyarılan termolüminesans çalışmasını destekledi. Bu sıralarda ilk yayılma termoluminesans spektrumu çalışması Morse tarafından yapıldı. . Morse' nin gözlemlerinin konusu florspat mineraliydi. [10]

Lind & Bardwell (1923) şeffaf mineraller ve çeşitli süs taşlarından uyarılmış parıldama elde etmek için radyum kullanarak radyasyonla uyarılan termolüminesans çalışmalarına devam ettiler. Bunu 1924 de floritteki doğal termolüminesansı gözlemleyen Wick takip etti. O ve meslektaşları doğal minerallerin bir bölümünün ve sentetik fosforun elektron ışınıyla uyarılan termolüminesansını ve X-ışınları çalışmalarını ilerlettiler. Özellikle, Wick & Slattery aynı sentetik fosforların bir bölümüyle X- ışınları ile uyarılan termolüminesansı geniş kapsamlı araştırdılar. Bunlar fosforları içeren manganez ile doped edilen $CaSO_4$ du. Manganez lüminesansın iyi bir aktivatörü olarak tanımlandı ve $CaSO_4$: özellikle Mn mükemmel termolüminesent fosfordur. Bu materyal fosforun ani bir ışığa maruz kalmasıyla termoluminesans içeriğinin görüntüleyerek ultraviyole radyasyon dedekte etmek için Lyman tarafından kullanıldı. [10]

Belli sıcaklıkta maksimum termoluminesans piki oluşması elektronların tuzak derinlikleri ile ilgilidir. Bu tuzak derinliği dağılımı termolüminesansın anahtarı olarak Urbach (1930) tarafından tanımlandı. Garlick & Wilkins tekrardan tuzaktan kurtulan elektronun I.mertebe mekanizmalarını göz önünde bulundurarak termoluminesans teorisini formülize ettiler, onlar elektronun bir tuzaktan serbest kalır kalmaz yeniden birleşmeye maruz kalacağını varsaydılar. Böylece lüminesans emisyon yoğunluğu tuzaklanan elektronların serbest kalma miktarıyla orantılıdır

$$I(t) = -C\,dn/dt = C\,n/\tau \qquad (1.1).$$

Bunu II. mertebe durumunu göz önünde bulundurarak takip etti Garlick & Gibson (1948).

Burada onlar $I(t) = -C\,dn/dt = \alpha n^2$ (1.2)

denklemiyle karşılaştırılabilir tekrar tuzaklama ve yeniden birleşme olasılığını varsaydı. $\beta = \frac{dT}{dt}$ oranında sıcaklığın doğrusal olduğu izotermal olmayan durum için (1.1) ve (1.2) denklemleri çözülerek, bu yazarlar ısınmanın başladığında tuzaklanan elektronların sayısı ve E ile s tuzak parametreleri, termoluminesansın boyutu ve şekli, sıcaklığı ile ilgilendiler.

Böylece Randall & Wilkins (1945 a.b) I.mertebe termoluminesans parıldama pikinin şekli için aşağıdaki eşitliğe ulaştılar.

$$I = n_0 s \exp(-E/kT) \exp\left[(-s/\beta) \int_T^{T_0} \exp(-E/kT) dT \right] \qquad (1.3)$$

Burada n_0, T_0 sıcaklığında tuzaklanan elektronların sayısıdır.

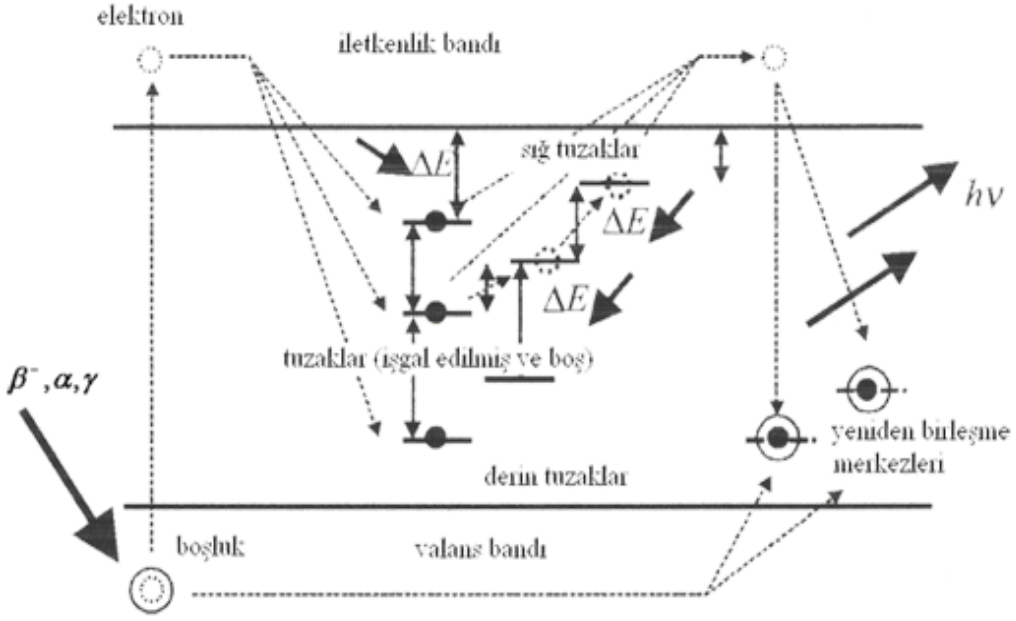
Benzer şekilde, II. mertebe parıldama piki için eşitlik Garlick & Gibson (1948) tarafından türetildi;

$$I = n_0^2 s \exp(-E/kT) / N \left[1 + (n_0 s / N\beta) \int_T^{T_0} \exp(-E/kT) dT \right]^2 \qquad (1.4)$$

Burada N mevcut elektron tuzaklarının sayısıdır.

(1.3) ve (1.4) denklemlerinden, basit bağıntılar deneysel parıldama eğrisinden türetilebilen tuzak parametreleri E ve s den üretildi. Tuzak dağılımını incelemek için bağıntılardan ziyade deneysel yöntemden faydalanılır. [10]

2.3.2 Termolüminesansın Prensipleri



Şekil 2.5 Katılarda eksitasyon ve emisyon lüminesans planı

Boltzmann istatistiklerine göre, termal uyarılma yoluyla tuzaktan bir yük taşıyıcısının serbest kalma olasılığı p_i ,

$$p_i \propto \exp\left(-\frac{E_i}{kT}\right)$$

E_i : band kenarı ve tuzak arasındaki enerji farkı

k : Boltzmann sabiti

T : Sıcaklık

Serbest kalan yük taşıyıcıları lüminesans merkezlerinde yeniden birleşirler veya tuzaklar tarafından tekrar işgal edilebilirler. Yayılan lüminesans ışığının dalga boyu λ lüminesans merkezleri ve tuzaklar arasındaki enerji farkının ΔE oranıdır. [11]

$$\lambda = \frac{hc}{\Delta E}$$

h : Planck sabiti

c : ışık hızı

Lüminesans şiddeti zamana bağlıdır.

$$I(t) \propto -\frac{dn}{dt} = -a\frac{dn_1}{dt} \qquad (1.5)$$

Buradan

$$-\frac{dn_1}{dt} = n_{10} s_1 \exp\left(-\frac{E_1}{kT}\right)\left(1-\frac{\sigma_{t1}(N_1 - n_1)}{\sigma_{t1}(N_1 - n_1) + \sigma_r n_r}\right) \qquad (1.6)$$

a : Orantı sabiti

n_1 : t zamanında tuzaklanan elektron konsantrasyonu

n_{10} : t=0 zamanında tuzaklana elektron konsantrasyonu

s_1 : pre-exponensiyel

E_1 : Termal tuzaklanma için aktivasyon enerjisi

σ_{t1} : Yeniden tuzaklanan elektron için enine kesit

σ_r : Işık emisyonu sonucu elektron- boşluk birleşmesi için enine kesit

N_1 : Elektron tuzak yoğunluğu

N_r : Boşluk tuzak yoğunluğu

$$\sigma_1 = \sigma_{t1} \Big/ \sigma_r$$

Parıldama eğrisinin (I vs T) tipik şekli bu denklemi çözerek elde edilebilir. Bütün serbest kalan yük taşıyıcılarının yeniden birleşmesi ve tek çeşit tuzağın varsayımı I. Mertebe kinetiklerle ilgilidir.

$$I(t) = -a\frac{dn_1}{dt} = as_1 n_1 \exp\left(-\frac{E}{kT}\right) \qquad (1.7)$$

s_1 : pre-exponensiyel

Sabit ısı oranı

$$\beta = \frac{\Delta T}{\Delta t}$$

Ve sıcaklık, $T = T_0 + \beta t$ verilir.

T_0 = Başlangıç sıcaklığı

Lüminesans şiddeti

$$I(T) = n_{10} s_1 \exp\left(-\frac{E_t}{kT} - \int_0^T \frac{s_1}{\beta}\exp\left(-\frac{E}{kT}\right)dT\right) \qquad (1.8)$$

n_{10} = Başlangıçta işgal olan tuzakların sayısı

Tuzaklanan yük taşıyıcıların yaşam süresi τ ,

$$\tau = \left(\frac{1}{s_1}\right)\exp\left(\frac{E_1}{kT}\right)$$

Serbest kalan taşıyıcılar tekrar tuzaklarda işgal edildiklerinde daha yüksek mertebe kinetikler uygulanabilir. İkinci mertebe kinetikler için yoğunluğu tarif edersek

$$I(T) = \frac{s_1^* n_{10}}{N}\exp\left(-\frac{E_1}{kT}\right)\left(1+\frac{s_1^*}{\beta}\int_0^T \exp\left(\frac{E_1}{kT}\right)dT\right)^{-2} \qquad (1.9)$$

Burada

$$s_1^* = s\frac{n_{10}}{N_1}$$

Bütün farklı tip elektron tuzakları için sadece tek tip varsayılan boşluk tuzakları, birbirlerini etkileyen elektron tuzaklarının farklı tipleri j' nin birbirini etkileyen kinetiklerinin genel denklemi ile ilgilidir. [11]

$$\frac{dn_1}{dt} = -n_i s_i \exp\left(-\frac{E_i}{kT}\right) + \left(\sum_{i=1}^{j} n_i s_i \exp\left(-\frac{E_i}{kT}\right)\right)\frac{\sigma_i\left(N_i - n_i\right)}{\sum_{i=1}^{j}\sigma_i\left(N_i - n_i\right) + n_r\sigma_r} \qquad (1.10)$$

Burada

$$i = 1,2,.....j \qquad \sigma_i = \frac{\sigma_{ti}}{\sigma_r} \qquad \sum_{i=1}^{j} n_{i0} = n_r$$

Ve

$$I(t) = -\frac{dn_r}{dt} = -\sum_{i=1}^{j}\frac{dn_i}{dt} \qquad (1.11)$$

n_i : t zamanda i tuzağında tuzaklanan elektron yoğunluğu

n_{i0} : $t = 0$ zamanında tuzaklanan elektronların yoğunluğu

ESR spektrumu sayesinde radyasyonla uyarılan hataların tipleri belirlenirse, parıldama eğrisinin şekli simule edilmiş olabilir (Ikeya, 1992) ve TL ışığının maksimum dalga boyu benzer hatalara atfedilir (Speit ve lehmann, 1982). Yüksek radyasyon dozları ve düşük tuzak yoğunlukları saturasyona sebep olur.

Ömür enerji farkına bağlıdır, böylece yüksek sıcaklıklarda meydana gelen pikler daha istikrarlıdır. Bu etkinin azalmasında çevredeki sıcaklığın payı vardır, fakat gelen ışık TL tuzaklarını da ağartabilir. [11]

2.3.3 Termolüminesans ölçüm metotları

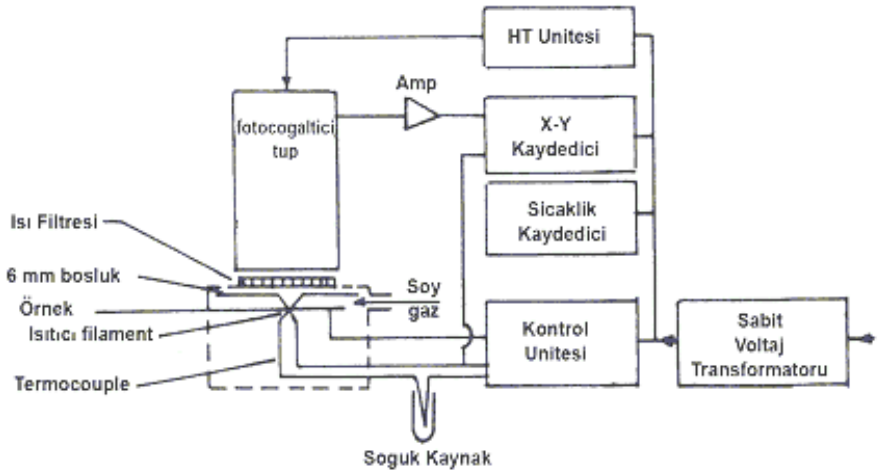
TL ölçümleri araştırma laboratuarlarında kolaylıkla kurulabilen deneysel aletlerle yapılabilir. Bir fosforun TL şiddeti;

i) Dalga boyuna ve

ii) Sıcaklığa bağlılığıyla iki şekilde kaydedebilir.

İlk durum için, her bir parıldama pikine karşılık gelen TL ışığının spektral dağılımı metallerin band yapısı hakkında bilgi verir. Farklı mekanizmalar yardımıyla, bantlar arası geçişler, tuzaklar, elektronlar ve boşlukların hareketleri ve yeniden birleşme merkezleri gibi kavramları açıklanabilir. TL materyalinin sıcaklığını bir parlaklık pikinin TL ısıma spektrumu da ortaya koyabilir. TL şiddetinin sıcaklığa bağlı olarak belirlendiği ikinci yol ise radyasyon dozunu ölçmede kullanılır. Bu işlemi gerçekleştirecek olan deneysel düzeneğe TL okuyucusu adı verilir. Termolüminesans, TL numunesinin sıcaklığını kontrol etmek için kullanılan bir ısıtma sistemi, bir ışık toplayıcı dedeksiyon sistemi ve bir de sinyalleri kaydetmeye yarayan kaydediciden oluşur. [12]

2.3.4 Temel Termolüminesans Aparatları



Şekil 2.6 Termolüminesans sisteminin basitleştirilmiş diyagramı (D. R Vij ,1998)

TLD örneği düzenek içine toz, disk ya da şerit seklinde yerleştirilerek ölçüm alınması mümkündür. Örneğin ısıtılmasıyla oluşacak foton salınımı foto çoğaltıcı tüp yardımıyla, dedekte edilebilir hale getirilir. Deneysel düzenekte örneğin farklı sıcaklıklarına karşılık TL şiddetleri ya da sinyallerle alınan piklerin karşılık geldiği dalga boylarına bağlı olarak kaydedilir. [12]

2.3.4.1 Isıtma Sistemleri:

Parlaklık eğrisinin oluşumunda ısıtma işleminin önemli bir rolü vardır. TL materyallerinin ısıtma işlemi örneğin durumuna bağlı olarak (yani; mikro kristal, toz, tek kristal, şerit ...) farklı yollarla yapılabilir. Bunlar; (i) elektrik rezistans ısıtması, (ii) gaz ısıtması, (iii) optik ısıtma yöntemleridir. Elektrik rezistans ısıtması; örneğe voltaj uygulanmasıyla ısıtma temeline dayanır. Gaz ısıtması; örneği sıcak gaz molekülleri arasına koyarak ısıtma temeline dayanır. Optik ısıtma da kızıl ötesi, mikrodalga ve lazerler kullanılarak ısıtma temeline dayanır. [12]

2.3.4.2 Işık Dedeksiyonu, Kaydetme ve Gösterim:

Foto çoğaltıcılar, bir fosfordan yayımlanan TL ışığını dedekte etmek için kullanılır. TL sonucunda açığa çıkan radyasyonu çoğaltıp sinyaller haline getirir ve bir spektrum meydana getiriler. Genel olarak farklı TL materyalleri için farklı foto çoğaltıcı tüpler kullanılır. TL şiddetinin ölçülmesi için en uygun ve çok sık kullanılan yöntem X-Y grafik kaydedicilerinin kullanıldığı yöntemdir. Bu kaydedicinin kullanılmasıyla parlaklık eğrisinin TL şiddeti ile sıcaklığın bir fonksiyonu olarak kaydedilir. [12]

2.4 Katodolüminesans (CL)

2.4.1 Genel Bilgi

Farklı tip lüminesanslar, lüminescent numunelerin eksitasyon kaynakları tarafından sınıflandırılırlar. Numune X-ışını ile uyarılıyorsa, (RL) radyolüminesans elde edilir. Şayet bir ışık kaynağı kullanılıyorsa fotolüminesanstır ve eğer bir elektron ışını kullanılıyorsa (CL) katodolüminesanstır. Elektronlar daha düşük enerji seviyelerine inerlerse, fotonlar salınır, numunenin lümines olduğu söylenir. [13]

Elektronların enerjisi uyarılmış ve temel durum arasındaki enerji geçişine eşittir. Bütün numuneler kendi kusur ve hatalarıyla kendi enerji geçişlerine izin verecektir ve kendi luminesans spektrumunu oluşturacaktır. Safsızlıkları yüzünden iç emisyonlar, kusurları ve ev sahibi örgü yüzünden dış emisyonlar var olacaktır. Veya ikisinin kombinasyonları olacaktır. Spektrumları inceleyerek numuneler hakkında bilgi edinilebilir.

