

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

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**TİTANİTLERDE DOĞAL VE YAPAY FİZYON İZLERİNİN TAVLANMA  
KİNETİKLERİ**

**MAHMUT MÜKERREM GÜNAYDIN**

**FİZİK ANABİLİM DALI**

**2014**

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

**TİTANİTLERDE DOĞAL VE YAPAY FİZYON İZLERİNİN TAVLANMA  
KİNETİKLERİ**

**Mahmut Mükerrerem GÜNAYDIN**

**Yüksek Lisans Tezi**

**Fizik Anabilim Dalı**

Bu tez 27/01/2014 tarihinde aşağıdaki jüri üyeleri tarafından  
oybirliği/oyçokluğu ile kabul edilmiştir.

**Doç. Dr. Mustafa TOPAKSU  
BAŞKAN (DANIŞMAN)**

**Yrd. Doç. Dr. Bayram TALİ  
ÜYE**

**Yrd. Doç. Dr. Necmettin NUR  
ÜYE**

**Doç. Dr. Mustafa ÖZDEN  
Enstitü Müdürü**

**Bu çalışma Adıyaman Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi tarafından desteklenmiştir.**

**Proje No: -**

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

## ÖZET

### Yüksek Lisans Tezi

# TİTANİTLERDE DOĞAL VE YAPAY FİZYON İZLERİNİN TAVLANMA KİNETİKLERİ

Mahmut Mükerrerem GÜNAYDIN

Adıyaman Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Fizik Anabilim Dalı

Danışman : Doç. Dr. Mustafa TOPAKSU

Yıl: 2014, Sayfa Sayısı: 59

Jüri : Doç. Dr. Mustafa TOPAKSU

: Yrd. Doç. Dr. Bayram TALİ

: Yrd. Doç. Dr. Necmettin NUR

Yüklü, hızlı bir parçacık katı bir yalıtkan içerisinde geçtiğinde yolu boyunca dar bir hasar bölgesi oluşturur. Bu hasar parçacık durduktan sonra da kalıcı olur. İşte buna yüklü parçacığın izi ya da nükleer iz denir.

Yapılan çalışmada, radyasyona maruz kalmış ve bozulmamış doğal titanitlerdeki fosil ve yapay fizyon izlerinin tavlama kinetikleri araştırılmıştır. Bunun için tavlama deneylerinde kullanılacak numuneler, Avusturalya'nın Mt. Painter bölgesinden alınmıştır. Numuneler; mineral ayrıştırma, nötron bombardımanı, tavlama, kalıplama, zımparalama, parlatma, kesme, asitleme, sayma ve analiz etme aşamalarına tabi tutulmuşlardır.

Bu aşamaların sonrasında elde edilen verilere göre mineralin maruz kaldığı sıcaklıklar arttıkça iz silinmeleri de artmaktadır.

Böylelikle; sonuçların daha önceki çalışmaları desteklemesi ve titanit mineralinde fizyon izlerinin tavlama kinetiği ile ilgili ortalama bir fikrin ortaya çıkması amaçlanmıştır.

**Anahtar Kelimeler:** Titanit, fizyon izleri, mineral ayrıştırma, nötron bombardımanı, tavlama, yüzey parlatma, asitleme, tavlama kinetiği.

**ABSTRACT**  
**MSc THESIS**

**ANNEALING KINETICS OF FOSSIL AND INDUCED FISSION TRACKS IN  
TITANITES**

Mahmut Mükerrerem GÜNAYDIN

Adiyaman University  
Graduate School of Natural and Applied Sciences  
Department of Physics

Supervisor : Assoc. Prof. Dr. Mustafa TOPAKSU  
Year: 2014, Number of Pages: 59  
Jury : Assoc. Prof. Dr. Mustafa TOPAKSU  
: Asst. Prof. Dr. Bayram TALİ  
: Asst. Prof. Dr. Necmettin NUR

When a heavy ionized particle travels at a high velocity through a solid, it creates a narrow damaged-district along its way. This damage is permanent after the particle stopped. This damaged-zone is called “track of ionized particle” or “nuclear particle”.

In this study, annealing kinetics of fossil and induced fission tracks in radiation-damaged and pristine natural titanites have been investigated. The samples have been taken from Mt. Painter of Australia. The first process is mineral separation, then following steps are neutron irradiation, annealing, mounting, grinding, polishing, cutting, etching, counting and analysing.

At the end of experiments, the data shows that track fading increases at elevated temperatures.

The goal of the study is to support previous works and to suggest a common idea about thermal annealing kinetics of fission tracks in titanite.

**Keywords:** Titanite, fission track, mineral separation, neutron irradiation, annealing, surface polishing, etching, annealing kinetic.

## TEŞEKKÜR

Bu çalışmam süresince değerli bilgilerini, yardımlarını esirgemeyen, insani ve ahlaki değerleri ile örnek olan, sabrı ve hoşgörüsü ile beni cesaretlendiren kıymetli hocam Sayın Doç. Dr. Mustafa Topaksu'ya,

Tezimin deney aşamasında değerli bilgilerinden ve deneyimlerinden yararlandığım Sayın Dr. Raymond C. Jonckheere'a,

Erasmus Öğrenci Değişim Programı kapsamında deneyleri Almanya'da yapma isteğimizi geri çevirmeyen, laboratuvar imkânlarından faydalanmamı sağlayan Sayın Prof. Dr. Lothar Ratschbacher'e,

Yine Erasmus Öğrenci Değişim Programı kapsamında Almanya'ya gitmeme vesile olan Dış İlişkiler Birimi'nin değerli personeline,

Hep yanımda olan aileme teşekkürlerimi sunarım.

## İÇİNDEKLER

## SAYFA

ÖZET .....	i
ABSTRACT .....	ii
TEŞEKKÜR .....	iii
İÇİNDEKİLER.....	iv
ÇİZELGELER DİZİNİ .....	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ .....	vii
SİMGELER VE KISALTMALAR .....	x
1. GİRİŞ .....	1
1.1. Fizyon İzleri Yöntemi.....	1
1.2. Fizyon İzleri.....	1
1.2.1. Fizyon izlerinin oluşma nedeni .....	1
1.2.2. İz oluşum kuramı .....	2
1.2.3. İzlerin asitle yıkanması ve optik mikroskop gözlemi .....	4
1.3. Uygulama Alanları .....	5
1.4. Fizyon İzleri ile Tarihlendirme Yapmak İçin Kullanılan Yöntem.....	5
2. KAYNAK ÖZETLERİ .....	7
3. MATERYAL VE YÖNTEM.....	9
3.1. Deney Ortamı.....	9
3.2. Titanit Minerali .....	9
3.3. Tavlama Fırını.....	10
3.4. Tavlama Fırını İçerisinde Sensörün Pozisyon Kalibrasyonu ve Ölçümler Sonrasında Elde Edilen ve Referans Alınan Grafikler .....	12
3.4.1. Sensörün içeri - dışarı hareketleri.....	12
3.4.2. Sensörün sağ - sol ve yukarı - aşağı hareketleri .....	15
3.4.3. Sensörün 20 cm içerideyken sıcaklık artışı.....	20
3.4.4. Sensörün ısınması ve soğuması arasında geçen süre .....	21
3.5. Deneyin Yapılış Aşamaları.....	22
3.5.1. Numune incelemesi ve hazırlanması .....	22
3.5.2. Deney aşamaları ve yapıları .....	25
3.5.2.1. Tavlama aşaması.....	25

3.5.2.1.1. Kullanılan araç ve gereçler .....	25
3.5.2.1.2. Tavlama aşamasının yapılışı.....	25
3.5.2.2. Kalıplama aşaması.....	28
3.5.2.2.1. Kullanılan araç ve gereçler .....	28
3.5.2.2.2. Kalıplama aşamasının yapılışı .....	29
3.5.2.3. Zımparalama aşaması .....	33
3.5.2.3.1. Kullanılan araç ve gereçler .....	33
3.5.2.3.2. Zımparalama aşamasının yapılışı.....	34
3.5.2.4. Parlatma aşaması .....	37
3.5.2.4.1. Kullanılan araç ve gereçler .....	37
3.5.2.4.2. Parlatma aşamasının yapılışı .....	37
3.5.2.5. Kesme aşaması .....	44
3.5.2.5.1. Kullanılan araç ve gereçler .....	44
3.5.2.5.2. Kesme aşamasının yapılışı .....	44
3.5.2.6. Asitleme aşaması .....	46
3.5.2.6.1. Kullanılan araç ve gereçler .....	46
3.5.2.6.2. Asitleme aşamasının yapılışı .....	46
3.5.2.7. Sayım aşaması .....	51
3.5.2.7.1. Kullanılan araç ve gereçler .....	51
3.5.2.7.2. Sayma aşamasının yapılışı.....	52
4. TARTIŞMA - SONUÇ .....	54
KAYNAKLAR.....	57
ÖZGEÇMİŞ.....	59

Çizelge 3.1.	Sensörün fırın içerisinde içeri-dışarı hareketleri ve buna karşılık termometrede (sabit), fırının büyük ve küçük göstergelerinde okunan sıcaklık değerleri .....	13
Çizelge 3.2.	Sensörün fırın içerisinde içeri-dışarı hareketleri ve buna karşılık termometrede, fırının büyük ve küçük göstergelerinde (sabit) okunan sıcaklık değerleri .....	14
Çizelge 3.3.	Sensörün fırın içerisinde sağa doğru hareketi ve buna karşılık termometrede (sabit), fırının büyük ve küçük göstergelerinde okunan sıcaklık değerleri .....	16
Çizelge 3.4.	Sensörün fırın içerisinde sola doğru hareketi ve buna karşılık termometrede (sabit), fırının büyük ve küçük göstergelerinde okunan sıcaklık değerleri .....	17
Çizelge 3.5.	Sensörün fırın içerisinde yukarı doğru hareketi ve buna karşılık termometrede (sabit), fırının büyük ve küçük göstergelerinde okunan sıcaklık değerleri .....	18
Çizelge 3.6.	Sensörün fırın içerisinde aşağı doğru hareketi ve buna karşılık termometrede (sabit), fırının büyük ve küçük göstergelerinde okunan sıcaklık değerleri .....	19
Çizelge 3.7.	Sensör fırının 20 cm içerisindeyken sıcaklık arttırıldığında termometrede ve fırının büyük göstergesinde okunan sıcaklık değerleri .....	20
Çizelge 3.8.	Kısımlandırılmış numuneler ve tavlanma sıcaklıkları .....	23
Çizelge 3.9.	Numune isimleri.....	24
Çizelge 3.10.	Parlatma adımlarında numunelerin parlatılma süreleri .....	43
Çizelge 3.11.	Numune türlerine karşılık asitlenme süreleri.....	48
Çizelge 4.1.	Numunelerde asitlenme sürelerine karşılık sayılan toplam iz miktarları.....	54
Çizelge 4.2.	İz yoğunlukları .....	54