Spektrum, şiddet, ömür, akım yoğunluğu, örnek sıcaklık, frekans modülasyonu ve katot ışını enerjisinin bir fonksiyonu olacaktır.
CL farklı lüminesans metotlarından farklı emisyon şiddetleri ile bir spektrum üretir. CL diğer lüminescent proseslerden öte avantaja ve dezavantaja sahiptir. [13]

CL numunedeki yüzey kusurlarını incelemekte duyarlı olduğu için uygun bir metottur. Elektron ışını sadece 10^3 atom mertebesinde giricidir. Enerji numunedeki elektronları iyonize edecektir. Sadece kısa süreli aralıkta nüfuz edebilecektir, çünkü elektronların enerjisi kolaylıkla absorbe edilebilir. Fotolüminesansın tersine fotonun enerjisi geçiş enerjisine eşitse absorblanabilir, gelen elektronların enerjilerinin bir bölümü örnekte elektronları uyarmak için sürekli kullanılacaktır. %25 ile %5 arasında katot enerjisi luminescent bölgeye transfer edilir. Enerjinin kalanı diğer formlarda çoğunlukla da fonon olarak harcanır.

Donanımda kullanılan ışın akımı nispeten büyük bir alana (~mm^2) yayılır. Böylece akım elektron mikroskobu mikron altı bir noktaya odaklanması ile karşılaştıracak olursak yoğunluğu düşüktür.

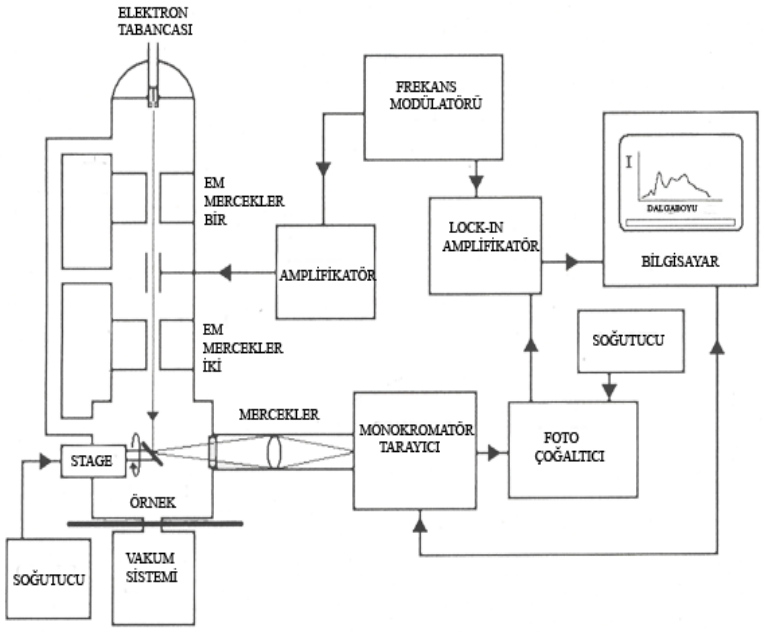
CL düşük enerjili optik geçişlerle ilgilidir ve CL spektrum, özellikle düşük sıcaklıkta, bir katının özelliklerine son derece duyarlıdır. Çünkü elektronlar katı içerisinde sadece kısa mesafelere nüfus ederler, sonuçlar yüzey hatalarına ve katkılara duyarlı olabilir. CL fiziksel kimya, opto-elektronik özellikler, sıcaklık, kristal yapıları, gerilme ve benzer faktörler tarafından

etkilenmektedir. CL farklı safsızlıklardan lüminesans bantlarını ayırır, bazı yüzey analizlerini sağlar ve emisyon bantlarını bileşenlerine ayırır. [13]

CL kusurlar yüzünden spektrumdaki herhangi bir değişimi ve bir metalde farklı geçişleri tanımlamak için iyi bir metottur. CL, ne farklı relaksasyon proseslerini belirlemekte, ne de örnek yapıyı anlamakta yardımcı olmaz. Diğer metotlar ile birleştirilerek kullanıldığında en etkilidir.

CL teknolojide önemli bir yer edinerek katot ışını tüplerinin temeline dayalı olarak, osiloskopların, televizyonların, bilgisayarların ekranlarında ve elektron mikroskobunda görüntü oluşturmak için kullanılmaktadır. [13]

2.4.2 CL Sistemi



Şekil 2.7 CL deneysel sistemi

2.4.2.1 Örnek Odası

Örnek bir vakum pompa odasının içine yerleştirilir (10^{-5} torr). Örnek elektron ışınının üç farklı yüzeyi görmesi için 180 derece dönebilen bir numune tutucunun üzerine yerleştirilir, tüm diğer örneklerle. Örnekler bakır numune tutucu üzerine monte edilir. Aquadag grafit tabanlı madde hem sabitlenmekte hem de yüzeyde yük oluşumunu önlemekte yardımcı olur.

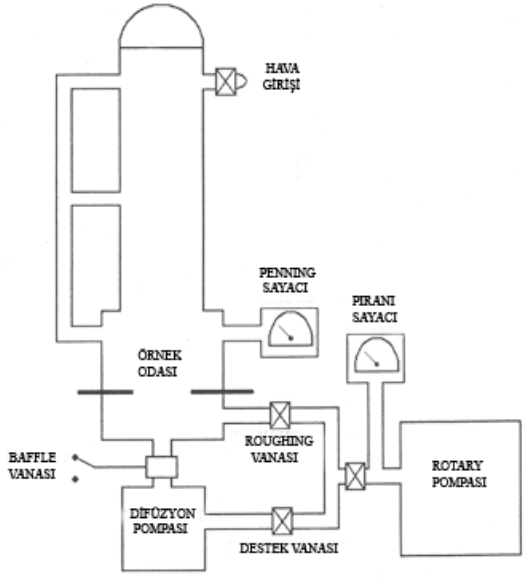
Numune tutucu örneği 20 K civarında tutabilen bir soğutma sistemine bağlıdır. Örneği soğutmak, birkaç saat sürer ve okunan sıcaklığın doğruluğu kesin değildir. Sıcaklığın sabit olduğu düşünülürse, düşük bir sıcaklık ve oda sıcaklığında elde edilen spektrumların karşılaştırılmasına izin verir. Odanın içini görebilmek için yerleştirilmiş CCD bir kamera vardır. Kamera için ışık bir LED den sağlanır, emisyon 980nm de, ki bu foto çoğaltıcının dışındadır. Lüminesans parlaklığı yeterliyse kamera görsel olarak demetin spot büyüklüğünün ayarlanmasını ve onun pozisyonunun değişmesine izin verir. [13]

2.4.2.2 Sütun Montajı

Sütun aynı vakum sistemi tarafından pompa edilir. Odada bir vakum yoksa elektron ışınları hava parçacıkları tarafından saçılır. Elektron tabancasındaki katot anında yanar. Elektron tabancası üst kısımda yer alır. 1,8A lik akımla filaman tin ürettiği elektronlar 10 kV potansiyel altında hızlandırılırlar. Sütundan aşağıya doğru giderken yolu üzerindeki iki bobinden doğruca geçer. Bobinler mercekler gibi davranır. Bobinler boyunca elle değiştirilen akım ışınları odaklar. Var olan başka bir elektrik alan ışının yönünü x ve y doğrultusunda saptırabilir, böylece örnek üzerinde nerede elektronların çarpıştığı seçilebilir. Bu alan aynı zamanda demeti örnek üzerinde tutmakta veya tutmamakta kullanılır. Bunun için bir frekans modülatörüne bağlıdır. [13]

2.4.2.3 Vakum Sistemi

Örneği incelemeden önce oda 10^{-5} torr mertebesinde dışarıya pompalanmalıdır. İki vakum pompası kullanılır; rotary pompası ve difüzyon pompası.



Şekil 2.8 CL vakum sistemi

Sistemdeki havayı dışarıya pompalamak için, ilk olarak difüzyon pompası baffle vanası ve destek vanası kapatılarak sistemden izole edilir. Sonra rotary pompası 10^{-1} mertebesinde odadan dışarıya çekilmesine kabaca izin verir. Bunu yapmak için roughting vanası ve rotary vanasının üzerindeki vana açılmalıdır. Odanın havası boşaltılır boşaltılmaz, roughing vanası kapanır. Sonra destek vanası ve baffle vanası açılır.

Odanın çalışılabilir basınca düşmesi yarım gün sürebilir, birisi odaya örneği değiştirmek veya onarmak için girdiğinde, ilk önce difüzyon pompası izole edilmelidir ve sonra roughing vanası kapatılmalıdır. Bu işlemlerle yapıldıktan sonra giriş vanasına hava girmesine izin verilir, bu arada elektron ışın aletinin kapatılmasının unutulmaması gerekmektedir. [13]

2.4.2.4 Foton Dedeksiyonu

Örnek öyle bir açıyla yerleştirilir ki 2inch lik lense doğru maksimum sayıda foton yayılsın, buradaki lensler tarama yapan monokromatöre doğru odaklanır. Monokromatöre ulaşan ışık parlak bir kırınım ağı tarafından onun bileşen dalga boylarına ayırır. Dalga boyunun küçük bir parçası foton çoğaltıcı bir tüp içinde sapacaktır. Ağ bölgelerinde açıyı değiştirerek PM tüpü içerisinde hangi renk dalga boyu oluşacağı seçilebilir. Ağ yavaşça dönen adım motoruna bağlıdır, öyle ki spektrumun ardışık bileşenleri PM tüpü içerisinde adım adım parlayacaktır. Adım motoru ana bilgisayar ile bağlantılıdır. Bilgisayar adım motorunun hangi hızda ve hangi aralıkta kapatılacağını bildirir.

PM tüpü termal gürültüyü önlemek için 206K e kadar soğutulur, onun elektrik sinyalleri lock-in amplifikatöre gönderilir. [13]

2.4.2.5 Frekans Modülatörü ve Lock in Amplifikatörler

Bunlar sistemdeki çeşitliliklere izin veren iki bileşendir. Her birini değiştirmek piklerin şiddetlerini etkileyecektir. Pikler örnek içindeki enerji boşluklarına karşılık gelir. Farklı enerji boşlukları farklı elektron relaksasyon zamanları vardır. Her birinin iki değişkeni değiştiğinde, farklı ömürdeki piklerin şiddeti farklı yollarda etkilenir.

Frekans modülatör kontrolleri ışının örneğin üzerine tutulması veya tutulmamasıdır. Daha yüksek frekanslarda geçişler daha uzun ömürlü olurlar. Lock in amplifikatörler 360^0 lik faz değişimine izin verirler. Optimum çıkış sinyali meydana geldiğinde:

$\tan\phi = 2\pi f\tau$ olur.

Burada, $\phi =$ faz kayması; $f =$ frekans ve $\tau =$ ömür

Formülde çok merkezli kaynaklar için geçerli olmadığı gibi üst süte binen kaynaklar içinde geçerli değildir. Pratikte ikisini de sağlayabiliriz. [13]

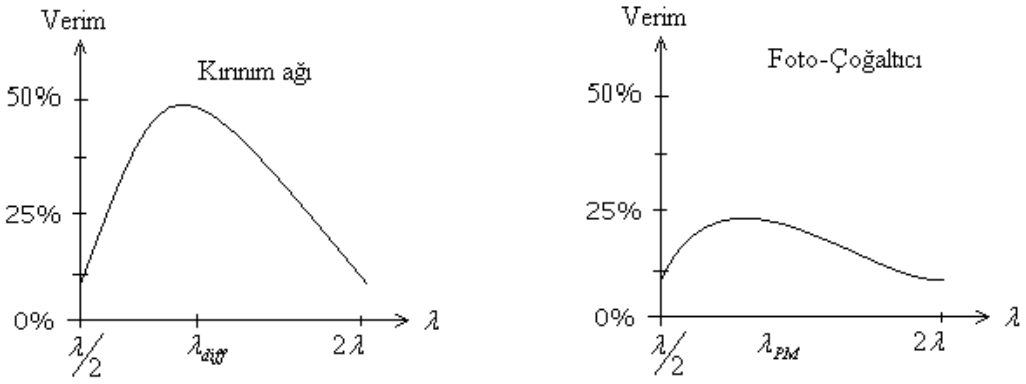
2.4.2.6 Lock-in Amplifikatörler

Işık üretimi kırılan elektron ışını tarafından ayarlanır. Eğer ömür kırılma ömrüyle karşılaştırılırsa, yanıt ideal bir kare dalgadır. Monokromatör kırınım ağı kullanır. Dalga boyunu farklı yönlerde yarar, sadece izin verilen bir dalga boyu foto çoğaltıcıya ulaşır.

2.4.2.7 Veri Toplama ve Veri işleme

Lock in amplifikatördeki ham veri bilgisayar tarafından toplanır. Çünkü bilgisayar adım motoru ile haberleşmektedir, bilgisayar hangi dalga boyunun hangi veri noktasıyla ilgili olduğunu bilir. Veri bilgi dosyaları yüklenir yüklenmez, analiz edilen dosyalara, üç tane modifikasyon yapılmalıdır.

i. PM tüpü
ii. Kırınım ağı yetersizliği
iii. Dalga boyunun bir fonksiyonu olan şiddetten enerjinin bir fonksiyonu olan şiddete kadar değişimi



Şekil 2.9 PM tüpü ve parlayan kırınım ağı yüzünden, düzenli bir yoğunluk spektrumunun bozulması

Hem kırınım ağı hem de foto çoğaltıcıların belirli dalga boyları vardır, bu sayede verimli çalışırlar. Eğer bu dalga boyları birbirlerinden uzaklaştırılırsa lock-in amplifikatöre ulaşan sinyalin şiddeti ile örnek tarafından üretilen fotonların şiddeti karşılaştırıldığında hızlıca düşmeye başlar.

Bir spektrumun bütün dalga boyları için sahip olduğu düzenli şiddet (şekil 2.9) da gösterilmektedir. Excel makroları daha uzun ve daha kısa dalga boylarının şiddetlerini çoğaltarak bu durumu düzeltir.

Yoğunluktan dalga boyuna dönüşüm basittir.

$$E = \frac{hc}{\lambda}$$

Ve $I(E)dE$ yi $I(\lambda)d\lambda$ dönüştürmek için,

$$dE = -(hc/\lambda^2)d\lambda$$

Bu işlemler yapılır yapılmaz veri analiz için hazırdır. [13]

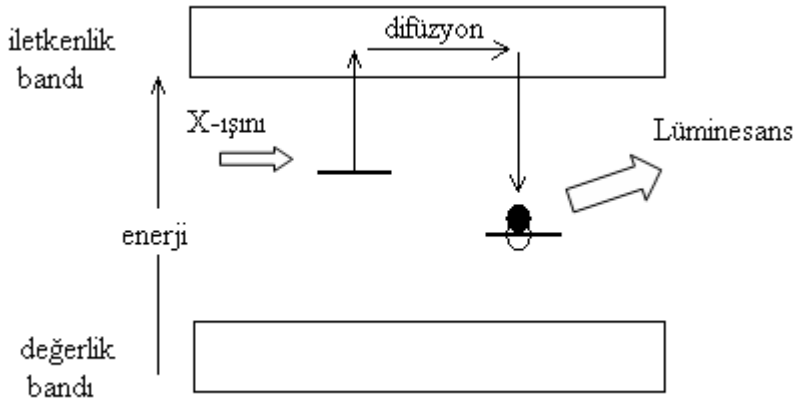
2.5 Radiolüminesans (RL)

1990 yıllarında ilk lüminesans deneylerinin başlamasıyla birlikte, lüminesans olayı gündeme gelmişti. Yapılan deneylerin kuantum teorisi ile birleşmesi 1920–1930 'lu yıllara rastlamaktadır. Bir malzemenin sahip olduğu özellikler hakkında en az beş farklı bilgi veren lüminesans spektrumları optiksel soğurma spektrumlarından daha ayrıntılı bilgi sağlamaktadır. Bu özellikler şunlardır;

i. Malzemenin uyarılması için kullanılan ışın kaynağının dalga boyunun fonksiyonu olarak yayınlama şiddeti,
ii. Yayılan ışının dalga boyunun fonksiyonu olarak uyartılma şiddeti,
iii. Uyarılan halin yaşam süresi,
iv. Kuantum verimi

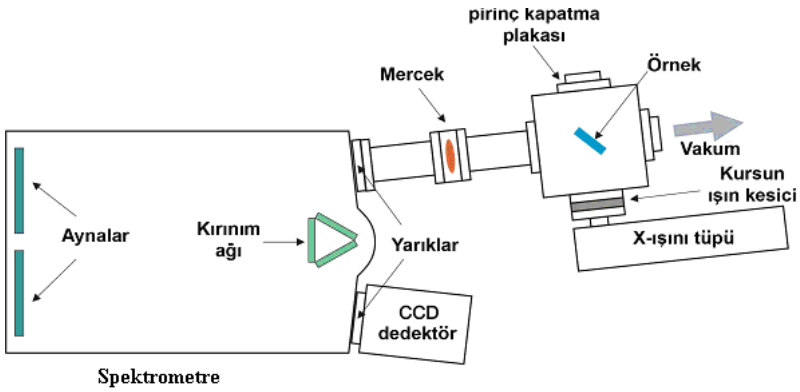
Malzemenin X-ışınları ile ışınlanması ile meydana gelen radiolüminesans, aynı zamanda Sr^{90} gibi bir radyo aktif kaynaktan yayınlanan betalar kullanılarak ta elde edilir.

Radiolüminesansta gelen X-ışını demeti tüm örneği ışınladığı için örneğin tamamı hakkında bir bilgi sağlar. Örneğin; proton ile oluşturulan X-ışını deneyinde (PIWE) hızlı X-ışını demeti, hızlandırıcıdan çıkarak örneğin üzerine gelir ve örnekte bulunan elementlerin tayininde kullanılır. Bu çalışmada kullanılan sistemde, gelen X-ışını demetinin enerjisi düşüktür ve PIXE' den farklı olarak malzemelerdeki kusurların tayininde temel olarak kullanılan yöntemlerden biridir.



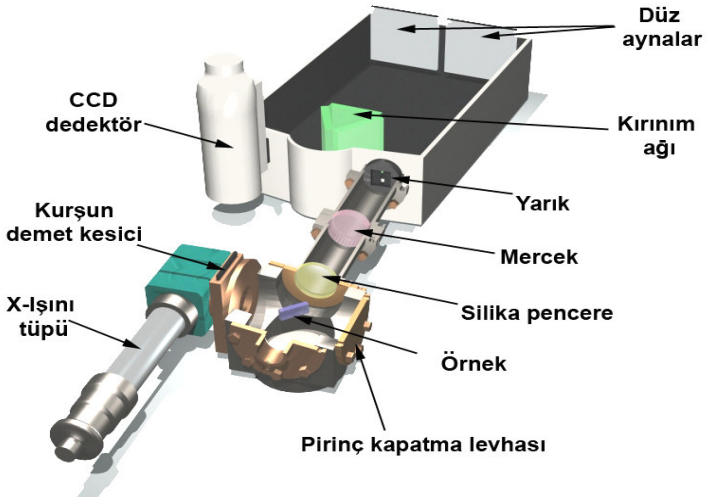
Şekil 2.10 Radiolüminesans olayının band diyagramındaki gösterimi

Şekilde görüldüğü gibi X-ışınları ile uyarılan bir malzemedeki elektronların iletkenlik bandına geçmesi sağlanır ve iletkenlik bandına geçen elektronlar tekrar değerlik bandına geçerken bir ışıma yapar. Bu ışımaya radyolüminesans adı verilir. Işıma yapan bu elektronlar sayesinde kristalin yapısı, band aralığı, hangi dalga boylarında ışık yayınladığı gibi o kristale özgü bilgiler edinilebilir. Bu sayede kristal hakkındaki bilgiler şekillendirilir. [22,23]



Şekil 2.11 Çalışmada kullanılan RL deteksiyon sisteminin şematik diyagramı

Söz konusu sistem Celal Bayar Üniversitesi Fizik Bölümü Lüminesans Laboratuarında bulunmaktadır. Türkiye'deki üniversitelerde bu çapta ilk defa kurulmuş olan bir RL sisteminde, geleneksel sistemlerden farklı olarak, PM (foto çoğaltıcı) tüp yerine bir CCD detektör kullanılmıştır.



Şekil 2.12 RL sistemindeki odanın iç görüntüsü ve optik sistemin çizimsel gösterimi

2.5.1 Spektrometre

Örnekten yayınlanan ışığı (parıldamayı) spektrometrenin giriş yarığına düşürmek için bir optik sistem tasarlanmıştır. Bu sistemin bir ucuna, vakum yapılmasını sağlamak amacıyla, bir silika pencere, ortasında 10 cm odak uzaklıklı bir silika mercek yerleştirilmiştir. Bu mercek sayesinde örnekten gelen ışımanın giriş yarığı üzerine odaklanması sağlanmıştır. Burada kullanılan mercek ve pencerenin silika seçilmesinin sebebi ışımanın minimum kayıpla iletilmesini ve burada başka bir ışımanın olmasını engellemektir. [14]

2.5.2 CCD Dedektör

Burada kullanılan detektör CL ölçümlerinde kullanılan PM tüpünden farklı olarak daha gelişmiş olan CCD detektörüdür. Karanlık akımı ve elektronik gürültüleri minimuma indirgemek için detektör sıvı azot sıcaklığında çalıştırılmalıdır. Bu amaçla sistem çalıştırılmadan önce detektörün soğutma haznesine sıvı azot konulup 30 dakika beklenmelidir.

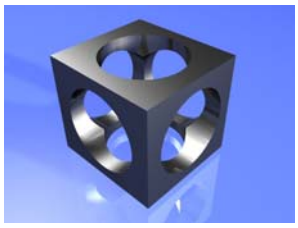
Aksi takdirde detektör; kendini korumaya almakta ve önünde bulunan kapağı açmayıp ölçüm alınmasına izin vermemektedir. Bu detektörün maksimum verimli olduğu dalga boyu 200–1200 nm aralığındadır. Bu detektör ile çok daha hızlı bir şekilde ölçüm alınabilmektedir. Uzun dalga boylarında CCD detektör PM tüpüne nazaran çok daha duyarlıdır ancak kısa dalga boylarında duyarlılığı PM tüpüne kıyasla daha azdır. Sistemde örnek odasından gelen ışımanın monokromatöre girdiği yarık genişliği 0,1mm den 2mm ye kadar değişen aralıklarda ayarlanabilmektedir. Yapılan test ölçümlerinde laboratuarımızda mevcut bulunan sistemle aynı örnek üzerinde alınan ölçümlerde tekrarlanabilirlik sağlanmıştır. [14]



Şekil 2.13 RL sisteminde kullanılan CCD detektörün sıvı azot haznesi

2.5.3 Örnek Odası

Örnek odası 15x15x15 cm3 boyutunda bir alüminyum küpten yapılmıştır.



Şekil 2.14 Örnek Odası

Bu küpün her bir yüzünde 8cm çapında delikler bulunmaktadır. Örnek odasının kapalı kalacak yüzlerine, Manisa Organize Sanayinde ek parçalar yaptırılarak vakum tutar hale getirilmiştir. Örnek odası X-ısını tüpünden gelen radyasyonu kabul edilebilir doz seviyesine düşürmek için yeterince kalın alüminyum malzemeden imal edilmiştir. X-ısınının örnek odasına geldiği pencereye özel bir sistemin yerleştirilmesi sayesinde X-ısını, sistem kapatılmadan istenildiği zaman kesilmektedir. Küpün sol kapağı X-ısını tüpüne, şekilde gösterilmeyen alt kapak difüzyon pompasına (turbo moleküler), ön kapak vakum pompasına (rotary), arka kapak spektrometreye bağlanmıştır. En üst kapak ise örnek girişi için kullanılmaktadır. Sağ kapak bos olup, X-ısını tüpünden gelen radyasyonu kabul edilebilir seviyeye indirmek için, 2cm kalınlığındaki bir pirinç blok ile kapatılmıştır. RL spektrumu alınmak istenen örnek, bir miktar gres ile örnek taşıyıcıya tutturulmaktadır. Örnekten gelen ışımayı maksimum seviyede toplayabilmek için, örnek taşıyıcı 45^{o} lik bir açı ile üst kapaktaki yuvadan geçirilerek, örnek odasına yerleştirilmektedir. [14]



Şekil 2.15 Örnek odasının genel görünümü

2.5.4 Işınlama Sistemi

Sistemde kullanılan X-ısını tüpü su soğutmalı tek fazlı Machlett OEG-50A lik bir tüptür. 0,1mm alüminyum filtreli 1 mm berilyum pencereli olup tungsten hedeften ibarettir. Şekilde gösterilen kontrol ünitesi sayesinde, maksimum 50kV luk gerilim ve 20mA lik akım sağlanabilmektedir. Bununla birlikte yapılan deneysel çalışmalarda uygulanan voltaj 30kV ve akım 15mA dir. Bu değerler hem olası elektriksel boşalımla tüpe zarar vermemek hem de güvenli çalışma doz seviyesini asmamak amacıyla seçilmiştir. Tüp su ile soğutulmaktadır ve herhangi bir şekilde suyun kesilmesinde veya suyun akış hızı 4 litre/dak altına düşmesinde sistem otomatik olarak kendini kapatmaktadır. Bu amaçla su akış hızı sisteme bağlı bulunan bir flowmeter ile kontrol edilmektedir.

Bunun yanı sıra, güvenlik amacıyla örneği istenmeyen ışımadan korumak için, X-ısını tüpünün önüne elle kumanda edilen ve örnek tutucuda sabitlenen bir kursun kapak yerleştirilmiştir. Böylece çalışanların kaza ile X-ısını tüpü açıkken odacığı açıp örnek değiştirmeleri engellenmiştir.[14]



Şekil 2.16 Işınlama amacıyla kullanılan X-ısını tüpü



Şekil 2.17 X-ısını kontrol ünitesi

2.5.5 Vakum Sistemi

Vakum sisteminin şematik diyagramı görülmektedir. Bu vakum sistemi bir ED50 “rotary backing” pompası ile hava soğutmalı bir EO2 difüzyon pompasının bir arada olduğu Edward rotary/difüzyon pompası içermektedir. Birleştirilmiş bu sistem bir körük yardımıyla örnek odasının alt tarafına monte edilmiştir. Tüm vakum bağlantıları ringler ile yapılmıştır ve sistem oda sıcaklığında $2x10^{-6}$ torr luk bir vakum oluşturmaktadır. Bağlantı borusunun seklinin pompalama zamanını uzatmasına rağmen, rotary pompasından oluşan ve örnek odasıyla olan vakum bağlantılarını zayıflatan titreşimleri azalmaktadır. Bu yüzden körük bağlanması daha iyi bir vakum oluşmasını sağlamaktadır.

2.5.6 Verilerin Toplanıp Düzenlendiği Bilgisayar Programı

CCD detektörün topladığı verileri almak için “SpectraMax32 Instrument Control/Data Acquisition” isimli bir bilgisayar programı kullanılmaktadır. Sistem ile ilgili tüm ayarlamalar bu program üzerinden yapılmaktadır. Deneye başlamadan önce, entegrasyon time (seçilen dalga boyu aralığında veri toplama zamanı), binning faktör (belli bir zaman için depolama), giriş ve çıkış yarıkları gibi parametreler belirlenir. Spektrofotometre de bulunan CCD detektörün maksimum verimli olduğu dalga boyu aralığında olmak şartı ile istenilen dalga boyu aralığı programa girilir. Seçilen aralığa göre katı açı ayarlanır. Tüm parametreler girilince program çalıştırılır ve spektrum toplanır. Dışarıdan gelen gürültünün minimuma indirilebilmesi için çalışma ortamı mümkün olduğu kadar karanlık hale getirilmelidir. Elde edilen spektrum dalga boyu ile lüminesans şiddeti arasındadır. Bu programdan kopyalanan veriler AXUM adlı grafik programına aktarılarak istenilen grafikler çizilmektedir. [14]

2.6 Diğer Lüminesans Türleri

Lüminesans yayımlanma ömrüne göre gruplandırılabildiği gibi, uyarma yöntemlerine göre de gruplandırılabilir: [15]

- Katodolüminesans: Bir elektron demeti kullanılan uyarma gerçekleşiyorsa,
- Radyolüminesans: Nükleer uyarılma α ve X ışını gibi radyasyonlar yardımıyla gerçekleşiyorsa,
- Termolüminesans: Uyarılma ısıtılarak gerçekleştiriliyorsa,
- Fotolüminesans: Görünür ve mor ötesi ışınların uyartmasıyla gerçekleşiyorsa,
- Tribolüminesans: mekanik enerji kullanılarak uyarılma gerçekleşiyorsa,
- Elektrolüminesans: Elektrik alan kullanılarak uyarılma gerçekleştiriliyorsa.

2.6.1 Fotolüminesans

Malzemenin ışık ile etkileşmesi ile oluşan fotolüminesans, gelen ışık demeti sayesinde oluşan elektron-boşluk çiftlerinin yeniden birleşmesi ile meydana gelir. Yüksek uyarma enerjisine sahip CL ile karşılaştırıldığında fotolüminesans daha küçük enerjilere ve lüminesans şiddetine sahiptir. CL sistemdeki elektron enerjisi 20keV e kadar çıkabilirken, bir UV lambasından elde edilen foton enerjileri 2–5 eV civarındadır.

Malzemedeki belli kusur bölgelerini uyarmak için kullanılan fotolüminesans, bu özelliğinden dolayı CL den elde edilen sinyallerin alt kümesi olan spektrumu oluşturur. [16,17]

2.6.2 Tribolüminesans

Tribo kelimesi Yunanca bir kelimedir ve sürtmek, ovalamak anlamındadır. Kırılarak, esnetilerek ya da koparılarak ayrılan yüzeylerde, ayrılan yüzeyler arasındaki ince hava tabakası içinde iki yüzey üzerinde zıt yüklerin üretilmesi nedeniyle bir elektrik boşalması oluşur. Malzemenin parçalanması yöntemi içinde, harcanan mekanik enerji uyarılma enerjisini sağlar ve karanlık içinde gözlenebilen bir kızarıklığa neden olabilir. Bu işlem ‘tribolüminesans’ olarak bilinir. Bazı yapışkan bantların, karanlık içinde atmosfer azotunun içindeki elektrik boşalması nedeniyle mavi yayması buna bir örnektir. [16,17]

2.6.3 Elektrolüminesans

Malzemeye elektrik alanın uygulanmasıyla elde edilen bir lüminesans yöntemidir. Hava moleküllerinin uyarılması, elektrik boşalması içinde enerjili elektronların oluşmasına neden olur. Bu sırada aydınlanma yoktur. Hava içinde sadece parıldamalar yani ‘elektrolüminesans’ meydana gelir. Elektrik alanın neden olduğu elektrolüminesans olayına dayanılarak, modern fluoresans tüplerin çalışma prensibi, elektrik boşalması nedeniyle fosforların içinde ışığın yayılması olayının geliştirilmesine dayanır. [16,17]

2.7 Optiksel Soğurma Sistemi

Bu çalışmada Celal Bayar Üniversitesi Lüminesans Araştırma Laboratuarında bulunan, Perkin Elmer Lambda 950 UV/VIS/NIR spektrofotometre sistemi kullanılmıştır. Bu sistem 175-3300nm dalgaboyu aralığında ölçüm yapmamıza olanak sağlayan bir sistemdir. Bu sistemde tungsten ve döteryum halojen lambalardan oluşan iki adet ışık kaynağı mevcuttur.



Şekil 2.18 Celal Bayar Üniversitesi Lüminesans Araştırma Laboratuarında bulunan Perkin Elmer Lambda 950 UV/VIS/NIR Spektrofotometre Sistemi

Bu ışık kaynaklarından çıkan ışık demeti aynalar aracılığıyla monokromatöre ulaşır ve bu yolla demetin dalgaboyu aralığı tespit edilir. Sistemde mevcut olan monokromatörler, UV/VIS için 240nm de 1440çizgi/nm ve NIR için 1100nm de 360çizgi/nm kırınım ağına sahiptir. Monokromatörden çıkan ışın demeti aynalar vasıtasıyla depolarizöre aktarılır ve buradan çıkan ışın demeti kesiciye yani choppera ulaşır. Demet kesici 47Hz lik bir frekansla dönen ayrıca yansıtıcı ve geçirici kısımlardan oluşan bir disktir. Bu yolla ışık demeti spektrofotometre içinde örnek ve referans odalarından yansıtılır veya geçirilir.

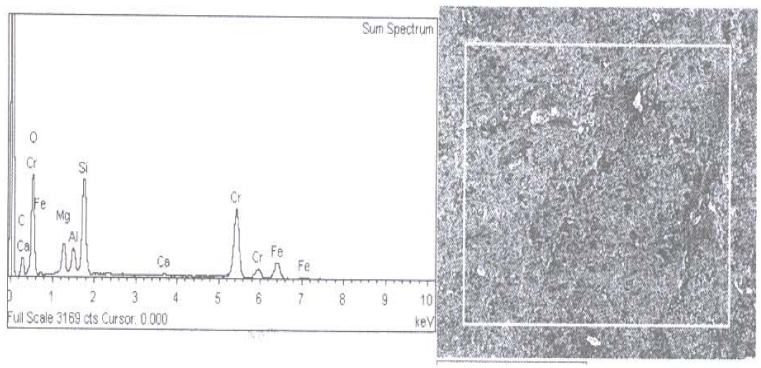
Numunelerin ölçümlerinde daha doğru ve daha hassas sonuçlar elde edilmesi için sistemde soğurma özelliğine sahip ek bir parça bulunmaktadır. Ölçüm aralığındaki her dalgaboyu için, ışık demeti referans ve örnek odalarında geçerek dedektöre ulaşır. UV/VIS aralığı için R6872 fotoçoğaltıcı tüpü ve NIR için Peltier soğutuculu PbS dedektörü kullanılmaktadır. 185nm altında ölçüm alabilmek için N_2 gazının soğutması gerekmektedir. Detektöre her dalgaboyu için referans ve örnek odalarından geçen ışığın ölçümleri elde edilir. Çalışma sırasında kullanılan numunelerin üzerine, tüm ölçüm boyunca ışık dik bir şekilde düşürülmektedir. Ölçüm alınacak olan dalgaboyu aralığı, sistemin çözünürlüğü ve hangi tür ölçüm yapılacağı (soğurma, yansıtma, geçirgenlik) bir bilgisayar programı sayesinde (Perkin Elmer UV Winlab) belirlenir. Elde edilen sonuçlar AXUM adlı grafik programı aracılığıyla grafik haline dönüştürülür.