## ŞEKİLLER DİZİNİ

## SAYFA

Şekil 1.1.	Fizyon izleri .....	2
Şekil 1.2.	Fizyon izi oluşum mekanizması.....	3
Şekil 3.1.	Laboratuvar ortamı.....	9
Şekil 3.2.	Titanit minerali.....	10
Şekil 3.3.	Tavlama fırını .....	10
Şekil 3.4.	Tavlama fırınının iç kısmı .....	11
Şekil 3.5.	Tavlama fırınının göstergeleri ve ayar düğmeleri.....	11
Şekil 3.6.	Büyük ve küçük göstergeler .....	11
Şekil 3.7.	Sensör .....	12
Şekil 3.8.	Termometre.....	12
Şekil 3.9.	(Termometre sabitken) Sensörün içeri-dışarı hareketine karşılık göstergelerde okunan sıcaklık değerlerinin değişimi .....	13
Şekil 3.10.	(Büyük ve küçük göstergeler sabitken) Sensörün içeri-dışarı hareketine karşılık göstergelerde okunan sıcaklık değerlerinin değişimi.....	14
Şekil 3.11.	(Termometre sabitken) Sensörün sağa doğru hareketine karşılık göstergelerde okunan sıcaklık değerlerinin değişimi .....	16
Şekil 3.12.	(Termometre sabitken) Sensörün sola doğru hareketine karşılık göstergelerde okunan sıcaklık değerlerinin değişimi .....	17
Şekil 3.13.	(Termometre sabitken) Sensörün yukarı doğru hareketine karşılık göstergelerde okunan sıcaklık değerlerinin değişimi .....	18
Şekil 3.14.	(Termometre sabitken) Sensörün aşağı doğru hareketine karşılık göstergelerde okunan sıcaklık değerlerinin değişimi .....	19
Şekil 3.15.	Sensör fırının 20 cm içerisindeyken büyük göstergede ve termometrede okunan sıcaklık değerlerinin değişimi.....	21
Şekil 3.16.	Kalibrasyon deneyleri sırasında sensörün istenilen sıcaklığa ulaşması için geçen zamanın ve ısınması ile soğuması arasında geçen zamanın ölçümü .....	22
Şekil 3.17.	Tavlama ve nötron bombardımanı sonrası numuneler .....	23
Şekil 3.18.	Kısımlandırma ve adlandırma sonrası numuneler .....	24

Şekil 3.19.	Hazırlanan zarflar ve tutturma parçaları.....	26
Şekil 3.20.	İçerisinde titanit mineral bulunan zarflar .....	26
Şekil 3.21.	Sensörün ucuna yerleştirilen titanit minerali ile dolu zarflar .....	26
Şekil 3.22.	Fırına yerleştirilen ucunda numuneler bulunan sensör .....	27
Şekil 3.23.	Numunelerin tavlantıları sırasındaki sıcaklık ve zaman grafiği.....	28
Şekil 3.24.	Kalıp kutuları .....	29
Şekil 3.25.	Reçine ve sertleştirici sıvıları.....	30
Şekil 3.26.	Vakum ve kalıplamanın içerisinde yapıldığı CitoVac cihazı .....	31
Şekil 3.27.	Sıvı nakil hortumu ve sıkıştırma kolu .....	31
Şekil 3.28.	CitoVac cihazına yerleştirilen kalıp kutuları .....	32
Şekil 3.29.	Kalıp kutularına epoksi akıtılması .....	32
Şekil 3.30.	Kalıpların içerisinde dondurulduğu fırın (Mettler) .....	33
Şekil 3.31.	Kaplarından çıkarılan kalıplar .....	33
Şekil 3.32.	P#320 zımpara kâğıdı.....	34
Şekil 3.33.	Demir levhaya sarılmış zımpara kâğıdıyla kalıp kenarlarının zımparalanması .....	34
Şekil 3.34.	Kenarları zımpara edilmiş numuneler .....	35
Şekil 3.35.	P#1200 zımpara kâğıdı ve saf su .....	35
Şekil 3.36.	Olympus SZ61 marka mikroskop .....	36
Şekil 3.37.	Parlatma cihazı.....	38
Şekil 3.38.	Ultrasonik temizleme cihazı .....	38
Şekil 3.39.	P#2400 parlatma kâğıdı ve saf su .....	39
Şekil 3.40.	Numunelerin cihaz üzerinde parlatılmaya hazırlanması .....	39
Şekil 3.41.	6 µm parlatma kâğıdı ve 6 µm parlatma sıvısı .....	40
Şekil 3.42.	Zeiss Axio Imager 1Am marka mikroskop .....	41
Şekil 3.43.	3 µm parlatma kâğıdı ve 3 µm parlatma sıvısı .....	41
Şekil 3.44.	1 µm parlatma kâğıdı ve 1 µm parlatma sıvısı .....	42
Şekil 3.45.	OPS parlatma kâğıdı ve OPS parlatma sıvısı .....	42
Şekil 3.46.	Struers Accutom-50 marka kesme cihazı ve kesim zımparası .....	45
Şekil 3.47.	Kesim sonrası numuneler .....	45
Şekil 3.48.	Güvenlik gözlüğü, önlüğü ve eldiveni .....	46
Şekil 3.49.	1HF:2HNO <sub>3</sub> :3HCl:4H <sub>2</sub> O asit karışımı .....	47

Şekil 3.50.	Lastik şeritle birbirine ve kürdana tutturulmuş numuneler .....	49
Şekil 3.51.	Kap içerisinde numunelerin konumu .....	49
Şekil 3.52.	Manyetik çalkalayıcı ve deney düzeneği.....	50
Şekil 3.53.	Küçük silindirik mıknatıs .....	50
Şekil 3.54.	Kronometre .....	50
Şekil 3.55.	Asitleme sonrası numuneler .....	51
Şekil 3.56.	Zeiss Axio Imager 1Am marka mikroskop .....	52
Şekil 3.57.	Sayaç .....	52
Şekil 4.1.	İz yoğunluğu-sıcaklık grafiği.....	55

## SİMGELER VE KISALTMALAR

dk	: Dakika
<sup>0</sup> C	: Derece Selsiyus
cm	: Santimetre
cm <sup>2</sup>	: Santimetre Kare
F	: Fossil ( <i>Doğal</i> )
F+I	: Fossil + Induced ( <i>Doğal + Yapay</i> )
H <sub>2</sub> O	: Su
HCl	: Hidroklorik Asit
HD	: High Definition ( <i>Yüksek Netlik</i> )
HF	: Hidroflorik Asit
HNO <sub>3</sub>	: Nitrik Asit
I	: Induced ( <i>Yapay</i> )
K-Ar	: Potasyum - Argon
l	: Litre
MeV	: Milyon Elektron - Volt
ml	: Mililitre
mm	: Milimetre
mm/s	: Milimetre / Saniye ( <i>Hız Birimi</i> )
N/m <sup>3</sup>	: Newton / Metre Küp ( <i>Özgül Ağırlık Birimi</i> )
nm	: Nanometre
RPM	: Revolutions per Minute ( <i>Dakikadaki Devir Sayısı</i> )
TEM	: Transmission Electron Microscope ( <i>Geçirimli Elektron Mikroskobu</i> )
s	: Saniye
sa.	: Saat
U <sup>238</sup>	: Uranyum - 238
µm	: Mikrometre

# 1. GİRİŞ

## 1.1. Fizyon İzleri Yöntemi

$U^{238}$ 'in kendiliğinden fizyona uğraması sonucunda meydana gelen yüksek enerjili parçacıkların kristalimsi yapılarda ve camlarda iz bırakması esasına dayanmaktadır (<http://goo.gl/VysI89>). Fizyon izleri yöntemi, yaşı en az 20 000 yıl olan volkanik oluşumları tarihlendirmede kullanılır (<http://goo.gl/VysI89>). Bu yöntemi cam, obsidiyen ve seramik eşyaya uygulamak mümkündür (<http://goo.gl/VysI89>).

Bu yöntem bize gömülmenin ve erozyonun hızı hakkında bilgi verir (<http://goo.gl/9qFkoW>). Bunlar sıcaklığa duyarlı ölçüm sistemleri ile gerçekleştirilmektedir (<http://goo.gl/9qFkoW>). Fizyon izleri, uranyumun parçalanması sonucu (fizyon) kristal kafesinde meydana gelen bozulmalardır (<http://goo.gl/9qFkoW>). Bu yapılar mikroskobik boyuttadır, ancak yüksek büyütme mikroskopları ile gözlemlenebilirler (<http://goo.gl/9qFkoW>). Minerallerin kafes yapılarındaki bu izlerin oluşum koşulları kapanım sıcaklığı ile orantılıdır (<http://goo.gl/9qFkoW>). Her bir mineralin kapanım sıcaklığı farklıdır (<http://goo.gl/9qFkoW>). Örneğin, apatitte 80 - 1200 °C arasında iken, zirkonda ise 200 - 3000 °C arasındadır (<http://goo.gl/9qFkoW>).

## 1.2. Fizyon İzleri

### 1.2.1. Fizyon izlerinin oluşma nedeni

$U^{238}$ 'in kendiliğinden parçalanması (fizyonu) sonucu izler oluşmaktadır (Yeğingil 1984). Ortalama her 2000000 parçalanmada kendiliğinden fizyon olur ve bu olayda 200 MeV'lik (milyon elektron-volt =  $10^{-16}$  kilowatt-saat) değerinde bir enerji açığa çıkar (Yeğingil 1984). Oluşan iki parçacık iyonize olmuş durumdadır ve çevrelerindeki elektronları uyararak kristal yapı içinde hasar oluşturarak ilerlerler (Yeğingil 1984). İlerleme sonucu oluşan bu hasarlı alanların her birine "fizyon izi" denmektedir (Yeğingil 1984).



**Şekil 1.1.** Fizyon izleri

(<https://pangea.stanford.edu/research/groups/thermochronology/gfx/GVG%20FT%20photo2.jpg>)

### 1.2.2. İz oluşum kuramı

Fizyon olayını açıklayabilmek için geliştirilmiş birkaç olay vardır. Bunlar arasında en geçerli olanı Bohr ve Wheelher tarafından geliştirilmiş sıvı damlacık modelidir.

Katılarda, özellikle dielektrik ve yalıtkan maddelerde iz oluşum mekanizmasını anlayabilmek için, bir katıya çarpan yüklü parçacıkların davranışını incelemeliyiz. Katılar içerisinde hareket eden ağır iyonların yavaşlayarak durmaları iz oluşumunun temelini teşkil eder. Yüklü bir parçacık yalıtkan bir madde içerisinden geçerken enerjisini bu maddeye verir.