BÖLÜM 3. DENEY AŞAMASI

3.1 GİRİŞ

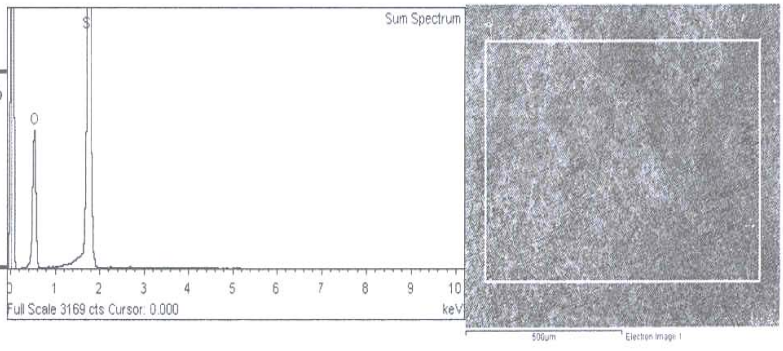
Bu çalışmada incelenen malzemeler Kemmererite ve Agate mineralleri Türkiye'den temin edilmiştir. Bu minerallerin kimyasal analizleri Tübitak Marmara Araştırma Merkezi Malzeme Enstitüsü tarafından SEM/EDS kullanılarak yapılmıştır. Bu minerallerden elde edilen analiz sonuçları aşağıdaki gibidir.

Element	Weight%	Atomic%
C	15.88	28.09
O	33.13	44.01
Mg	4.39	3.83
Al	2.84	2.24
Si	11.88	8.99
Ca	0.28	0.15
Cr	23.69	9.68
Fe	7.91	3.01
Totals	100.00	



Şekil 3.1 Kemmererite kodlu mineralden alınan kimyasal analiz

Element	Weight%	Atomic%
O	55.18	68.37
Si	44.82	31.63
Totals	100.00	



Şekil 3.2 Agate kodlu mineralden alınan kimyasal analiz

Bu minerallerin lüminesans özelliklerini incelemek amacıyla Celal Bayar Üniversitesi Lüminesans Araştırma Laboratuarında bulunan RA94 TLD Reader Analyser sistemi kullanılmış ve Termolüminesans (TL) spektrumları alınmıştır. Tüm spektrumlar ısıtma hızlar sabit tutularak sırayla (2, 5, 7, 10^{o}C/s) her ısıtma hızı için farklı sürelerde 1, 3, 5, 7, 10 'ar dakikalık X-ışınına maruz bırakılma süresi sonucunda 50 – 400^{o}C sıcaklık aralığında alınmıştır. Verilen doz 1 dakikada 30 grey dir.

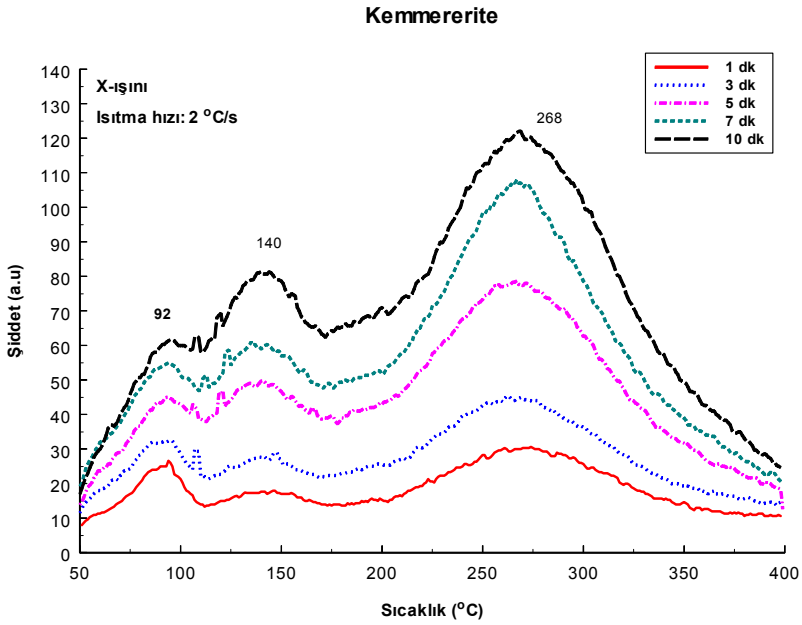
Sistemde kullanılan X-ısını tüpü su soğutmalı tek fazlı Machlett OEG-50A lik bir tüptür. 0,1mm alüminyum filtreli 1mm berilyum pencereli olup tungsten hedeften ibarettir. Kontrol ünitesi sayesinde, maksimum 50kV luk gerilim ve 20mA lik akım sağlanabilmektedir. Bununla birlikte yapılan deneysel çalışmalarda uygulanan voltaj 30kV ve akım 15mA dir. Bu değerler hem olası elektriksel boşalımla tüpe zarar vermemek hem de güvenli çalışma doz seviyesini aşmamak amacıyla seçilmiştir. Tüp su ile soğutulmaktadır ve herhangi bir şekilde suyun kesilmesinde veya suyun akış hızı 4litre/dak altına düşmesinde sistem otomatik olarak kendini kapatmaktadır. Bu amaçla su akış hızı sisteme bağlı bulunan bir flowmeter ile kontrol edilmektedir.

Bununla beraber Agate ve Kemmererite minerallerinin 300 - 700nm aralığında görünür bölgede optiksel absorbsiyonlarını incelemek amacıyla Celal Bayar Üniversitesi Lüminesans Araştırma Laboratuarında bulunan Perkin Emler Lambda 950 UV/VIS/NIR spektrofotometre sistemi kullanılmıştır.

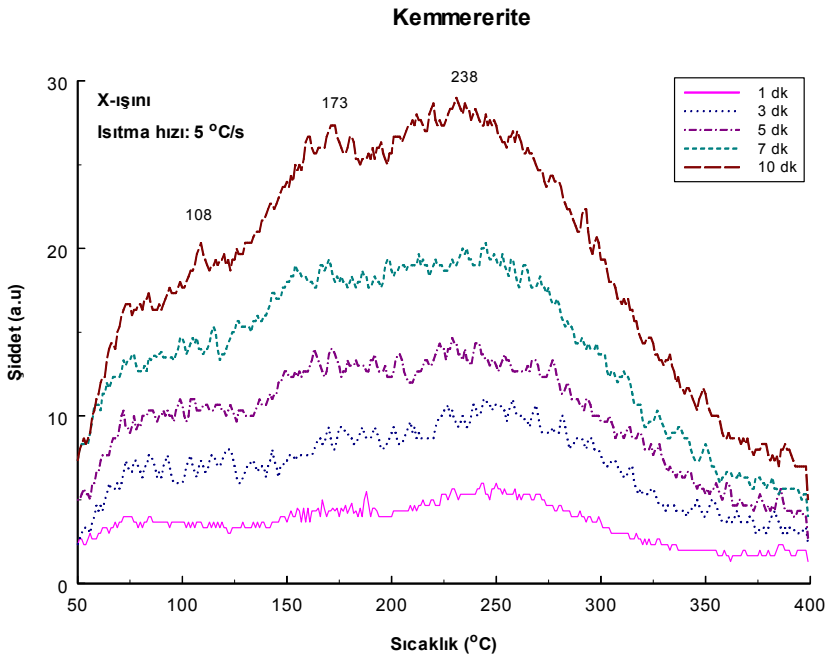
Bahsedilen tüm ölçümler ve elde edilen bütün veriler AXUM grafik programı kullanılarak spektrum şekline getirilmiştir ve grafikleri çizilmiştir.

BÖLÜM 4. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

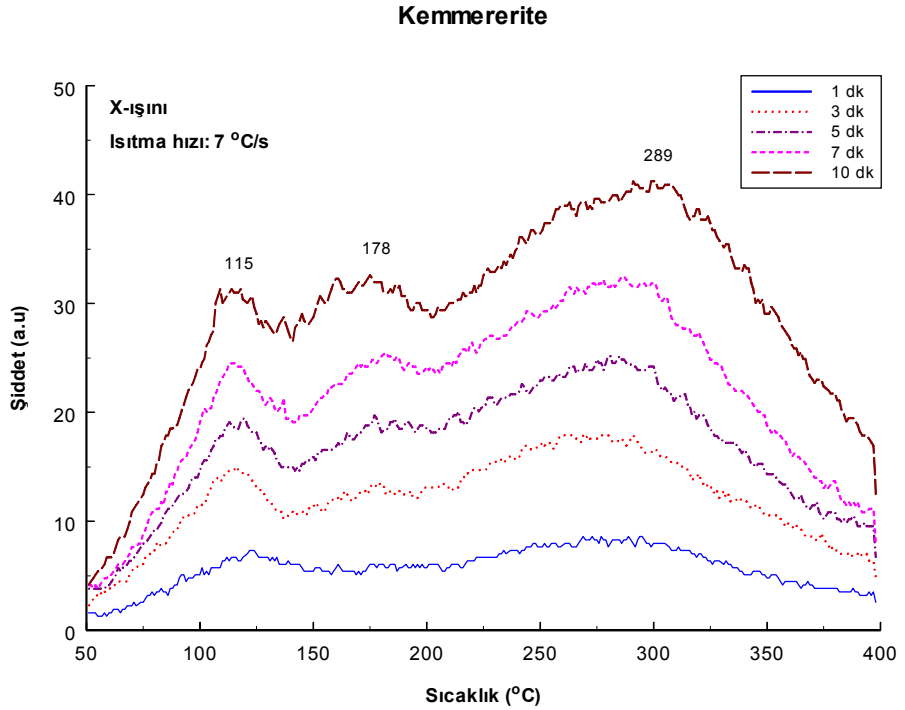
4.1 Kemmererite Mineralinden Elde Edilen Grafik Sonuçları



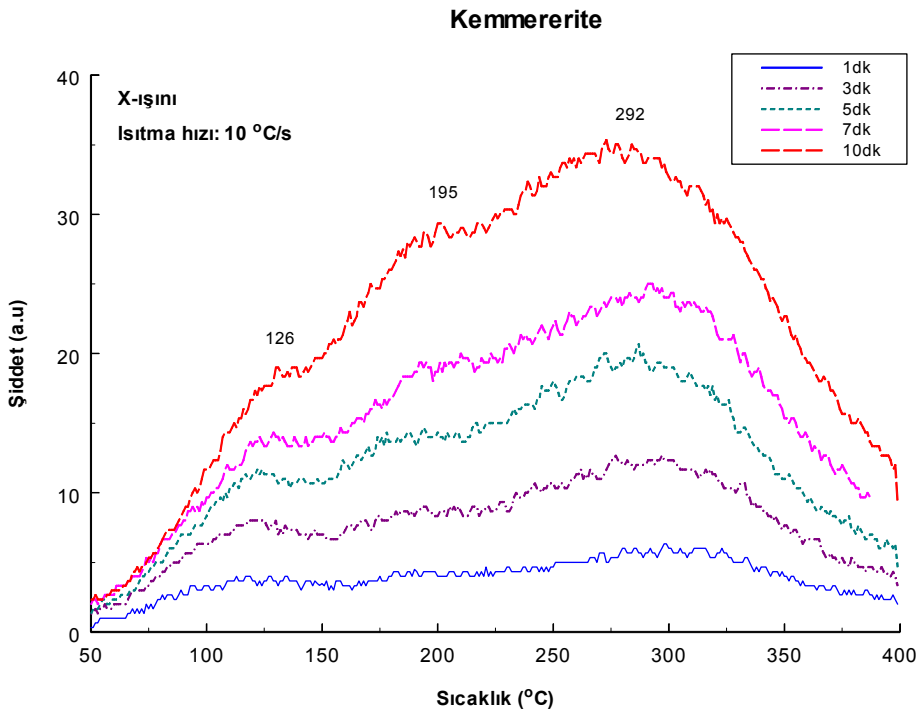
Şekil 4.1 Isıtma hızı 2 °C/s için farklı dozlarda X-ışınına maruz bırakılmış kemmereritenin TL spektrumu



Şekil 4.2 Isıtma hızı 5 °C/s için farklı dozlarda X-ışınına maruz bırakılmış kemmereritenin TL spektrumu



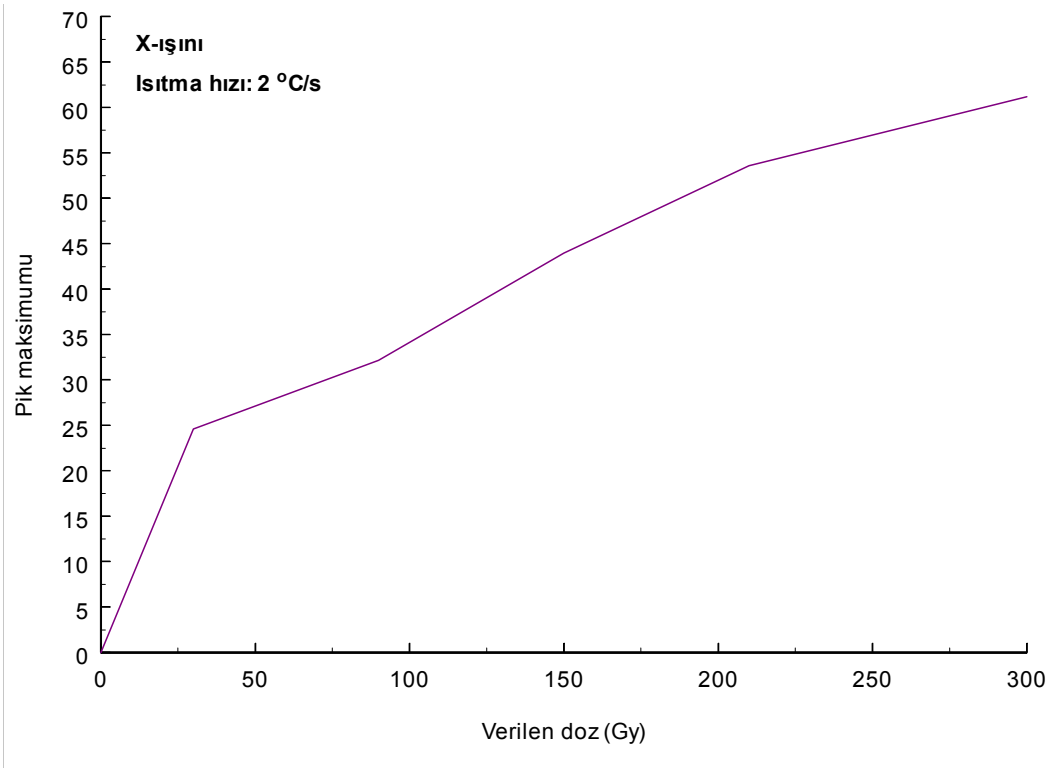
Şekil 4.3 Isıtma hızı 7 °C/s için farklı dozlarda X-ışınına maruz bırakılmış Kemmereritenin TL spektrumu



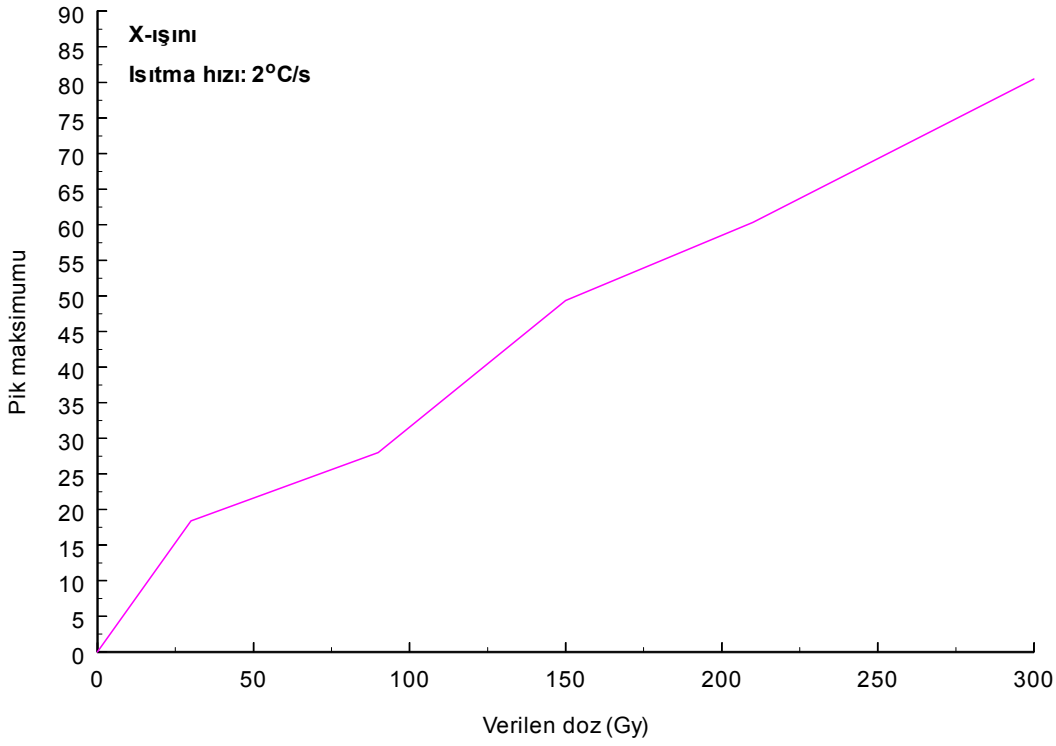
Şekil 4.4 Isıtma hızı 10 °C/s için farklı dozlarda X-ışınına maruz bırakılmış Kemmereritenin TL spektrumu

Kemmererite farklı dozlarda X-ışınına maruz bırakıldığında oluşan TL spektrumları incelendiğinde farklı sıcaklık aralığında üç ayrı pikin oluştuğu görülmektedir. Kemmereritenin yapılan kimyasal analiz sonucunda yapısında %28.09 karbon, %0.15 kalsiyum ve % 3.01 demir elementi bulunduğunu bilinmektedir. Fakat oluşan 3 farklı pikin bu minerallere ait olduğunu söylemek mümkün değildir. Çünkü TL den elde edilen spektrum tek bir element için karakteristik değildir. Oluşan pikler farklı birçok katkının toplamı olabilir.

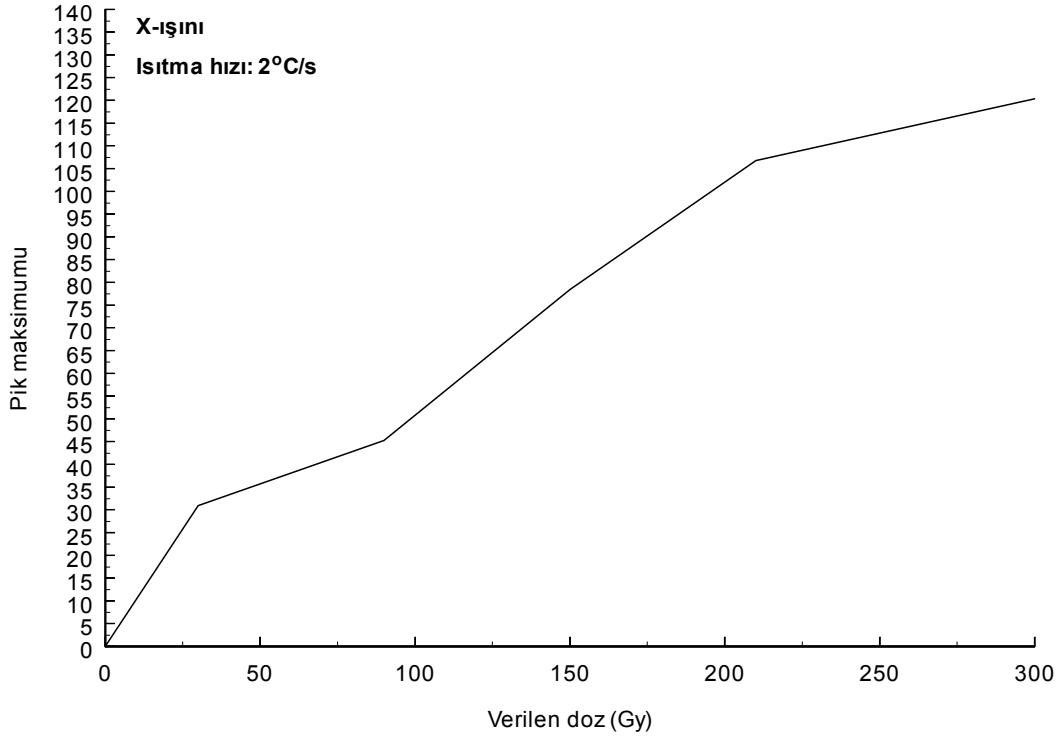
Örneğin termal iletkenliğinin bir sonucu olarak ısıtıcı plaka üzerindeyken, plakaya temas eden bölgesi termocouple ile aynı sıcaklıktayken örneğin üst kısmı ve içi henüz aynı sıcaklığa ulaşmamıştır, bu duruma termal gradiyent adı verilir ve farklı ısıtma hızlarında pik maksimumlarını yüksek sıcaklıklara doğru kaymasına neden olur. Elde ettiğimiz TL spektrumlarında bu sonuç gözlenebilmektedir. Artan ısıtma hızına göre maksimumları şekil 4.1, 4.2, 4.3, 4.4 de görüldüğü gibi pik maksimumları daha yüksek sıcaklıklara kaymaktadır.



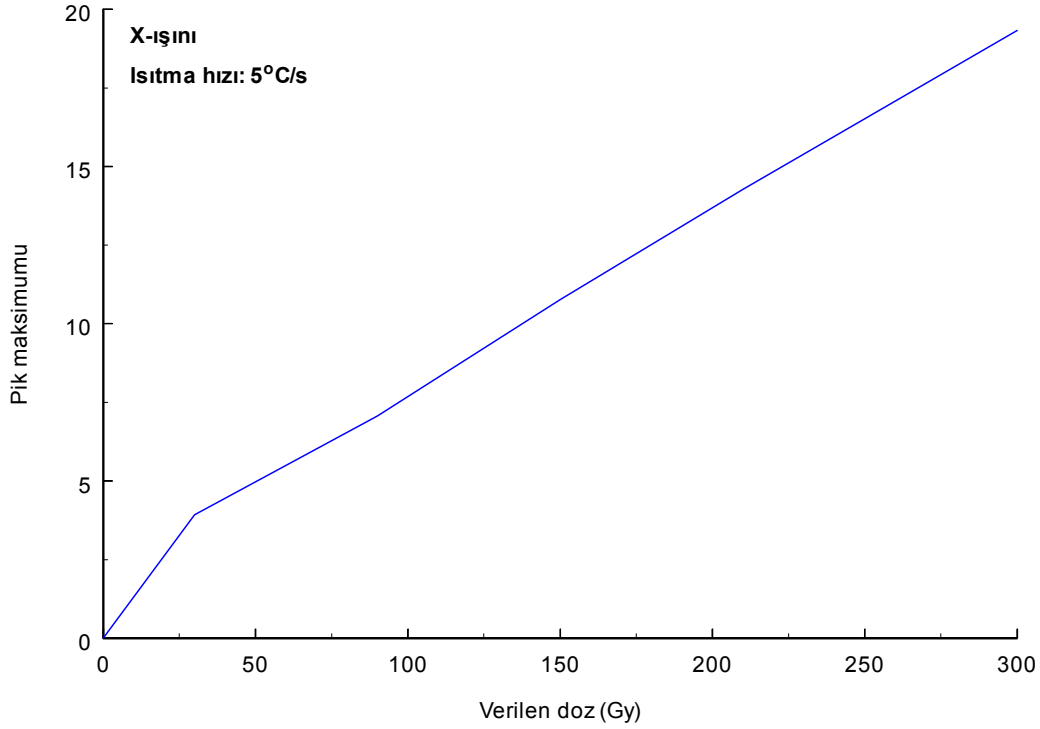
Şekil 4.5 92°C deki pik için maksimumunun değişimi



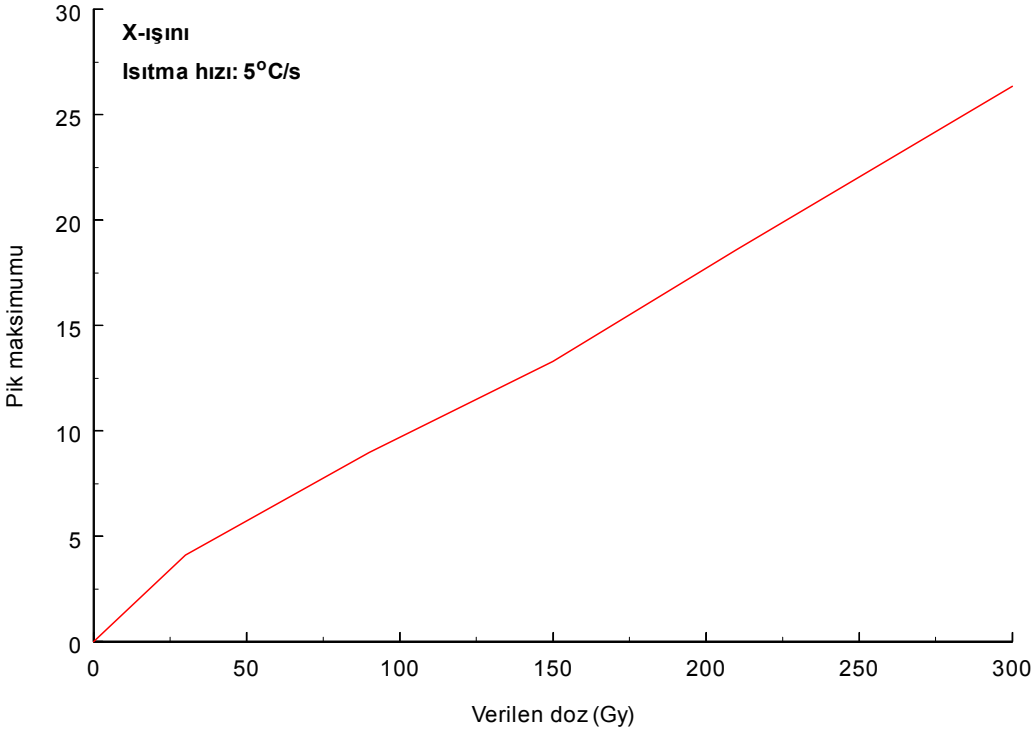
Şekil 4.6 140°C deki pik için maksimumunun değişimi



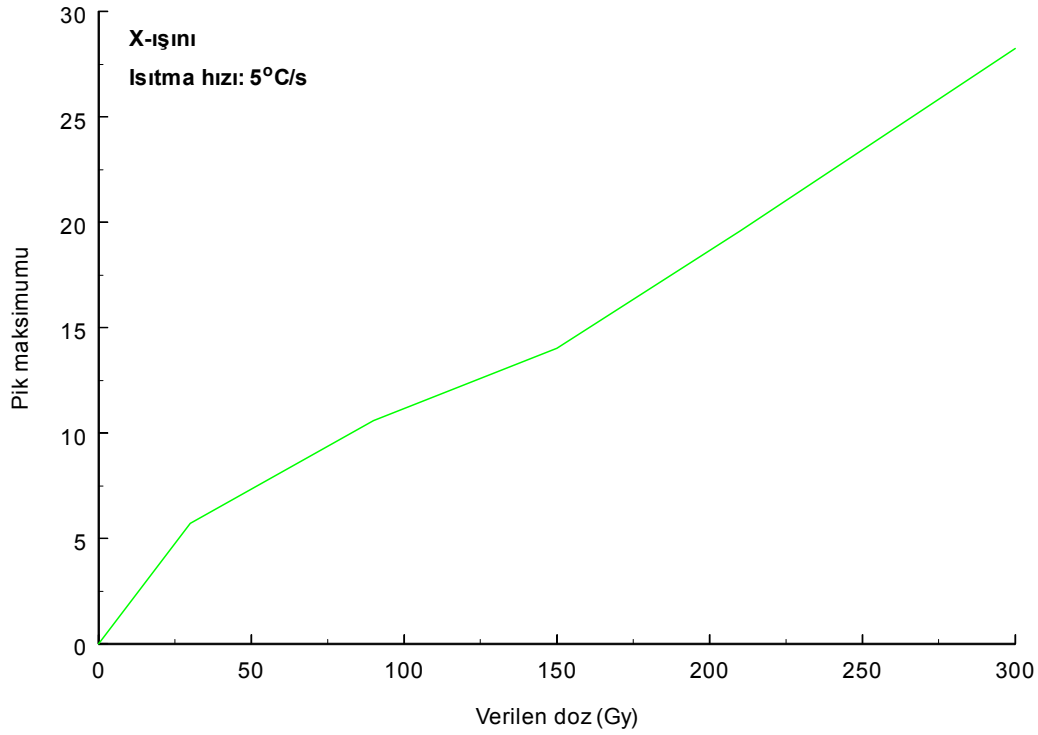
Şekil 4.7 268°C deki pik için maksimumunun değişimi



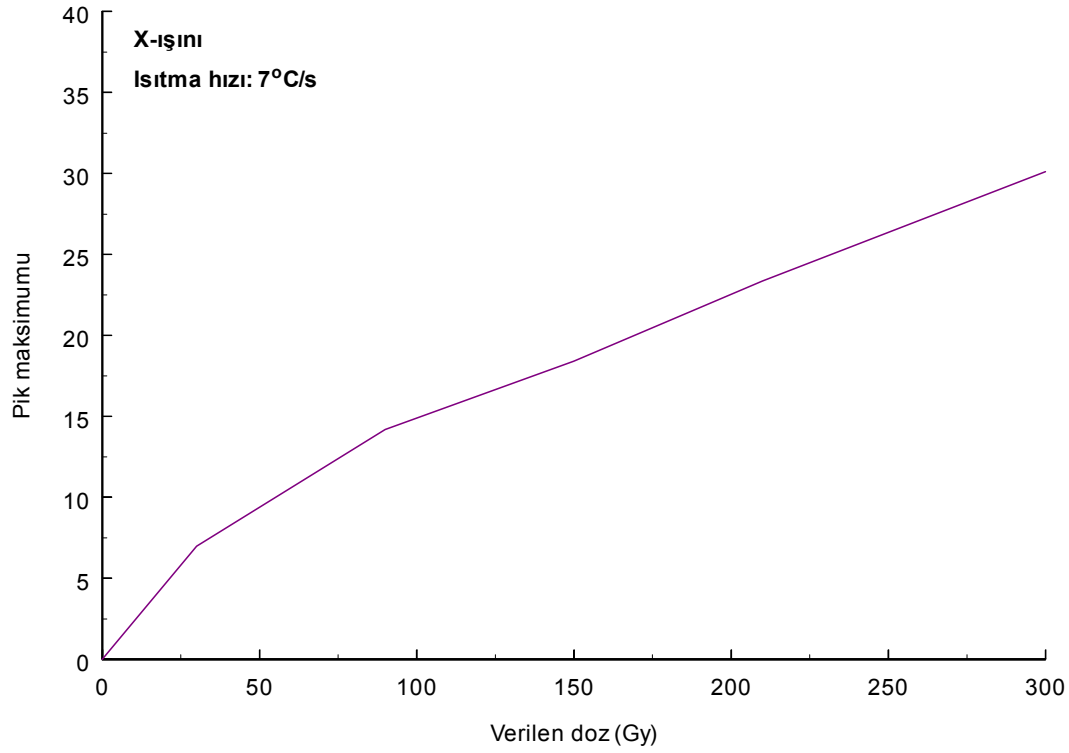
Şekil 4.8 108°C deki pik için maksimumunun değişimi



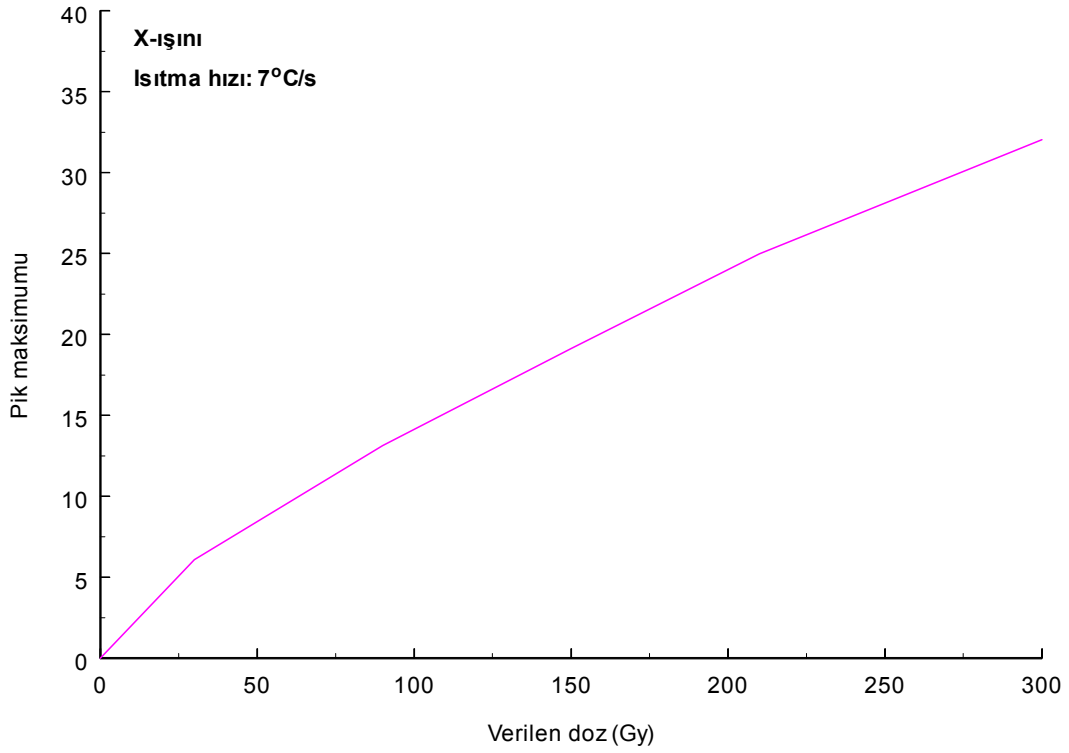
Şekil 4.9 173°C deki pik için maksimumunun değişimi