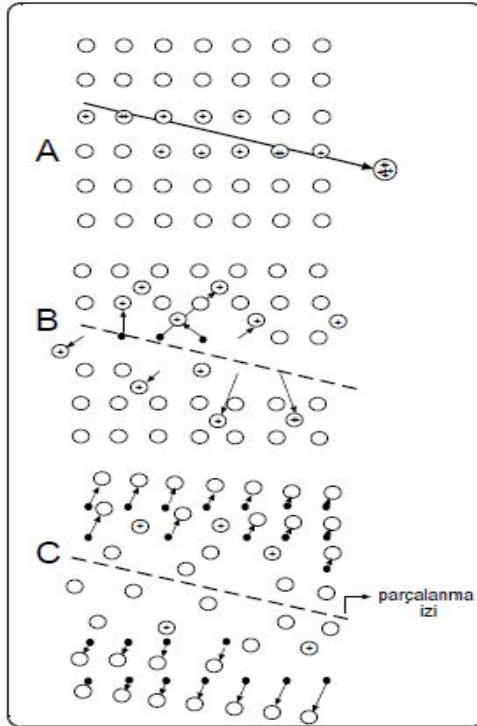
Enerji alışverişinin 3 şekli vardır;

1. Gelen parçacıklar hedefin atomları ile esnek veya esnek olmayan çarpışmalara uğrarlar.
2. Parçacıklar, ortamdaki atomları iyonize edebilir veya uyarabilirler. Diğer bir deyişle enerji, elektron yer değişimi ile transfer olabilir.
3. Ortamdaki atomlarla nükleer bir etkileşim olabilir.

Yukarıda verilen etkileşim şekilleri aşağıdaki iz oluşum kuramlarının oluşmasında kullanılmıştır.

Katılardaki izlerin ısısal işlemler sonucunda oluştuğu belirlenmiştir (Fleischer ve Price 1975). Bu modele göre parçacık enerjisinin ana kısmı elektronlara aktarılır ve bunlar da bu enerjiyi kristal yapıya sıcaklık şeklinde verirler. Enerjili parçacıklar, yüklü parçacığın yolu çevresindeki bir küçük silindir içinde enerjilerini kaybederler ve bu bölge ısınır. Eğer bu sıcaklık belli bir zaman için muhafaza edilebilirse; erime, yeniden kristalleşme ve yüzey buharlaşması gibi işlemler iz oluşumu sonucunu doğururlar (Fleischer ve vd. 1975).

İnorganik katılarda (kristaller ve camlar) izler boyunca oluşan hasar, yer değiştirmiş atomlardan oluşmuştur. Bu yer değiştirme doğrudan atomik saçılmadan değil; ağır, iyonlaştırabilen parçacıkların katı iz detektörü içerisindeki elektronlarla olan etkileşmesindedir. Bu modele iyon patlama kıvılcım modeli denir. Bu model Fleischer ve vd. tarafından 1965'te ortaya atılmıştır. Modelde katı içerisinde ilerleyen yüklü parçacık gittiği yol boyunca elektrostatik bakımdan kararsız birçok iyon oluşturur. Bu iyonlar birbirlerini normal yerleşim bölgelerinden iç taraflara doğru itmektir. Bu olay Şekil 1.2.'de gösterilmiştir.



Şekil 1.2. Fizyon izi oluşum mekanizması (Fleischer ve vd. 1965)

Uranyum atomu fizyon sırasında iki parçacığa ayrılır. Bunlara fizyon ürünleri de denir. Fizyon ürünlerinin hızı çok fazladır. Bunlar pozitif yüklü parçacıklardır. İyonlaştırma güçleri çok fazladır. Yörüngeleri üzerindeki atomların elektronlarını kopararak onları iyonlaştırırlar. Pozitif yüklü iyonlar birbirlerini iterek yer değıştirirler. Böylece, atomik yapı içerisinde hasarlı bir yerleşim bölgesi oluştururlar ve bu bölgeye “fizyon izi” denir.

Aşağıda verilen yoğunluk ve mevcut taşıyıcıların hareketliliği ile ilgili iki koşul, izlerin neden sadece yalıtkanlar ve zayıf geçirgenliğe sahip yarı iletkenlerde bulunduğunu açıklamaktadır.

- a) İyonlaşmış bölgelerin yakınında, serbest elektronların bir maksimum yoğunluğu olmalıdır. Bundan daha yüksek elektron yoğunluğuna sahip materyaller izleri depolamayacaklardır.
- b) İzler; silikon, germanyum gibi yüksek boşluk hareketliliğine sahip materyallerde kaydedilemezler. Çünkü, iz boyunca iyonlaşmış olan bölge esasta yüksek yoğunlukta deşikler topluluğudur. Bu deşikler, böyle materyallerde yer değıştirebilirler ve kalıcı iz oluşumunu engellerler.

İzlerden deşik bilgiler edinilebilir. Bu bilgilerin ne olduğu bizim gözlem olanaklarımıza bağlıdır.

### **1.2.3. İzlerin asitle yıkanması ve optik mikroskop gözlemi**

Gizli fizyon izleri, sahip oldukları birkaç nm’lik boyutlarından dolayı ancak TEM (Geçirimli Elektron Mikroskobu) veya diğerk yüksek çözünürlüklü mikroskopik yöntemlerle gözlenebilirler. Bununla birlikte numune yüksek iz yoğunluğuna sahip olduğu zaman da uygun bir biçimde gözlenebilir. Ancak bu, titanit, apatit, zirkon gibi yerkabuğuna ait mineraller için genelde söz konusu değildir (Paul 1993). Bu bakımdan, optik mikroskop altında düşük bir büyütme oranında izin gözlenebilmesi için bir büyütme tekniğine ihtiyaç vardır. Mevcut tekniklerden en genel ve yaygın olarak kullanılanı asitle yıkamadır (Tagami 2005).

Fizyon izleri asitle yıkanarak büyütülebilir, çünkü izin iç tarafının düzensiz olan bölgesi, materyalin hasarsız olan hacminin çevresinden daha hızlı olarak çözünür. Bunun sebebi ise bağ enerjisinin azalmasıdır. Asitleme, belirlenmiş sıcaklık ve zaman



koşulları altında yapılır. Materyalin yüzeyi ile kesişen izler, asitle yıkanır ve gözlem için büyütülmüş olur (Fleischer ve vd. 1975, Bull ve Durrani 1987, Wagner ve Van den Haute 1992). Böylelikle, fizyon izleri mikroskop altında gözlemlenmeye hazır duruma getirilmiş olur.

### **1.3. Uygulama Alanları**

Potasyum-argon (K-Ar) yöntemiyle tarihlleme yapılamayan erken Paleolitik Çağ yerleşmelerinde (ve günümüzden yaklaşık 20 yıl öncesine kadar üretilmiş camlar da dâhil olmak üzere insanlığın her kültürel evresinde) fizyon izi ile tarihlendirme yapılabilmektedir (Bahn ve Renfrew 1998). Fizyon izleri yöntemiyle, doğada bulunan ve az miktarda uranyum içeren pek çok madde, 20 ile 10000000000 yıl arasındaki bir yaşa tarihlendirilebilir ama pek çok maddeden sadece çok azı arkeolojiyi ilgilendirmektedir (Yeğingil 1984). Fizyon izleri yöntemi, titanit, zirkon, apatit gibi minerallere (Yeğingil 1991), mineral içeren çanak çömleğe (Bahn ve Renfrew 1998), insan yapısı camlara, obsidyen aletlere, ateş yakılan yerlere (yanmış toprak ve taşlara), stratigrafik dizilere tarihlendirme yapmak için; obsidyen hammadde kaynaklarının belirlenmesi için insanlar tarafından ısıtılmamış obsidyenlere uygulanabilir (Yeğingil 1984). 1 cm<sup>2</sup>'lik bir numune tarihlendirme yapmak için yeterli olabilirken (Yeğingil 1984), arkeolojik yaş tayini için hata payını %3'e düşürebilmek için 50 cm<sup>2</sup>'lik bir alanda sayım yapmak gerekir. Küçük numunelerde hata payı her zaman yüksektir (Yeğingil 1991).

### **1.4. Fizyon İzleri ile Tarihlendirme Yapmak İçin Kullanılan Yöntem**

Radyometrik bir tarihlleme yöntemi olan fizyon izi, ölçülen numunedeki U<sup>238</sup> miktarının ne kadarının kendiliğinden fizyona uğradığının belirlenmesine dayanır (Yeğingil 1991). İzler kimyasal yıkama sonrasında bir optik mikroskop yardımıyla görülebilir (Yeğingil 1991). Her iz bir U<sup>238</sup> atomunun fizyon olayını göstermektedir (Yeğingil 1991). İnsanlar tarafından ya da herhangi bir doğa olayı tarafından ısıtılmış maddelerde fizyon izleri iki türdür (Yeğingil 1984). Bu izlerden ilki fosil (spontaneous), diğeri yapaydır (induced). Fosil izler yapay izlerden daha küçüktür

(Yeğingil 1984). Yapay izler kullanım sırasında maddenin insanlar tarafından ateşte ya da güneşte bırakılarak ısıtılması ile fizyon saatinin sıfırlanmasından sonra oluşan izlerdir ve maddenin arkeolojik yaşının belirlenmesinde kullanılırlar (Yeğingil 1991). Ancak, tüm fizyon izlerinin ısınma yoluyla silinebilmesi için numunenin 500 °C'de 15 saat kadar ısıtılması gerekmektedir, bu yüzden insanlarca ısıtılmış maddelerin çoğunda fosil ve yapay izler birlikte bulunmaktadır (Yeğingil 1984).

Fizyon izi ile tarihlemeye iki temel sayım önemlidir (Yeğingil 1983). Bunlardan ilki iz yoğunluğudur ve 1 cm<sup>2</sup>'ye düşen iz sayısını belirtmektedir, ikincisi ise iz büyüklüğüdür (Yeğingil 1983). Bu iki sayım birbirleriyle doğrusal bir ilişki içinde değildir (Yeğingil 1983). Camlar için fizyon izi büyüklüğü ölçülürken büyük olan çaplar ölçülür (Yeğingil 1985). İz yoğunluğu ise maddenin yaşına ve içerdiği uranyum miktarına göre değişir (Yeğingil 1984). Uranyum miktarını ölçmek için numune bir nükleer reaktörde yavaş nötronla radyasyona tutulur (Yeğingil 1984). Sonra tekrar yıkanır ve izler bir kez daha sayılır (Yeğingil 1984). Kesin tarihlendirme yapılabilmesi için çok sayıda iz sayılabilir olmalıdır (Yeğingil 1984). İz yoğunluğu az (genç) olan numunelerde tarihlendirme pratik değildir ve çok zaman alır (Yeğingil 1984).

Obsidyenin kendi oluşum yaşını vermesi için lavla birlikte yüzeye çıktıktan sonraki zamanlarda ısıtılmamış olması gerekmektedir (Yeğingil 1984). Obsidyenin jeolojik yaşı (oluşum yaşı) kaynağının belirlenmesine yarar (Yeğingil 1984). Ancak bu yöntem çok sınırlı olarak uygulanmış ve çıkan sonuçlar çok önemli olmamıştır (Yeğingil 1984).

## 2. KAYNAK ÖZETLERİ

Fizyon izleri ilk defa, Silk ve Barnes (1959) tarafından yapılan bir deneyde, bir mika parçasında, geçirgen elektron mikroskobuyla gözlemlendi. Bowden ve Chaderton (1962) radyasyona tutulmuş numunelerdeki izlerin oluşum sebebinin, iyonize olabilen parçacıkların çevrelerindeki elektronları uyarması olduğunu söyledi. Zirkon ve apatit bulunduran bir mika parçasında fosil fizyon izleri bir elektron mikroskobuyla gözlemlendi (Price ve Walker 1962). Fizyon izlerini belirgin hale getirmek için uygun kimyasal maddeler kullanarak izler üzerinde çalışıldı. Daha sonra yapılan çalışmalarda iki mika örneğinden alınmış sonuçlardan yararlanılarak yaş eşitliği çıkarıldı (Price ve Walker 1963). Basınç, sıcaklık ve radyasyonun fizyon izleri üzerindeki etkisi açıklandı (Fleischer ve vd. 1965). İzlerin asitle yıkanması işleminin tekniği ve uygulaması apatit, titanit, zirkon gibi çeşitli mineraller için geliştirildi (Neaser 1967, 1969, Vanden Haute 1985). Fizyon izleri üzerindeki çalışmalar ilerletilerek ısı etkisiyle iz yoğunluğunda meydana gelen azalma ölçüldü (Bigazzi 1967, Green ve vd. 1989). Bu sırada, nötron akısının ölçümüyle ilgili birçok dozimetre camları geliştirildi (Carpenter 1972). Fizyon izleri ile ilgili elde edilen yaşlar diğer radyometrik yaşlardan daha düşük olduğundan fizyon izleri ile yaş tayininde düzeltmeler yapabilecek bazı yöntemler geliştirildi (Paupeau ve Storzer 1973).

Fizyon izi tarihlendirmeleri; jeolojik ve termal tavlardan dolayı fosil izlerin kaybolmasından dolayı düzeltilmeye ihtiyaç duyar. Eğer uzunluk azalmalarını, yoğunluk azalmalarına dönüştürerek eğrilerin ayarlanması uygun olursa, tam boy izlerin uzunluk dağılımı, bu tür düzeltmeler sağlayabilir. Biyotit, apatit ve titanit üzerinde yapılan tavlama deneylerine göre, asitlenebilir iz uzunluğu ve iz yoğunluğu arasında lineer bir ilişki gözlemlendi. Ancak eğrilerin eğimleri ve kestiği noktalar minerallerden minerale çeşitlilik göstermektedir. Aşırı asitleme, sadece biyotitte kısmen silinmiş izlerin geri getirilmesinde belirgin etkiye sahiptir ve iz yoğunluğundaki azalma daima iz uzunluğundaki azalmanın ardında gelir. Apatit ve titanitte iz uzunluğundaki azalma %30'dan %50'ye çıktığı zaman; iz yoğunluğu, iz uzunluğu ile aynı oranda azalır. %10'dan küçük kısalmalarda iz yoğunluğu neredeyse etkilenmez ve %50'den küçük düşüşlerde ise iz yoğunluğundaki azalma öncekine ağır basar (Nagpaul ve vd. 1974).

Titanitte fizyon izlerinin asitlenme karakteristikleri ısısal tavlamanın öncesinde de sonrasında da belirgin farklılıklar gösterir. Titanitte radyasyon zarar seviyesinin artmasıyla renkte, asitleme oranında iz geometrisinde, görülen asitleme etkisinde ve asitlenmiş izlerin açısız dağılımında değişiklikler meydana gelir. Neticede, titanit anizotropik bir mineral gibi davranır. Tüm bu özellik değişimleri ısısal tavlama ile tersine çevrilebilir ve yine tüm bu özellik değişimleri nötron bombardımanı ile yeniden elde edilemez.  $\alpha$  hasarı, bir iz kaybolması için gereken sıcaklıktan daha düşük bir sıcaklıkta tavlama yapılır. Bu nedenle titanitte ısısal tavlama sonrası doğal ve yapay izlerin asitlenme karakteristikleri doğrudan kıyaslanamaz (Gleadow 1977).

Doğal apatit ve titanit kristallerinde yapılan tavlama deneylerinde daha önce tanımlanmayan iki tür fizyon izi gözlemlendi. Birincisinin kararlı izler, ikincisinin ise sıvı kapanımlarda bulunan izler olduğu belirlendi. Kararlı izlerin, tüm izlerin tavlama için gereken yeterli sıcaklığın üzerinde ısıtıldıklarında bile belirgin şekilde kısılmadıkları gözlemlendi. Sıvı kapanımlardaki izler, bir fizyon parçacığının fark edilmiş enerji kaybı olmaksızın sıvı dolu kusurlu bir kapanımın içinden geçmesinden dolayı aşırı uzunluklara sahiptir. Eğer fark edilmezlerse her iki tür iz, gizli iz - uzunluk ölçümü için yapılan sıcaklık - zaman grafiğini sapabilir. Basit ölçümlerde bu tür gizli hatalardan kaçınılmalıdır (Jonckheere 2000).

Titanitte 625°C ve 675°C sıcaklıklarında yapılan tavlama deneylerinde numunelerdeki iz yoğunluğu ve iz uzunluğu tavlama süresince karmaşık bir biçimde azalır. Tavlama sırasında evre değişimi, geri çekilen izlerin paralel tavlama ve atomik ölçüde izler boyunca bozuk yapıdaki farklılıklar bu azalmanın muhtemel sebepleridir. Bu sonuçların, ısısal nötron akışının hatalı ölçümünden veya doğal - yapay izlere sahip kristallerin farklı bir mineral yapısından dolayı olduğu düşünülemez. Ancak bilinmeyen sistematik faktörlerin iz yoğunluğu ölçümünü etkilediği söylenebilir (Jonckheere 2000).

### 3. MATERYAL VE YÖNTEM

#### 3.1. Deney Ortamı

Çalışma sırasında yapılan analizler Freiberg Üniversitesi Jeoloji Enstitüsü Laboratuvarı'nda yürütülmüştür. Laboratuvar (Şekil 3.1.), fizyon izleri çalışmaları için kullanılacak donanıma sahiptir.



Şekil 3.1. Laboratuvar ortamı

Yapılan çalışmada, titanit mineralindeki fosil fizyon izlerinin ve radyasyona maruz kalmış, fosil ve doğal minerallerdeki yapay fizyon izlerinin tavlama kinetikleri araştırılmıştır.

#### 3.2. Titanit Minerali

- **Kimyasal Bileşimi:**  $\text{CaTiSiO}_5$  /  $\text{CaTi}[\text{O}|\text{SiO}_4]$  /  $\text{CaCO}_3$  /  $\text{KAl}_2[(\text{OH})_2|\text{AlSi}_3\text{O}_{10}]$  /  $(\text{Mg,Fe}^{2+})_5\text{Al}[(\text{OH})_8|\text{AlSi}_3\text{O}_{10}]$
- **Kristal Sistemi:** Monoklinik
- **Kristal Biçimi:** Kama biçimli, yapraklanmalı, prizmatik, masif, kompakt, bazen lamelli
- **İkizlenme:** {100} üzerinde yaygın

- **Sertlik:** 5 - 5,5 (Mohs sertlik cetveline göre)
- **Özgül Ağırlık:** 3,45 - 3,55 N/m<sup>3</sup>
- **Dilinim:** {100} belirgin
- **Renk ve Şeffaflık:** Renksiz, sarı, yeşil, gri, kahverengi, gül kırmızısı ve siyah; şeffaf – yarı şeffaf
- **Çizgi Rengi:** Beyaz
- **Parlaklık:** Reçinemsiz, elmas parıltılı
- **Ayrırcı Özellikleri:** Kristal formu, rengi
- **Bulunuşu:** Siyenit, nefelin siyenit, diyorit ve granodiyorit gibi magmatik kayalarda sık rastlanan bir mineraldir. Metamorfik kayalarda da bulunabilir (<http://www.mta.gov.tr/v2.0/madenler/mineraller/index.php?id=titanit>).



Şekil 3.2. Titanit minerali (<http://www.mta.gov.tr/v2.0/madenler/mineraller/xtita.jpg>)

### 3.3. Tavlama Fırını

Tavlama deneylerinde kullanılan fırın mikroişlemci kontrollü elektrikli bir fırın olup Şekil 3.3.'de gösterilmiştir.



Şekil 3.3. Tavlama fırını

Titanit mineralleri ařađıda grlen fırın ile ısıtılmıřtır. Sensr, fırın ađzından (řekil 3.4.) ieri koyulur ve sıcaklıklar farklı pozisyonlarda llerek en dođru ve istikrarlı pozisyona ulařılmaya alıřılır.



řekil 3.4. Tavlama fırınının i kısmı

Fırın, řekil 3.5.'de gsterilen kontrol kısmı sayesinde kontrol edilir. Byk ve kk olmak zere iki gstergesi (řekil 3.6.) ve bu gstergelerin hemen altında kontrol sađlayan butonlar vardır. Bylece, ulařılmak istenen ve o anki sıcaklık deđerleri gstergeler yardımıyla okunabilir.



řekil 3.5. Tavlama fırınının gstergeleri ve ayar dđmeleri



řekil 3.6. Byk ve kk gstergeler

Şekil 3.7.'de gösterilen sensör aracılığıyla tavlama fırını içerisindeki net sıcaklık değerleri ölçülür. Bu sensör bir termometreye bağlıdır. Sensörün fırın içerisindeki pozisyon farklılıkları değişik değerlerin okunmasına neden olur.



Şekil 3.7. Sensör

Sensörün fırın içerisinde maruz kaldığı sıcaklığı ölçen termometre Şekil 3.8.'de gösterilmiştir. Sensör şekildeki gibi termometreye bağlanır.



Şekil 3.8. Termometre

### 3.4. Tavlama Fırını İçerisinde Sensörün Pozisyon Kalibrasyonu ve Ölçümler Sonrasında Elde Edilen ve Referans Alınan Grafikler

#### 3.4.1. Sensörün içeri - dışarı hareketleri

Sensör, fırın içerisinde içeri - dışarı hareket ettirilerek en uygun pozisyon yakalanmaya çalışılmıştır. Bu kalibrasyon çalışması iki aşamalı gerçekleştirilmiştir. İlk aşamada termometredeki sıcaklık (Çizelge 3.1.), ikinci aşamada ise küçük ve büyük göstergelerdeki sıcaklıklar (Çizelge 3.2.) sabit tutulmuştur. Elde edilen çizelgelere göre grafikler (Şekil 3.9., Şekil 3.10.) oluşturulmuş ve sensörün içeri - dışarı hareketinde en uygun pozisyon bulunmuştur.