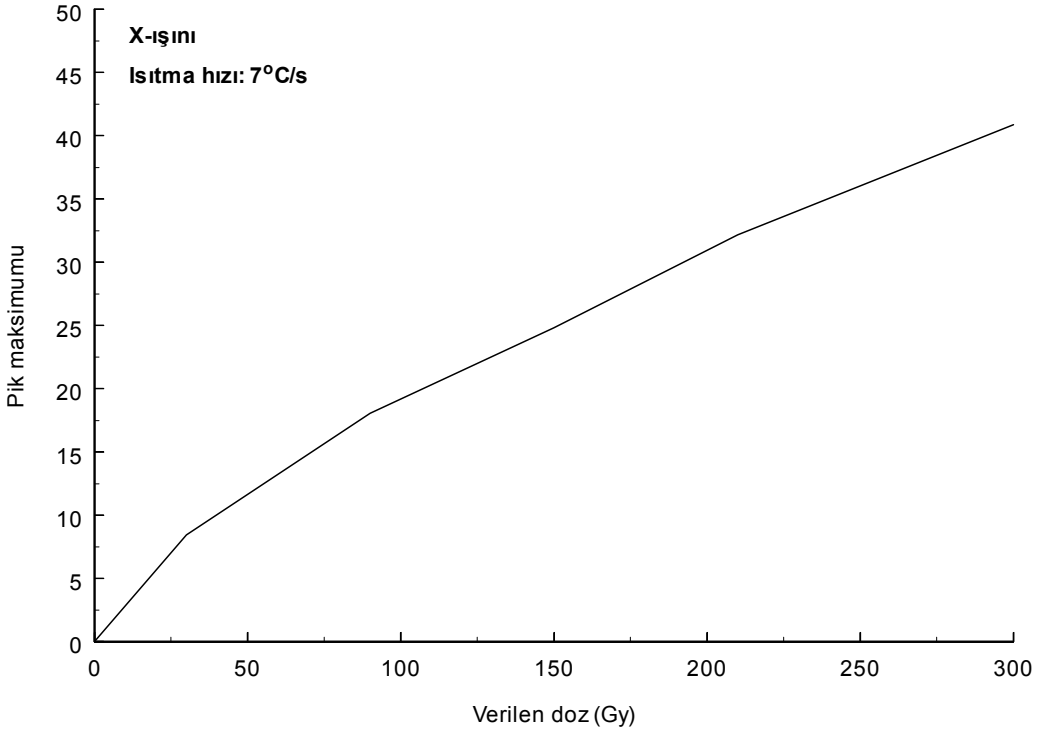
Şekil 4.10 238°C deki pik için maksimumunun değişimi



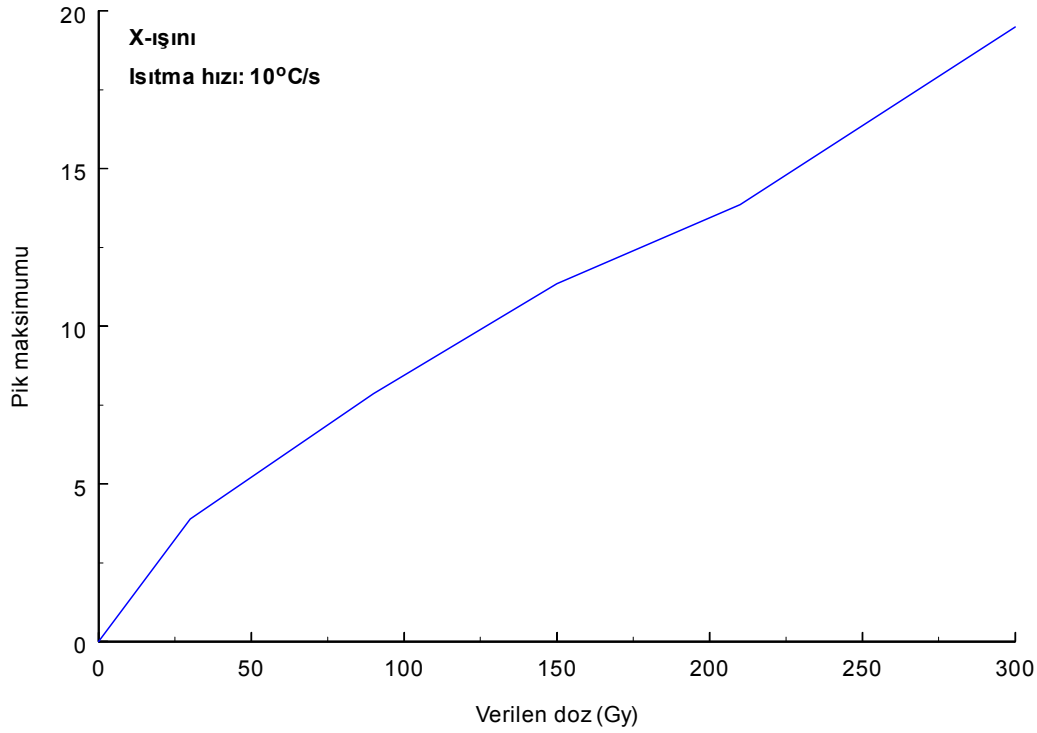
Şekil 4.11 115°C deki pik için maksimumunun değişimi



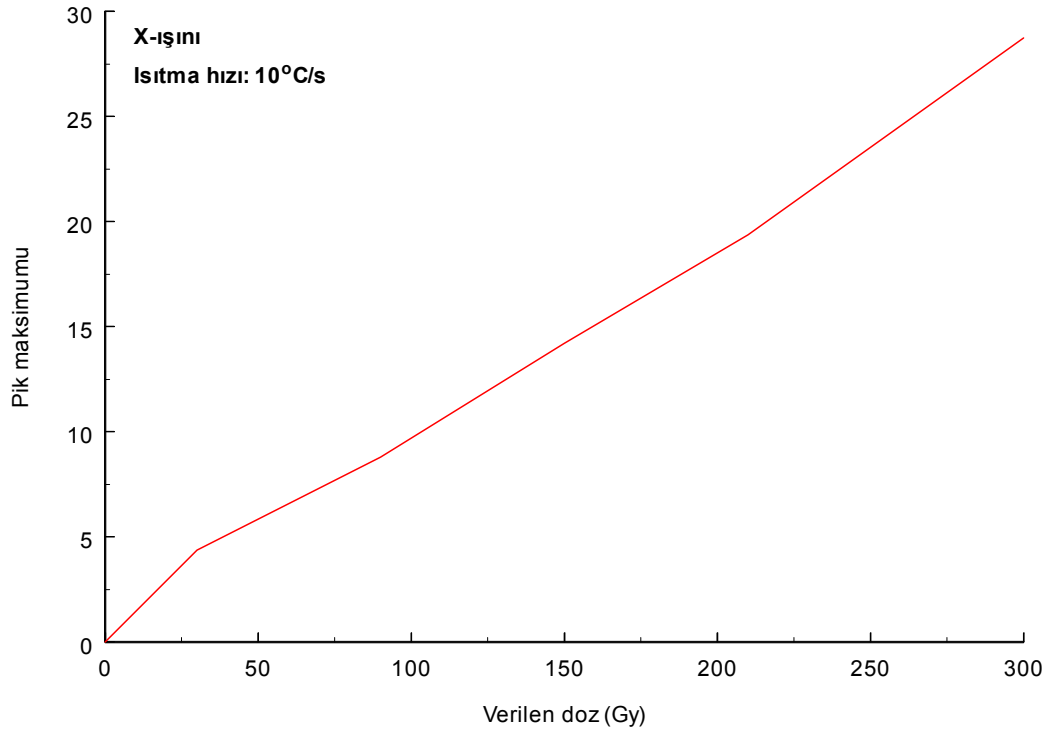
Şekil 4.12 178°C deki pik için maksimumunun değişimi



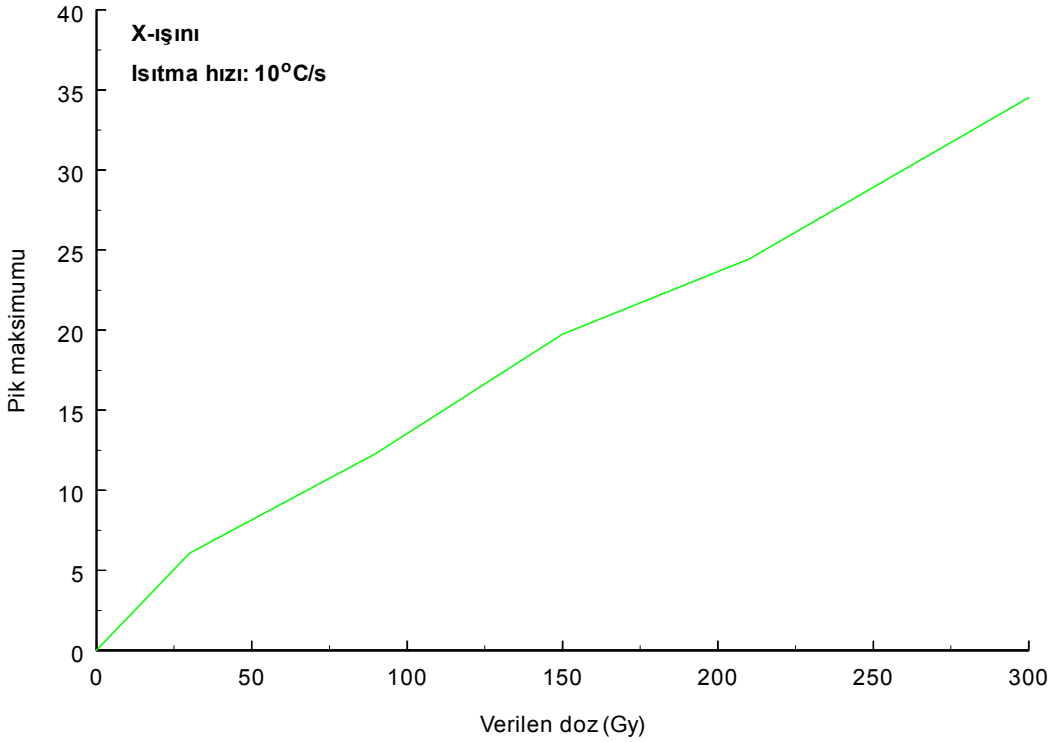
Şekil 4.13 289°C deki pik için maksimumunun değişimi



Şekil 4.14 126°C deki pik için maksimumunun değişimi



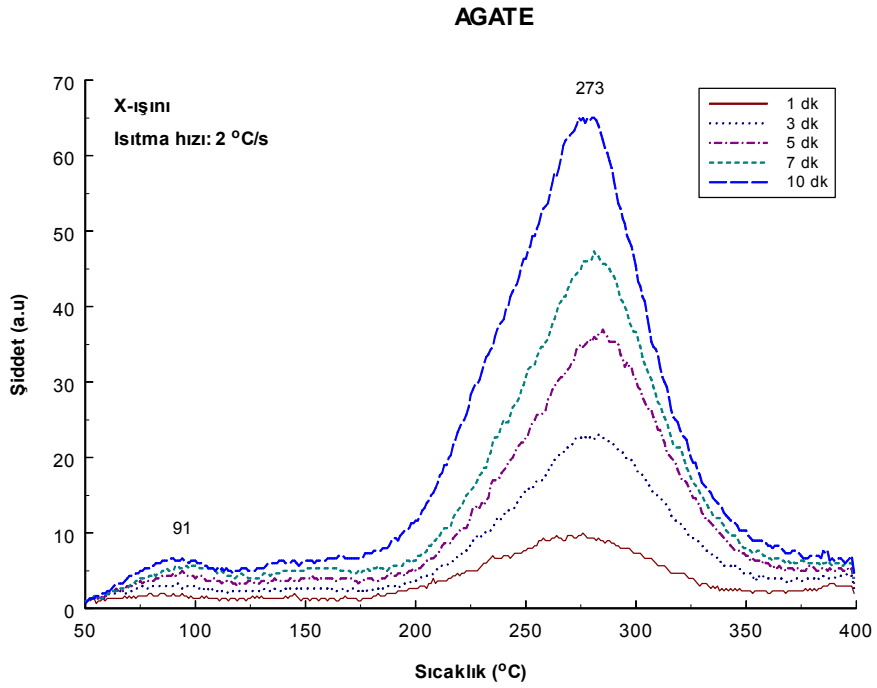
Şekil 4.15 195°C deki pik için maksimumunun değişimi



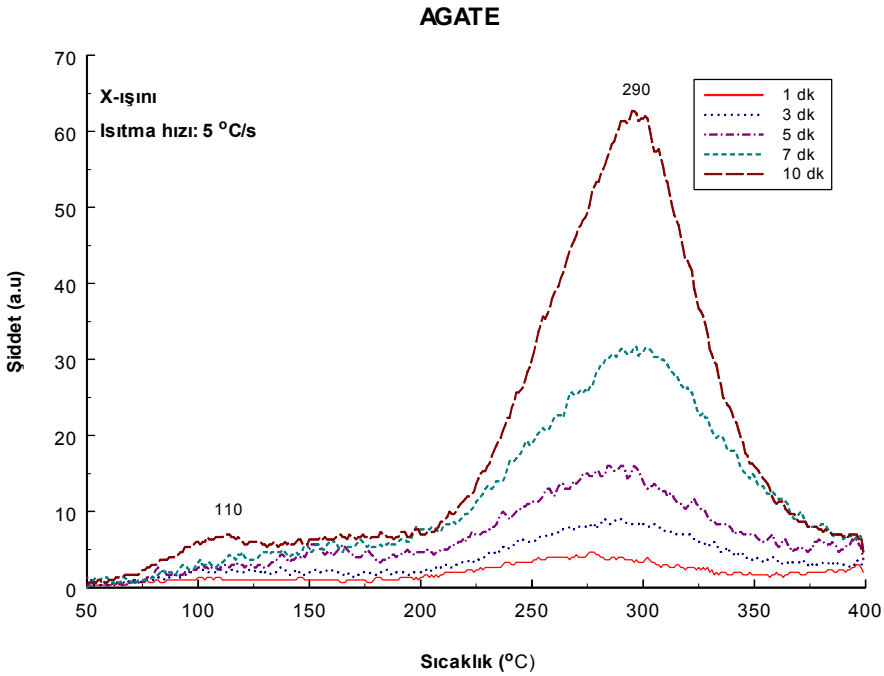
Şekil 4.16 292°C deki pik için maksimumunun değişimi

Kemmererite minerali için verilen doz - pik maksimumu grafiklerine bakıldığında çoğunlukla lineer üstü bir değişim gözlenmektedir. Grafiklerden sadece 268^{o}C deki pik için doyuma yakın olduğu söylenebilir. İstenilen grafiklerin lineer olmasıdır, çünkü uzun süreli lineer bir pike sahip numune dozimetre olarak kullanılabilir.

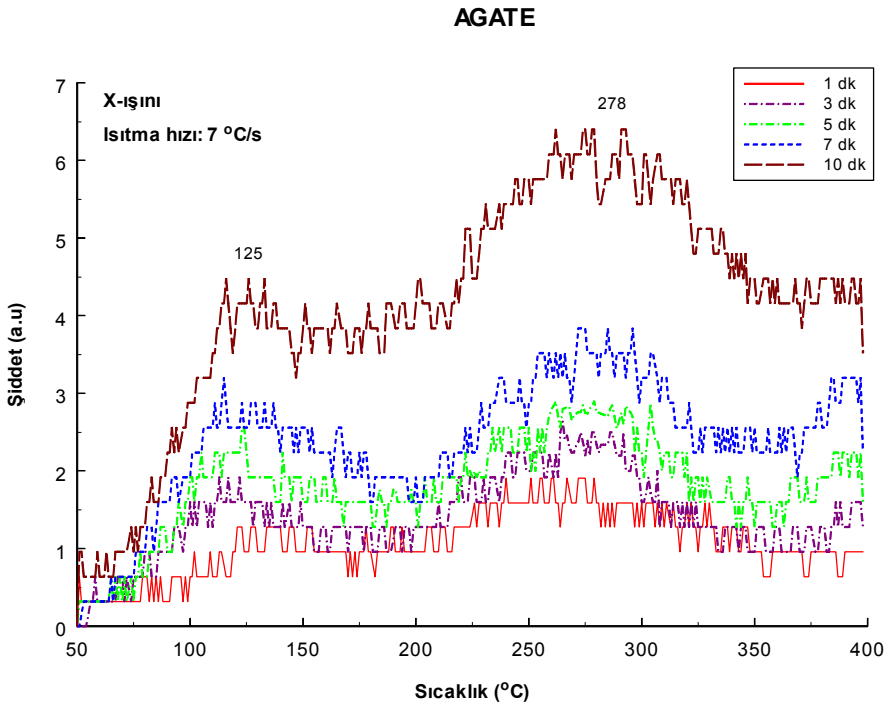
4.2 Agate Mineralinden Elde Edilen Grafik Sonuçları



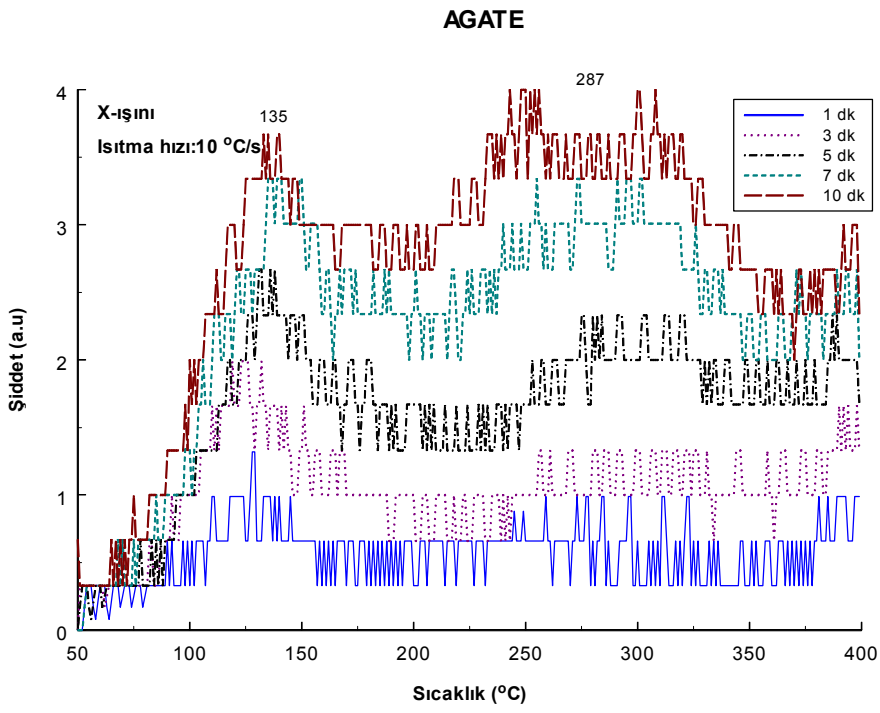
Şekil 4.17 Isıtma hızı 2 °C/s için farklı dozlarda X-ışınına maruz bırakılmış Agatenin TL spektrumu



Şekil 4.18 Isıtma hızı 5 °C/s için farklı dozlarda X-ışınına maruz bırakılmış Agatenin TL spektrumu



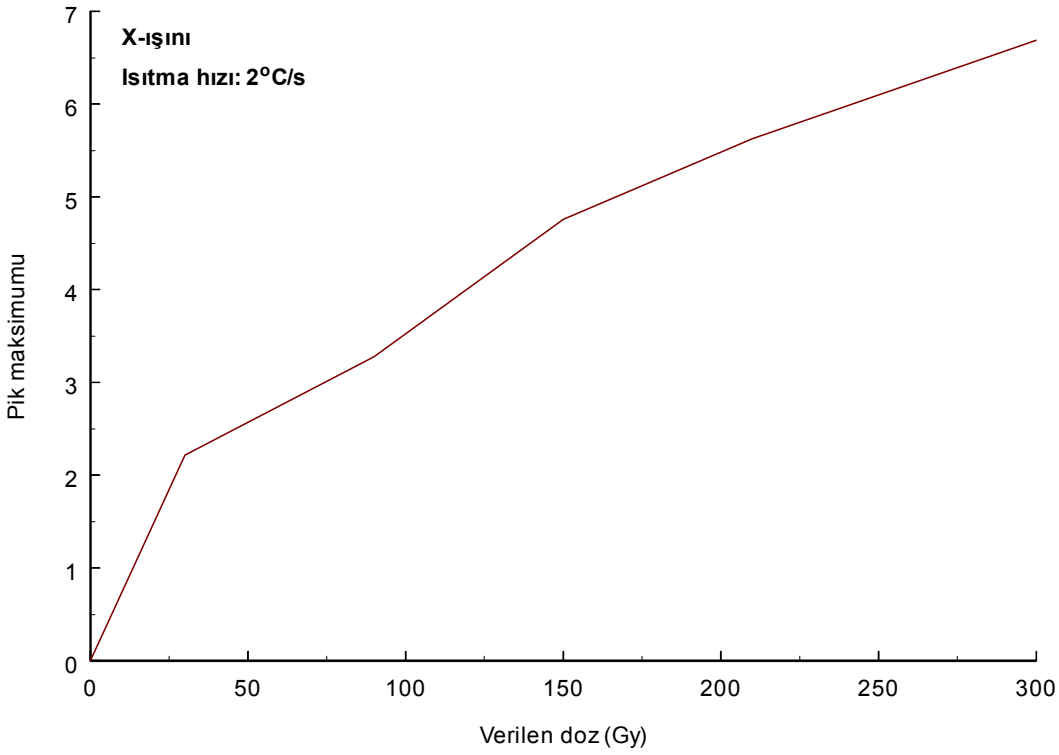
Şekil 4.19 Isıtma hızı 7 °C/s için farklı dozlarda X-ışınına maruz bırakılmış Agatenin TL spektrumu



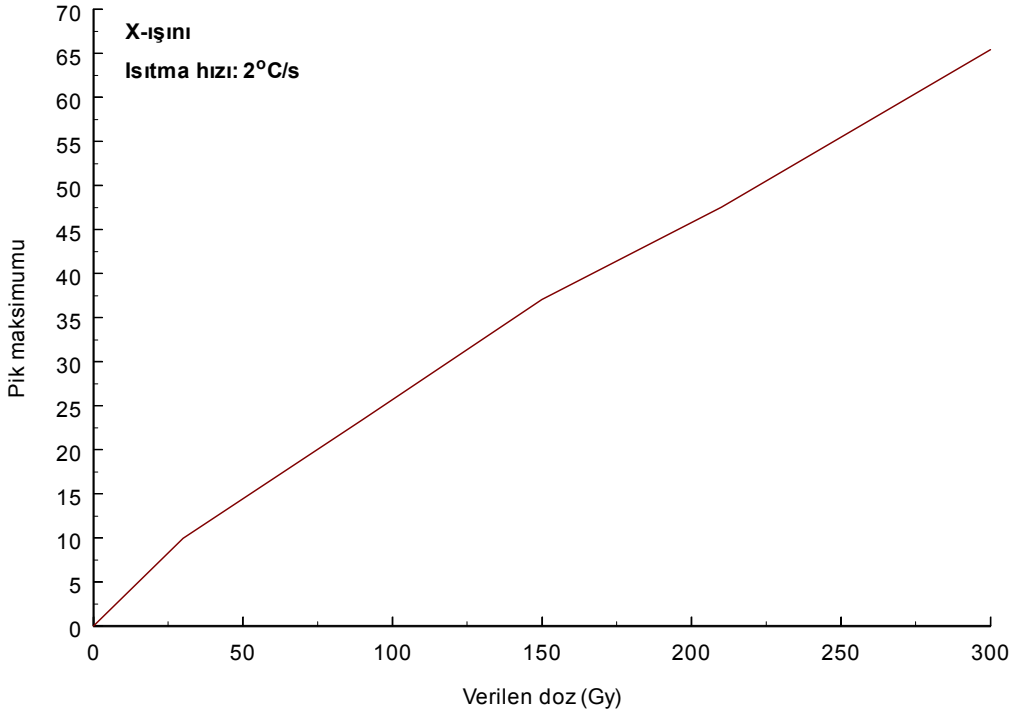
Şekil 4.20 Isıtma hızı 10 °C/s için farklı dozlarda X-ışınına maruz bırakılmış Agatenin TL spektrumu

Agate farklı dozlarda X-ışınına maruz bırakıldığında oluşan TL spektrumları incelediğinde farklı sıcaklık aralığında iki ayrı pikin oluştuğu görülmektedir. Agateye yapılan kimyasal analiz sonucunda yapısında hiçbir safsızlık olmadığı bilinmektedir. Dolayısıyla oluşan 2 farklı pikin farklı birçok katkının toplamı olduğu söylenebilir.

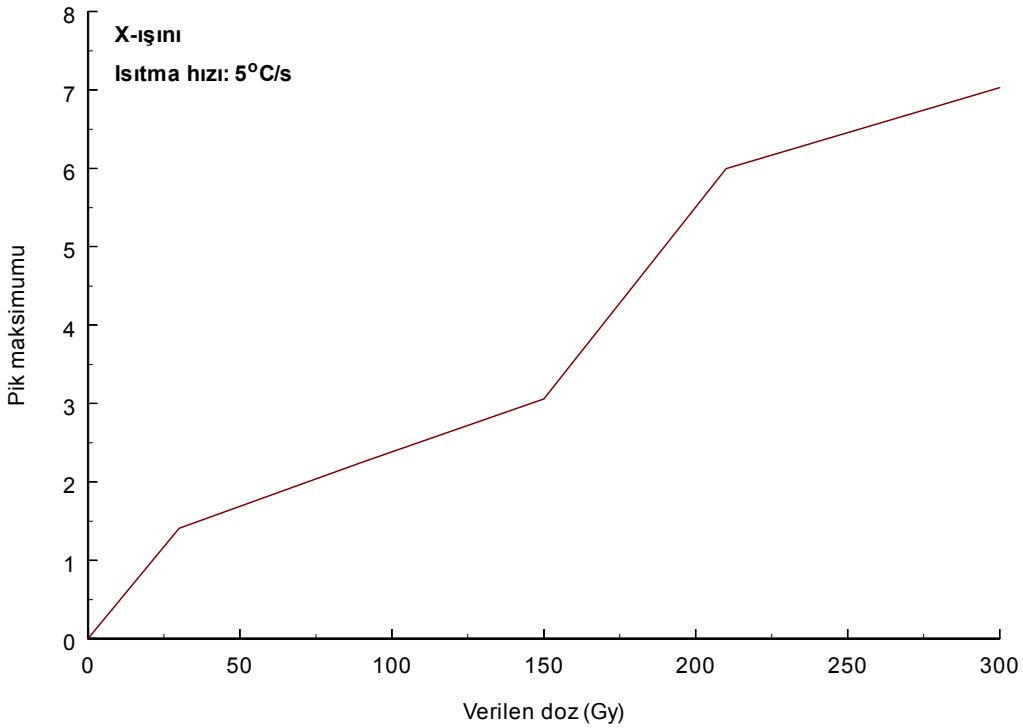
Örneğin termal iletkenliğinin bir sonucu olarak ısıtıcı plaka üzerindeyken, plakaya temas eden bölgesi termocouple ile aynı sıcaklıktayken örneğin üst kısmı ve içi henüz aynı sıcaklığa ulaşmamıştır, bu duruma termal gradiyent adı verilir ve farklı ısıtma hızlarında pik maksimumlarını yüksek sıcaklıklara doğru kaymasına neden olur. Elde ettiğimiz TL spektrumlarında bu sonuç gözlenebilmektedir. Artan ısıtma hızına göre maksimumları şekil 4.17, 4.18, 4.19, 4.20 de görüldüğü gibi pik maksimumları daha yüksek sıcaklıklara kaymaktadır.



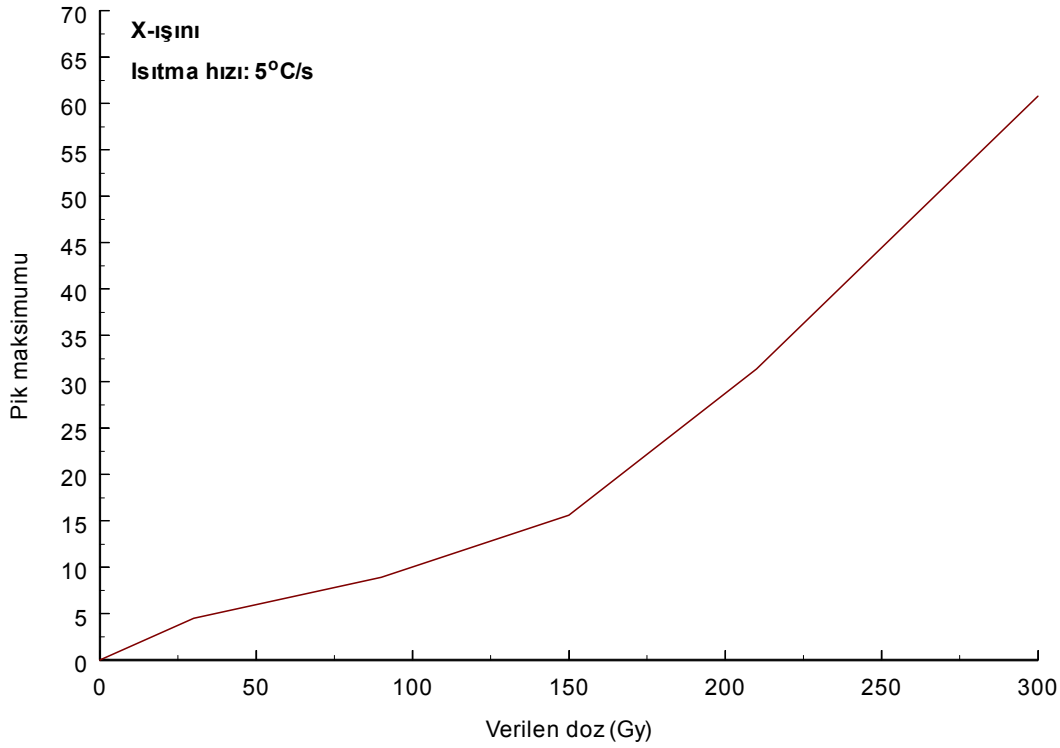
Şekil 4.21 91°C deki pik için maksimumunun değişimi



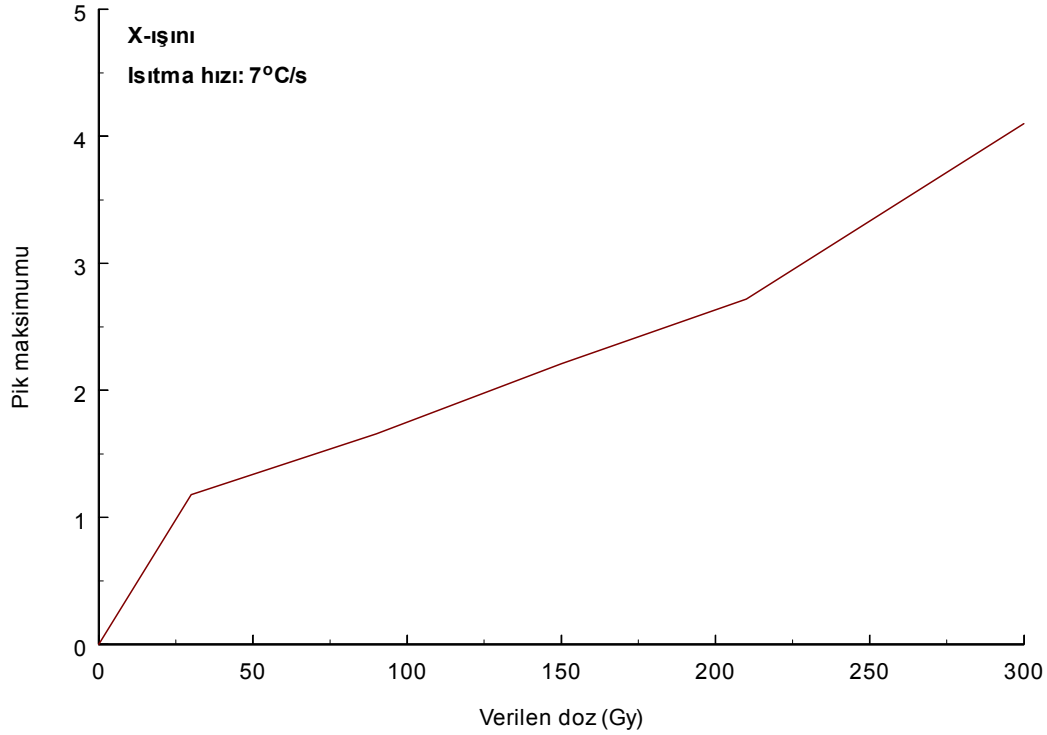
Şekil 4.22 273°C deki pik için maksimumunun değişimi



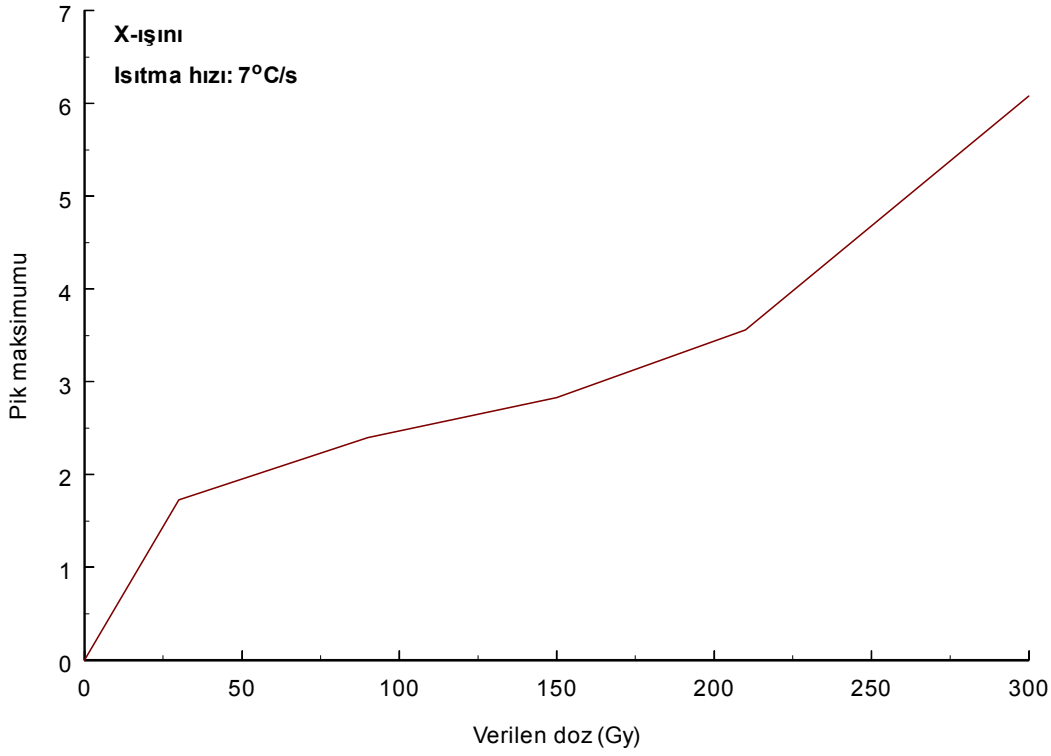
Şekil 4.23 110°C deki pik için maksimumunun değişimi