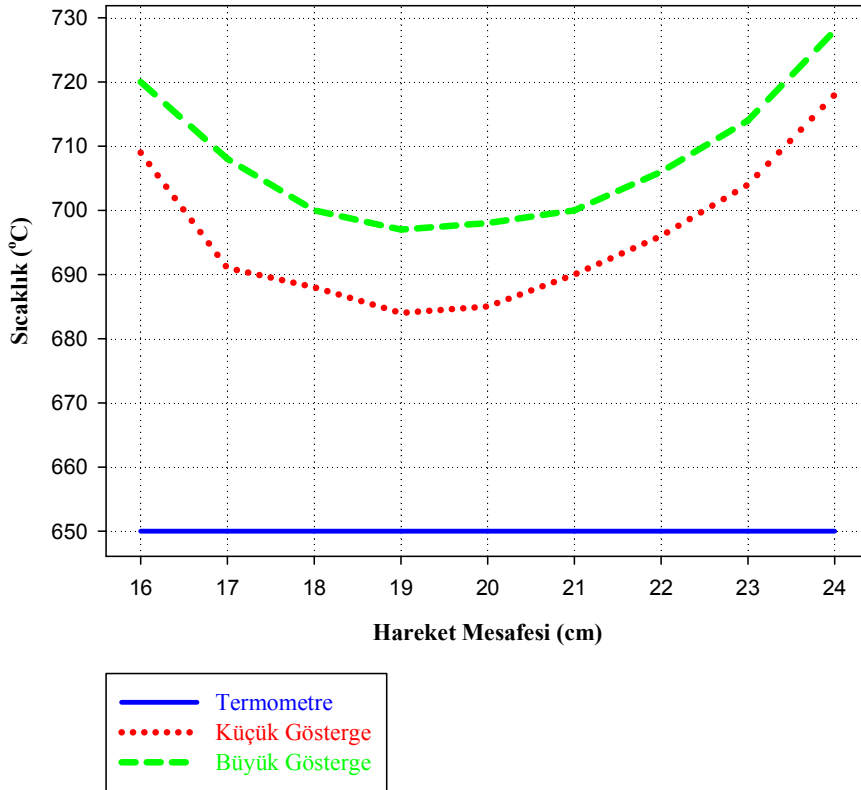


a) Termometre sabit bir sıcaklığı gösterdiği zaman;

**Çizelge 3.1.** Sensörün fırın içerisinde içeri - dışarı hareketlerine karşılık termometrede (sabit), fırının büyük ve küçük göstergelerinde okunan sıcaklık değerleri

Hareket Mesafesi (cm) \ Gösterge	Termometre (°C)	Küçük Gösterge (°C)	Büyük Gösterge (°C)
16	650	709	720
17	650	691	708
18	650	688	700
19	650	684	697
20	650	685	698
21	650	690	700
22	650	696	706
23	650	704	714

Göstergelerde Sıcaklıklar



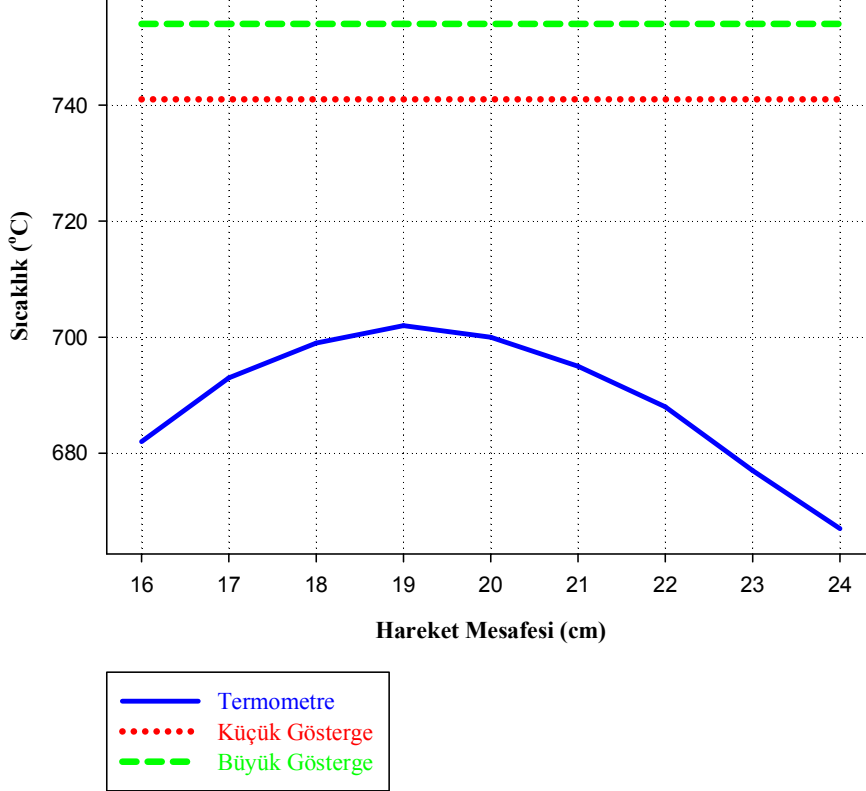
**Şekil 3.9.** (Termometre sabitken) Sensörün içeri - dışarı hareketine karşılık göstergelerde okunan sıcaklık değerlerinin değişimi

b) Büyük ve küçük göstergeler sabit sıcaklıkları gösterdiği zaman;

**Çizelge 3.2.** Sensörün fırın içerisinde içeri - dışarı hareketlerine karşılık termometrede, fırının büyük ve küçük göstergelerinde (sabit) okunan sıcaklık değerleri

Hareket Mesafesi (cm) \ Gösterge	Termometre (°C)	Küçük Gösterge (°C)	Büyük Gösterge (°C)
16	682	741	754
17	693	741	754
18	699	741	754
19	702	741	754
20	700	741	754
21	695	741	754
22	688	741	754
23	677	741	754

Göstergelerde Sıcaklıklar



**Şekil 3.10.** (Büyük ve küçük göstergeler sabitken) Sensörün içeri - dışarı hareketine karşılık göstergelerde okunan sıcaklık değerlerinin değişimi

Elde edilen grafikler yorumlanmadan önce fırının iç kısmının ve sensörün ölçülerinden bahsedilmelidir. Fırının eni 40 cm ve sensörün uzunluğu 30 cm'dir. Dolayısıyla 20 cm fırının tam ortası olmaktadır.

Her iki şekilden de görüleceği gibi, sensörün en hassas kısmı uç noktadan itibaren 1 ile 2 cm arasındadır. Özellikle ikinci grafik, sensörün en hassas noktasının uçtan 1 cm olduğunu gösteriyor. Yani, sensörün 19 cm'si fırının içerisinde olduğu zaman daha doğru ve duyarlı sonuçlar elde edilebilir. Çünkü, bu noktada fırının ve termometrenin gösterdiği değerler arasındaki farklılık azalmış olacak ve sonuçlar kararlı olacaktır. Sensör, fırının en sıcak noktasına yakın olduğu için çevresel faktörler sensörü fazla etkilemeyecek ve sıcaklık dalgalanmaları aşırı olmayacaktır.

Aynı zamanda, fırının en hassas bölgesinin de orta noktası olduğu söylenebilir. Çünkü, sensörün en hassas kısmı fırının orta noktasında bulunduğu zaman sıcaklık farklılıkları en aza indirgenmiş olacaktır.

#### **3.4.2. Sensörün sağ - sol ve yukarı - aşağı hareketleri**

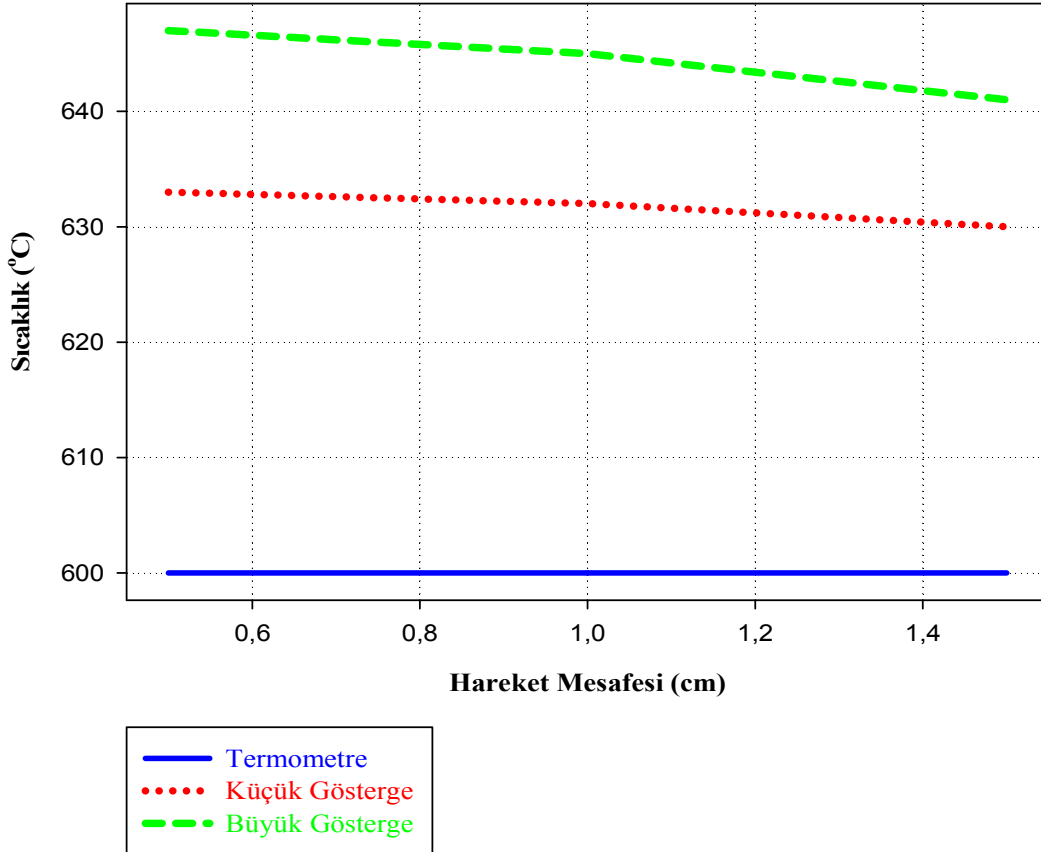
Sensörün içeri - dışarı hareketinde uygun pozisyonun bulunması ile beraber sağ - sol ve yukarı - aşağı hareketlerinde de pozisyon kalibrasyonu gereklidir. Bunun için sensör, fırın içerisinde sağa, sola, yukarıya ve aşağıya doğru 0,5 cm, 1 cm ve 1,5 cm hareket ettirilerek, her hareketi sonrasında göstergelerde okunan değerler çizelgeler halinde (Çizelge 3.3., Çizelge 3.4., Çizelge 3.5., Çizelge 3.6.) yazılmıştır. Elde edilen verilerle oluşturulan grafikler (Şekil 3.11., Şekil 3.12., Şekil 3.13., Şekil 3.14.), sensörün en uygun pozisyonunu belirlemiştir.

a) Sensörün sağa doğru hareketi;

**Çizelge 3.3.** Sensörün fırın içerisinde sağa doğru hareketine karşılık termometrede (sabit), fırının büyük ve küçük göstergelerinde okunan sıcaklık değerleri

Hareket Mesafesi (cm) \ Gösterge	Termometre (°C)	Küçük Gösterge (°C)	Büyük Gösterge (°C)
0,5	600	633	647
1	600	632	645
1,5	600	630	641

Göstergelerde Sıcaklıklar



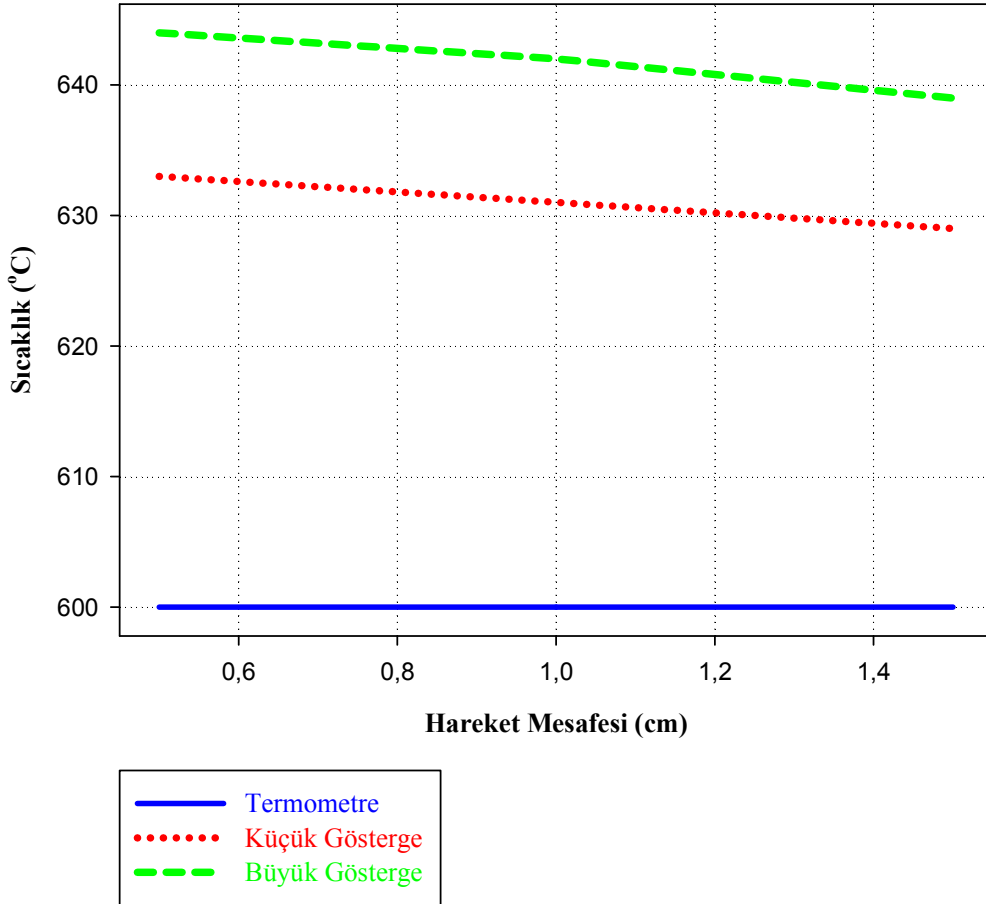
**Şekil 3.11.** (Termometre sabitken) Sensörün sağa doğru hareketine karşılık göstergelerde okunan sıcaklık değerlerinin değişimi

b) Sensörün sola doğru hareketi;

**Çizelge 3.4.** Sensörün fırın içerisinde sola doğru hareketine karşılık termometrede (sabit), fırının büyük ve küçük göstergelerinde okunan sıcaklık değerleri

Hareket Mesafesi (cm) \ Gösterge	Termometre (°C)	Küçük Gösterge (°C)	Büyük Gösterge (°C)
0,5	600	633	644
1	600	631	642
1,5	600	629	639

Göstergelerde Sıcaklıklar



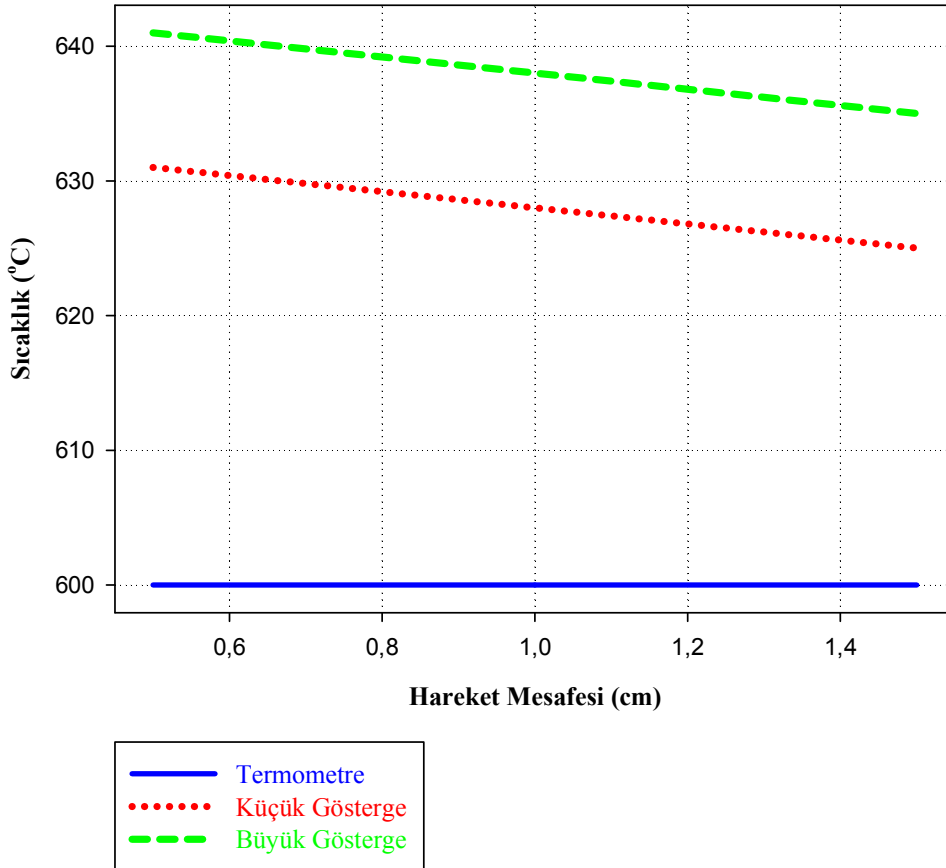
**Şekil 3.12.** (Termometre sabitken) Sensörün sola doğru hareketine karşılık göstergelerde okunan sıcaklık değerlerinin değişimi

c) Sensörün yukarı hareketi;

**Çizelge 3.5.** Sensörün fırın içerisinde yukarı doğru hareketine karşılık termometrede (sabit), fırının büyük ve küçük göstergelerinde okunan sıcaklık değerleri

Hareket Mesafesi (cm) \ Gösterge	Termometre (°C)	Küçük Gösterge (°C)	Büyük Gösterge (°C)
0,5	600	631	641
1	600	628	638
1,5	600	625	635

Göstergelerde Sıcaklıklar



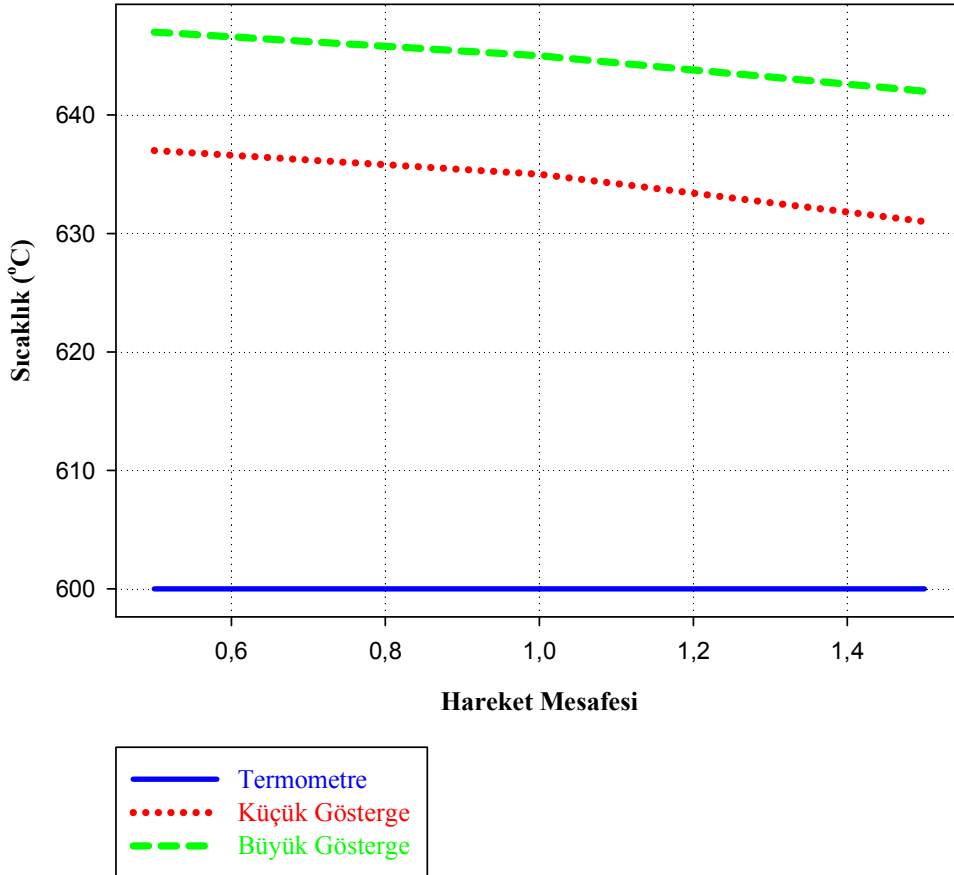
**Şekil 3.13.** (Termometre sabitken) Sensörün yukarı doğru hareketine karşılık göstergelerde okunan sıcaklık değerlerinin değişimi

d) Sensörün aşağı hareketi;

**Çizelge 3.6.** Sensörün fırın içerisinde aşağı doğru hareketine karşılık termometrede (sabit), fırının büyük ve küçük göstergelerinde okunan sıcaklık değerleri

Hareket Mesafesi (cm) \ Gösterge	Termometre (°C)	Küçük Gösterge (°C)	Büyük Gösterge (°C)
0,5	600	637	647
1	600	635	645
1,5	600	631	642

Göstergelerde Sıcaklıklar



**Şekil 3.14.** (Termometre sabitken) Sensörün aşağı doğru hareketine karşılık göstergelerde okunan sıcaklık değerlerinin değişimi

Şekil 3.11., Şekil 3.12., Şekil 3.13. ve Şekil 3.14.'e göre sensörün fırının iç duvarına olan yaklaşım hareketleri sıcaklığın artmasına sebep olmaktadır. Dolayısıyla, göstergelerde okunan sıcaklık değerleri arasındaki fark azalmaktadır. Elbette ki iç duvarlardaki sıcaklık, boşluğa oranla daha fazla olacaktır.