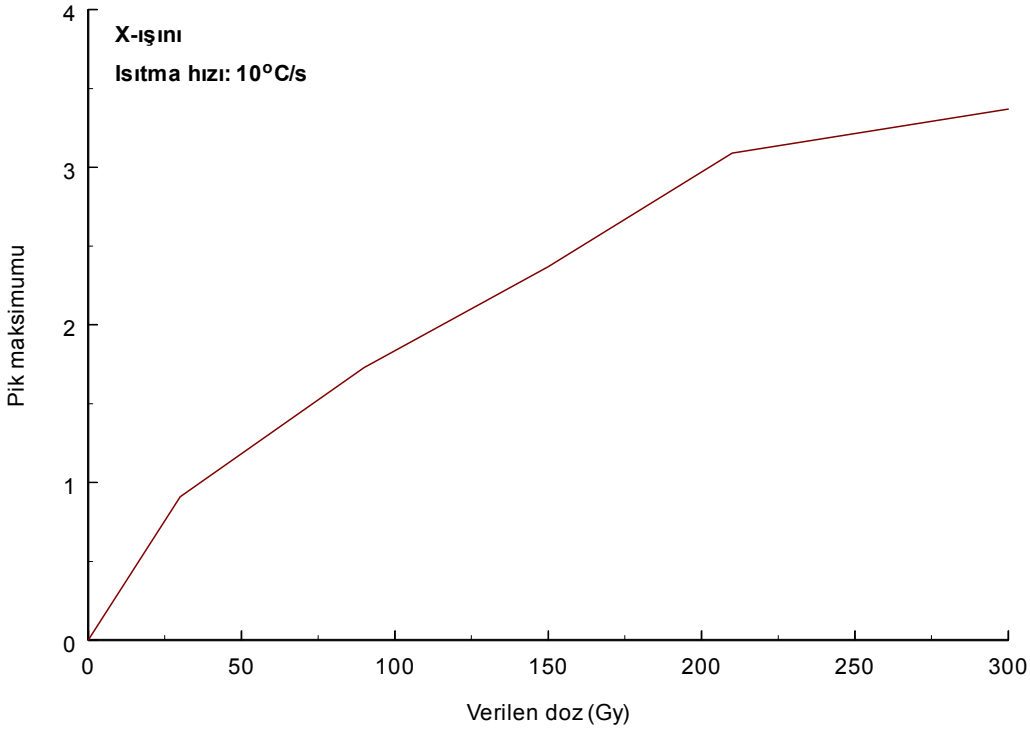
Şekil 4.24 295°C deki pik için maksimumunun değişimi



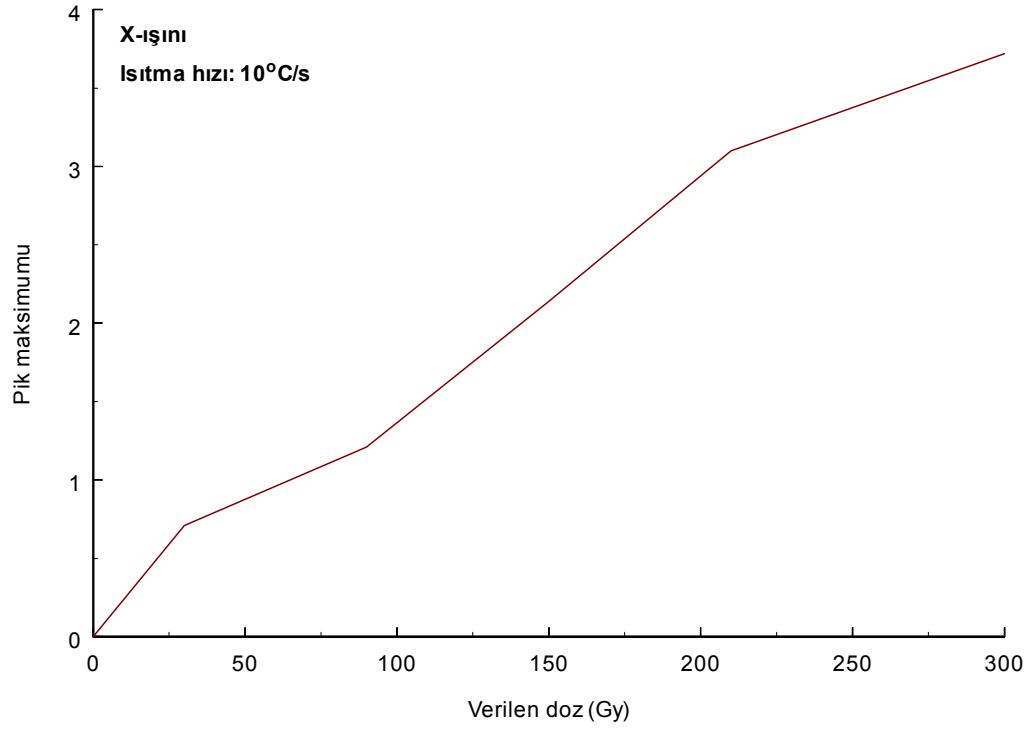
Şekil 4.25 125°C deki pik için maksimumunun değişimi



Şekil 4.26 278°C deki pik için maksimumunun değişimi



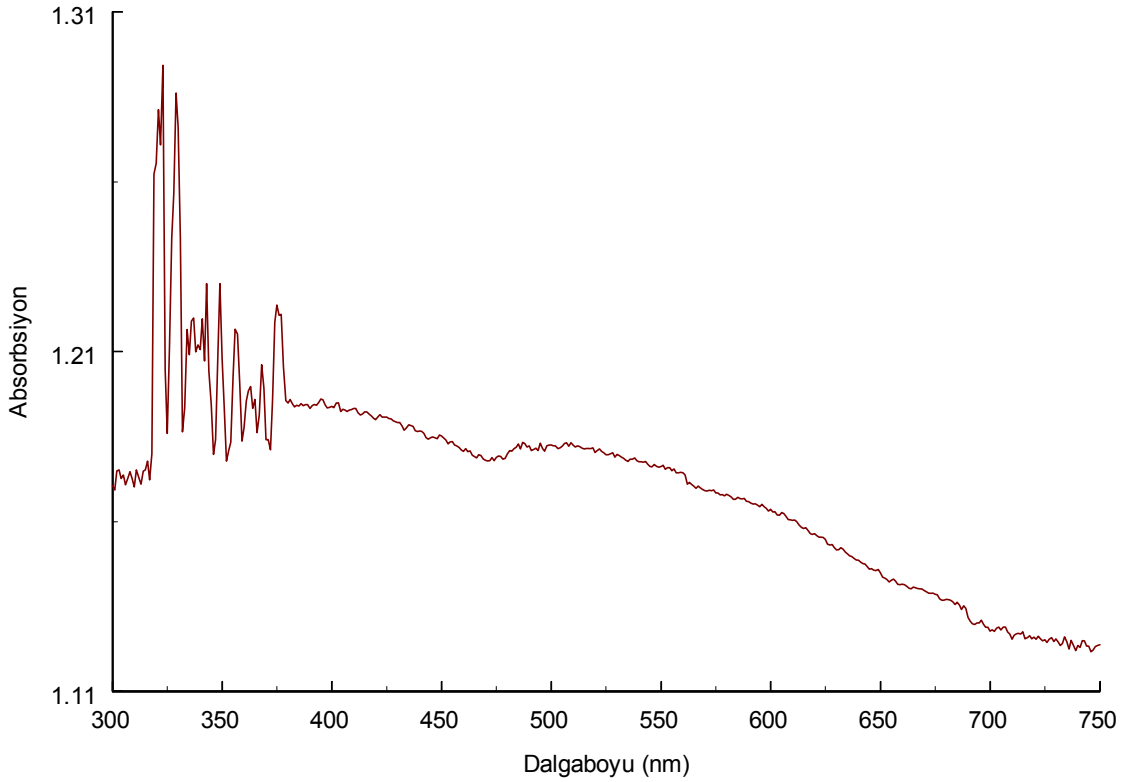
Şekil 4.27 135°C deki pik için maksimumunun değişimi



Şekil 4.28 287°C deki pik için maksimumunun değişimi

Agate minerali için verilen doz- pik maksimumu grafiklerine bakıldığında verilen dozun çoğunlukla doyuma yakın olduğu söylenilebilir. Grafiklerden sadece 295^{o}C deki pik için lineer bir değişim yapıyor denilebilir. İstenilen grafiklerin lineer olmasıdır, çünkü uzun süreli lineer bir pike sahip numune dozimetre olarak kullanılabilir.

4.3 Kemmererite Mineralinden Elde Edilen Optiksel Soğurma Grafiği

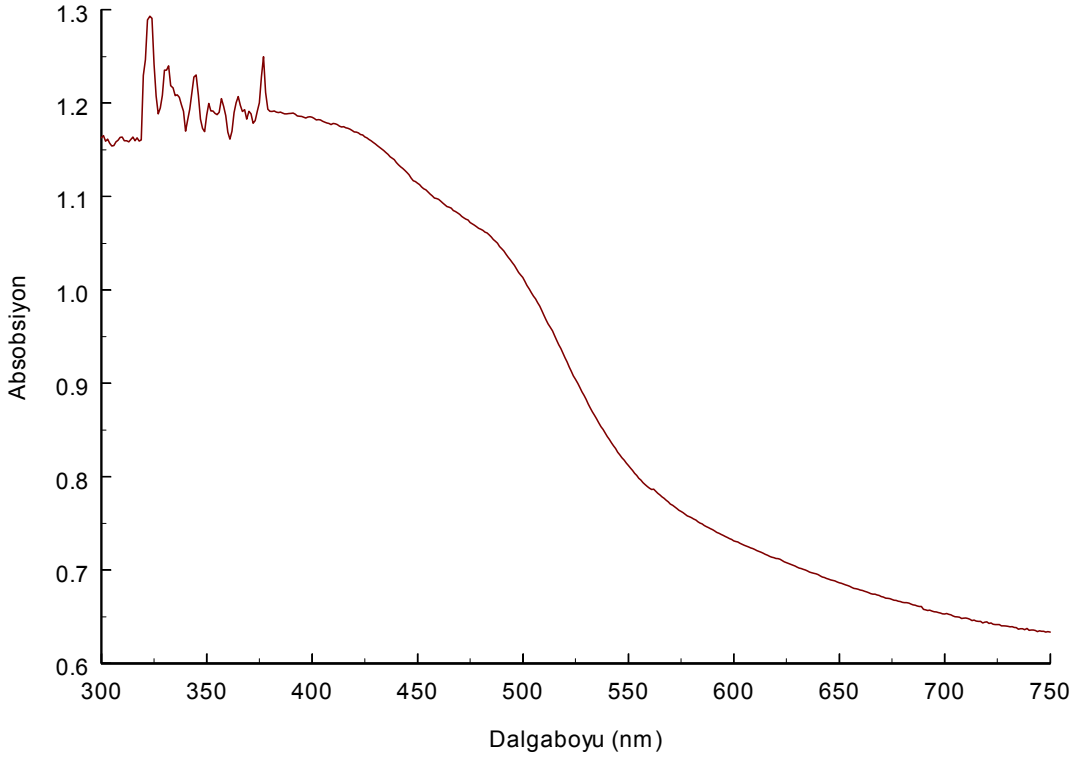


Şekil 4.29 Kemmererite mineraline ait optiksel soğurma spektrumu

Kemmererite mineraline ait optiksel soğurma spektrumuna bakıldığında yaklaşık 325 – 375 dalgaboyu aralığında karışık pikler görülmektedir. Bu piklerin absorbsiyon şiddeti 4'ün üzerinde olmadığı için bunlara gürültü denilemez. Bu piklerin kristal bağlarına ait olduğu düşünülmektedir.

Aynı zamanda 475 – 575 dalgaboyu aralığında ayrı bir dizi pikin daha oluştuğu görülmektedir, bunu sebebinin de maddenin içerisinde bulunan safsızlıkların etkisi olduğu düşünülmektedir. Literatürde, Fe^{+2} iyonuna ait optiksel soğurma spektrumunda 425, 530 ve 575 nm civarında pik verdiği görülmüştür.[8] Bu spektrumdaki piklerin, özellikle demir iyonuna ait safsızlıklardan kaynaklandığı düşünülmektedir.

4.4 Agate Mineralinden Elde Edilen Optiksel Soğurma Grafiği



Şekil 4.30 Agate mineraline ait optiksel soğurma spektrumu

Agate mineraline ait optiksel soğurma spektrumuna bakıldığında 300 – 375nm dalgaboyu aralığında karışık pikler görülmektedir. Bu piklerin absorbsiyon şiddeti 4'ün üzerinde olmadığı için bunlara gürültü denilemez. Bu piklerin kristal içindeki bağlara ait olduğu düşünülmektedir. Bunun dışında yaklaşık 490nm civarında geniş bir pik görülmektedir. Bu pik, SiO_2 örgüsü içindeki kusurlardan kaynaklandığı düşünülmektedir.

Kaynaklar

1. http://w3.balikesir.edu.tr/~sozalp/kati_ders_not/1/1_1.htm
2. N, TOPLAN. Elektriksel Malzemeler, Bölüm 5
3. M, Yeniyol. Genel Mineraloji, Fiziksel özellikler, Bölüm 6
4. Nur, N. 'Yeşil Işık ve Yeşil Işık Kullanımının Sağlanmasıyla OSL Cihazının Geliştirilmesi Çalışmaları ve Kuvars-Feldspat uygulamaları' Adana, 2004
5. Zor, M. Maddenin Elektriksel İletkenlik Özellikleri, Ünite 6
6. Kurt, K. 'Nadir Toprak Elementi Katkılı Zirkon Kristallerinin Lüminesans Özelliklerinin Çalışılması.'Adana, 2003
7. M, Gaft., R, Reisfeld., G, Panczer. 'Luminesans Spestroscopy of Minerals and Materials' Germany, 2005
8. Polakovs, M. 'Institüte of Solid State Physics', University of Latvia, kengaraga Street, LV 1063 Riga, Latvia
9. http://www.mentalmasturbasyon.com/odev/Yar%FD%20%DDletkenler%20ve%20Polimerler%2097.DOC
10. McKeever, S.W.S. 'Thermoluminescence of solids' sayfa 9-10. London, 1985
11. http://www.univie.ac.at/anchem/publikation/anderle_cap4.pdf
12. Keleş, N. 'Minerallerin Lüminesans Özelliklerinin İncelenmesi' Manisa, 2005
13. Pagel,M., Barbin, V., Blanc, P., Ohnentetter, D. 'Cathodoluminesnas of Cu Diffused in Silicate Glass'. 2-3. Germany, 2003
14. A, Çetin. 'Farklı Metalik İyonlarla Bombalanan ZnO Örneklerinin Fiziksel ve Yapısal Özelliklerinin Nükleer, Lüminesans ve Diğer Teknikler Kullanılarak incelenmesi' 2007
15. Kibar, R. 'Farklı Metal İyonları ile Bombalanan $SrTiO_3$ Kristalinin ve Bazı Minerallerin Nükleer ve Diğer Yöntemlerle İncelenmesi' İzmir, 2007
16. N, Can. 'Studies of Ion Implantation Into Insulators Using Nuclear Methods, Luminescence And Waveguide Techniques' Sussex, UK, 1995
17. A, Ege. 'Kathodoüminesans Özelliklerinin İncelenmesi' Manisa, 2002
18. Jain, M., II-VI Semiconductor Compounds, World Scientific Publishing, Singapore 1993.
19. Al-Ani, S.K. J., Makadsi, M.N., Al-Shakarchi, I.K. and Hogarth, C. A., Preparation, Structural, Optical and Electrical Properties of the $CdTe_{1-x}S_x$ System, J. Mater. Sci., 28, 251-258, 1993
20. Nag, B.R., Electron Transport in Compound Semiconductors, Springer Verlag, New York, 1980
21. Bube, R.H., Photoconductivity of Solids, John Wiley and Sons Inc., London, 1970

22. N. Xu and W.Y. Ching “Electronic Optical and Structural Properties of Some Wurtzite Crystals” Phys.Rew. B 48, 1993 4335–4351

23. U. Pal, J. Garcia-Serrano, G. Casarrubias-Segura et. al. “Structure and Optical Properties of M/ZnO (M=Au, Cu, Pt) Nanocomposites” Sol. Energy Mater. Sol. Cells 81, 2004, 339–348.

24. D.R. Vij “Luminescence of Solids” Plenum Press, New York 1998.