### 3.4.3. Sensörün 20 cm içerideyken sıcaklık artışı

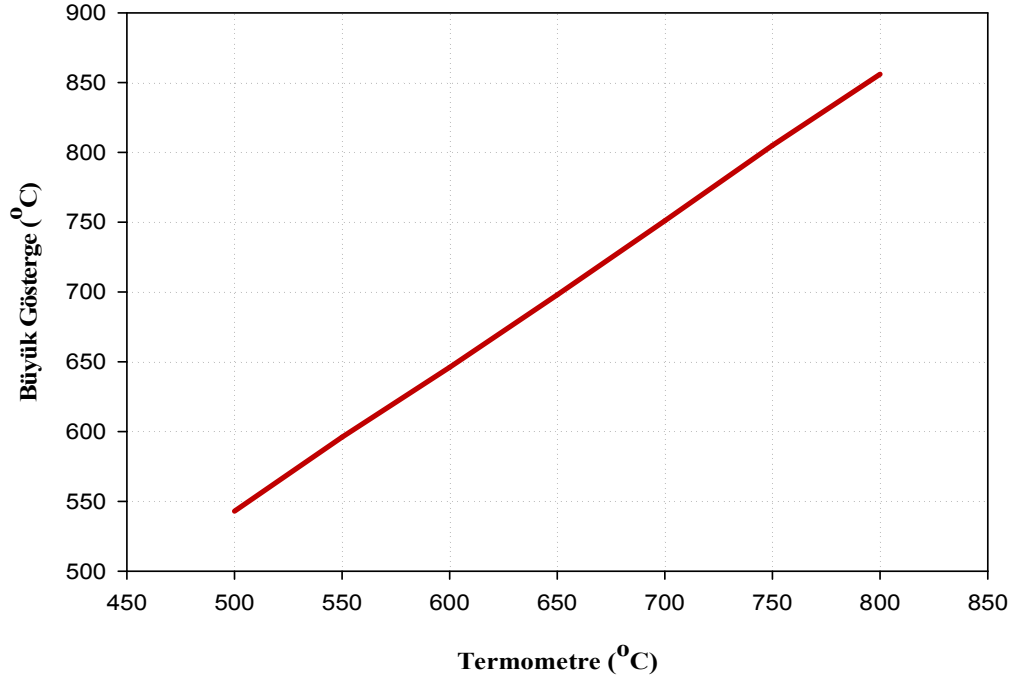
Şekil 3.15.'de görüldüğü gibi elde edilen grafik hemen hemen doğrusaldır. Göstergelerde okunan değerler arasındaki fark artmaktadır ancak artım miktarları düşüktür; bu da fırının, iç duvarlarındaki sıcaklık ile iç boşluğundaki sıcaklığının eşit olmadığını göstermektedir. Sıcaklık arttığı zaman çevresel faktörler tarafından kaybedilen veya soğurulan sıcaklık artmaktadır.

**Çizelge 3.7.** Sensör fırının 20 cm içerisindeyken sıcaklık arttırıldığında termometrede ve fırının büyük göstergesinde okunan sıcaklık değerleri

Hareket Mesafesi (cm) \ Gösterge	Termometre (°C)	Büyük Gösterge (°C)	Fark (°C)
20	500	543	43
20	550	596	46
20	600	646	46
20	650	698	48
20	700	751	51
20	750	805	55
20	800	856	56



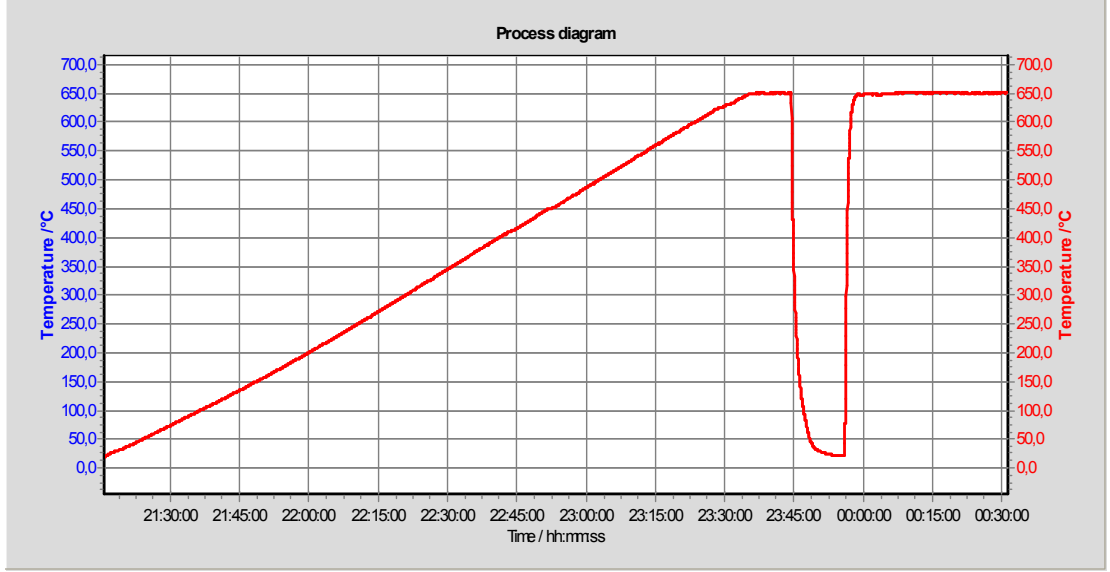
## Göstergelerde Sıcaklıklar



**Şekil 3.15.** Sensör fırının 20 cm içerisindeyken büyük göstergede ve termometrede okunan sıcaklık değerlerinin değişimi

### 3.4.4. Sensörün ısınması ve soğuması arasında geçen süre

Şekil 3.16.'da görüleceği üzere sensörün ısınması ile soğuması arasında geçen süre yaklaşık olarak 12 dakikadır. Bu olayın gerçekleşmesi için öncelikle fırının 650°C'ye kadar ısınması beklenmiştir ve sonra sensör çıkarılmıştır. Sensör yaklaşık 8 dakikada soğumaktadır. Ancak, sensörün oda sıcaklığına ulaşması için 2 dakika beklenilir. Daha sonra, sensör mümkün olduğu kadar eski pozisyonuna yerleştirilir ve 2 dakikada tekrar 650 °C'ye ulaştığı gözlemlenir.



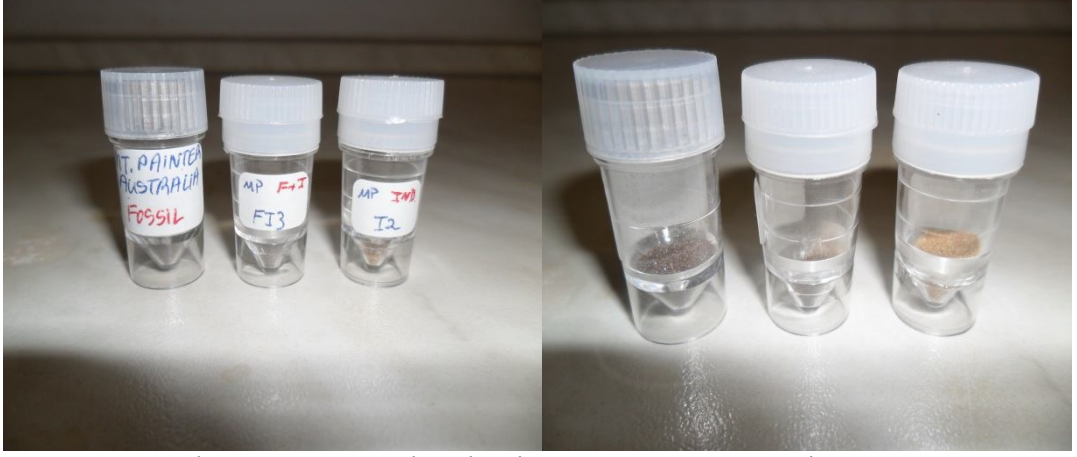
**Şekil 3.16.** Kalibrasyon deneyleri sırasında sensörün istenilen sıcaklığa ulaşması için geçen zamanın ve ısınması ile soğuması arasında geçen zamanın ölçümü

### 3.5. Deneyin Yapılış Aşamaları

#### 3.5.1. Numune incelemesi ve hazırlanması

Tavlanma deneylerinde kullanılan numuneler, Avusturalya'nın Mt. Painter bölgesinden alınmıştır. Bölgenin jeolojik yaşı oldukça fazla olmakla beraber, minerallerindeki uranyum konsantrasyonu yüksektir. Bölgeden alınan numuneler, öncelikle pudra şekeri ile toz şekerinin büyükleri arasında değişen ölçülerde öğütülmeye tabi tutulmuşlardır. Böylece, incelenebilir yüzey sayısı artırılmıştır. Daha sonra, kırılmış numuneler mineral ayrıştırılması işlemine tabi tutulmuştur. Amaç, numuneleri yabancı maddelerden arındırarak, saf titanit minerallerini elde etmektir. Sahip olduğumuz titanit mineralleri, aynı özelliklere ve doğal fizyon izi yoğunluklarına sahiptir. Elde edilen saf ve kırılmış titanit mineralleri 3 kısma ayrılmıştır. Bunlardan 2 kısım hiç tavlanmamıştır ve kalan 1 kısım ise tüm fizyon izlerini kaybedene kadar yaklaşık 800°C'de tavlanmıştır. Tavlanan ve tavlanmayan titanit minerallerinden bir kısım, yapay fizyon izleri oluşturmak amacıyla reaktöre gönderilerek nötron bombardımanına tabi tutulmuştur. Sonuçta, 3 tür titanit minerali elde edilmiştir. Bunlardan biri sadece doğal fizyon izlerine, diğeri hem doğal hem yapay fizyon izlerine, bir diğeri ise sadece yapay fizyon izlerine sahiptir (Şekil 3.17.).

Buraya kadar anlatılan işlemlerin ayrıntısına girilememiştir, çünkü numuneler bu işlemlerden geçmiş şekilde tarafımıza hazır olarak ulaşmıştır.



**Şekil 3.17.** Tavlanma ve nötron bombardımanı sonrası numuneler

Her üç tür numune, yedekleri bırakılmak koşuluyla 11 kısma ayrılmıştır. Toplamda  $3 \times 11 = 33$  numune elde edilmiştir. Bunlardan birer tanesi referans olması itibariyle tavlanmamıştır. Geriye kalan 30 numune ise, Çizelge 3.8.'de gösterilen 10 farklı sıcaklıkta 1 saat boyunca tavlanmıştır. Tavlanma sıcaklıklarına, A. J. W. Gleadow'un 1977'deki çalışması referans alınarak karar verilmiştir.

**Çizelge 3.8.** Kısımlandırılmış numuneler ve tavlanma sıcaklıkları

Numune Türü	Fossil	Fossil+Induced	Induced	Tavlanma Süresi (sa.)	No.
Sıcaklıklar (°C)	400	400	400	1	1
	450	450	450	1	2
	500	500	500	1	3
	550	550	550	1	4
	600	600	600	1	5
	650	650	650	1	6
	675	675	675	1	7
	700	700	700	1	8
	725	725	725	1	9
	750	750	750	1	10
	Referans	Referans	Referans		11

Her bir numuneye türlerini ve tavlama sıcaklıklarını gösteren ve bu iki özelliklerinin birleşiminden oluşan adlar verilmiştir (Çizelge 3.9.).

**Çizelge 3.9.** Numune isimleri

	<b>Fossil (F)</b>	<b>Fossil+Induced (F+I)</b>	<b>Induced (I)</b>
<b>Not (N)</b>	F-N	F+I-N	I-N
<b>400</b>	F-400	F+I-400	I-400
<b>450</b>	F-450	F+I-450	I-450
<b>500</b>	F-500	F+I-500	I-500
<b>550</b>	F-550	F+I-550	I-550
<b>600</b>	F-600	F+I-600	I-600
<b>650</b>	F-650	F+I-650	I-650
<b>675</b>	F-675	F+I-675	I-675
<b>700</b>	F-700	F+I-700	I-700
<b>725</b>	F-725	F+I-725	I-725
<b>750</b>	F-750	F+I-750	I-750

Böylece, numuneler Şekil 3.18.'de gösterildiği gibi deney aşamalarına hazır hale getirilmiştir. Bundan sonra numuneler sırasıyla; tavlama, kalıplama, zımparalama, parlatma, kesme, asitleme, sayım, analiz aşamalarına tabi tutulmuşlardır.



**Şekil 3.18.** Kısımlandırma ve adlandırma sonrası numuneler

## **3.5.2. Deney aşamaları ve yapıları**

### **3.5.2.1. Tavlama aşaması**

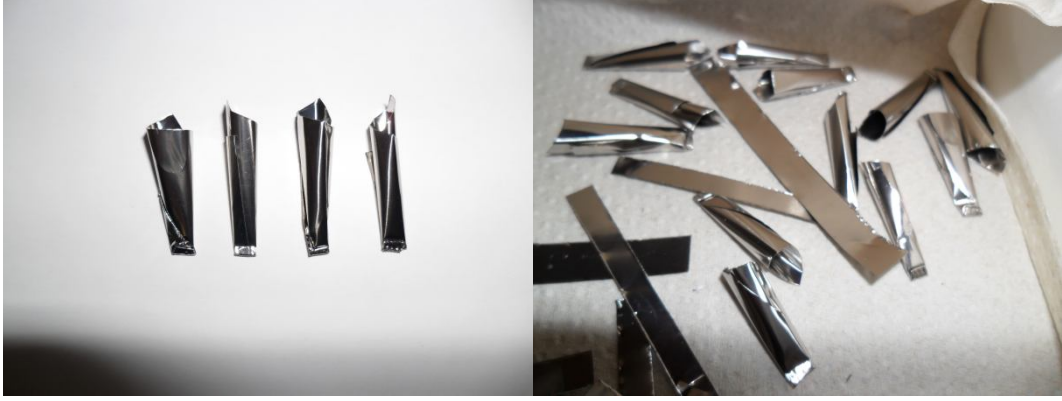
#### **3.5.2.1.1. Kullanılan araç ve gereçler**

1. 1200 °C'ye kadar ısıtma yapabilen fırın (Gero Typ SR 40-200/12) (Şekil 3.3.)
2. Isı Sensörü (Dostmann-Electronic Typ: 2717-000) (Şekil 3.7.)
3. Termometre (Dostmann-Electronic T900 Series v3.079) (Şekil 3.8.)
4. 800°C'ye kadar dayanıklı içinde numunelerin tavlanaacağı özel alaşımli folyo
5. Dostmann-Electronic tarafından üretilen De-Graph adlı yazılımı içeren bir bilgisayar
6. Kronometre

#### **3.5.2.1.2. Tavlama aşamasının yapılışı**

Bu aşamada, numuneler kararlaştırılmış sıcaklıklarda tavlama işlemine tabi tutulmuştur. Amaç, yüksek sıcaklıklarda izlerin silinmeye başlamasını gözlemlemek ve tavlınmamış veya daha düşük sıcaklıklarda tavlınmış titanit minerallerinin sahip olduğu izlerin sayısıyla kıyaslayarak iz yoğunluğundaki azalmayı tespit etmektir. Böylece, tavlama deneyinden elde edilecek sonuçlar kullanılarak, ısının titanit minerali üzerindeki etkisi gözlemlenecek ve daha önceki çalışmalarla karşılaştırılması yapılabilecektir.

Öncelikle sensörün ucuna yerleştirilmek üzere, folyodan küçük zarflar hazırlanmıştır ve bu zarfların, sensörün ucunda sabit durmasını sağlayan parçalar kesilmiştir (Şekil 3.19.). Sağlığa zarar verebileceğinden folyoyla işlemler yapılırken eldiven giyilmesine dikkat edilmiştir.



**Şekil 3.19.** Hazırlanan zarflar ve tutturma parçaları

Aynı derecelerde tavlanaacak olan titanit mineralleri, bu küçük zarfların içine dökülmüştür. Ağızları sıkıca kapatılarak deney sırasında dökülmeleri engellenmiştir (Şekil 3.20.).



**Şekil 3.20.** İçerisinde titanit minerali bulunan zarflar

Bu zarfların üzerine hangi örneğe ait oldukları yazılmıştır. Daha sonra, üçü de sensörün uç kısmına yerleştirilerek folyodan kesilen parçalarla sağlamlaştırılmışlardır (Şekil 3.21.).



**Şekil 3.21.** Sensörün ucuna yerleştirilen titanit minerali ile dolu zarflar

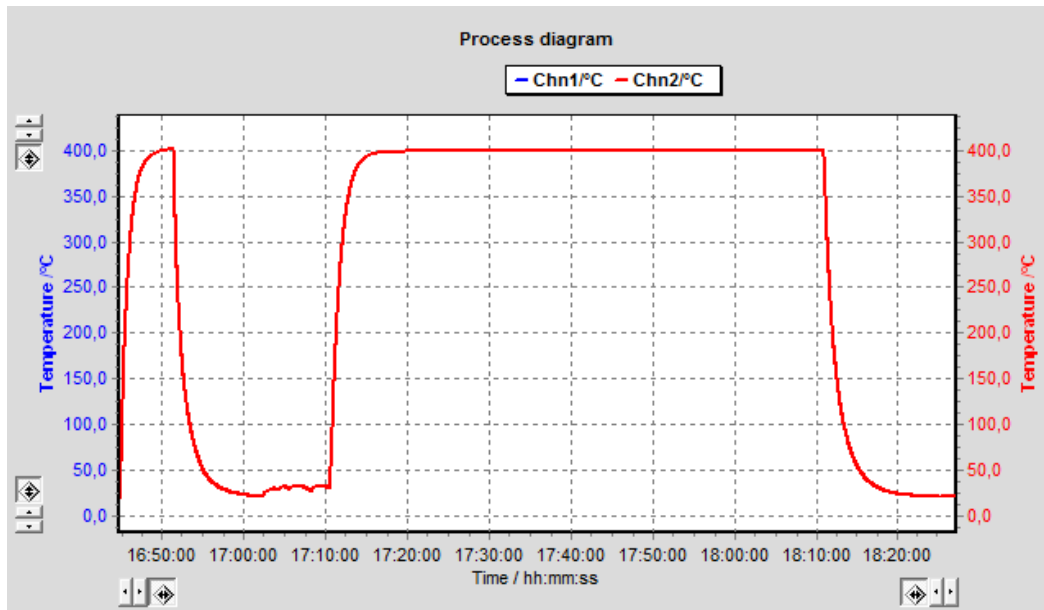
Bu işlemden sonra sensör, fırının tam ortasına gelecek şekilde yerleştirilerek kronometre başlatılmıştır ve 1 saatlik eş zamanlı tavlama deneyi yapılmıştır (Şekil 3.22.). Daha önce yapılan kalibrasyon deneylerinin sonuçları göz önüne alınarak sensörün ucundaki zarflar fırının tam orta noktasına yerleştirilmiştir. Önemli nokta olarak; bu deneyler, 1 saatlik eş zamanlı ve eş koşullu olarak gerçekleştirilmiştir. Üç farklı türde aynı sıcaklıklarda tavlama yapılacak numuneler, aynı anda tavlama işlemine tabi tutularak eşit koşullara sahip olması sağlanmıştır. Bu sonuçların güvenilirliği açısından oldukça önemlidir.



**Şekil 3.22.** Fırına yerleştirilen ucunda numuneler bulunan sensör

Bu işlem her 10 farklı sıcaklık için tekrarlanarak toplam 30 örneğin tavlama gerçekleştirilmiştir ve bu 10 farklı sıcaklık için grafikler elde edilmiştir. Ancak sadece 400°C’de tavlama yapılan numunelerin sıcaklık-zaman grafiği örnek olması için verilmiştir (Şekil 3.23.). Kalan 9 grafik de benzer şekildedir, sıcaklıklar ise Çizelge 3.8.’de verildiği gibidir. Elde edilen grafikler, 1 saat boyunca tavlama yapılan numunelerin maruz kaldığı sıcaklığın sabit bir değerde olup olmadığını göstermesi açısından önemlidir. Şekil 3.23.’deki grafik, 17.12-18.12 arasındaki 1 saatlik zaman diliminde numunelerin tavlama olduğunu göstermektedir. 16.46’da sensör fırına yerleştirilerek fırının istenilen sıcaklığa (400°C) ulaşmış ve ulaşmadığı kontrol edilmiştir. İstenilen sıcaklık elde edilince sensör çıkarılmış ve ucuna mineral dolu zarflar yerleştirilerek 1 saatlik tavlama deneyi başlatılmıştır.

Yine A. J. W. Gleadow'un 1977'deki makalesinde bahsettiği gibi, bu tavlama deneyleri sonucunda da titanit minerallerinde renk değişimi gözlenmiştir. Başlangıçta koyu kahverengi ile siyah arası bir renge sahip olan F ve F+I izlerin bulunduğu titanit minerallerinde tavlama sonrası, dereceye göre renklerinde koyu sarıya doğru bir açılma gözlenmiştir. Buna göre; düşük sıcaklıklarda tavlama yapılan titanit mineralleri daha koyu sarı, yüksek sıcaklıklarda tavlama yapılan titanit mineralleri ise sarıya yakın bir renge sahip olmuşlardır. Yapay izlere sahip titanit mineralleri ise daha önceden tavladıklarından dolayı sarı renklerinde herhangi bir değişim gözlenmemiştir.



Şekil 3.23. Numunelerin tavlama sırasındaki sıcaklık ve zaman grafiği

Tavlama işlemi sonrası gerçekleştirilen aşamalar sadece fizyon izlerini mikroskop altında gözlenebilir hale getirmeye yöneliktir. Böylece tavlama sonrasında, titanit minerallerindeki izlerde meydana gelen değişikliklere ait analizler yapılabilecektir.

### 3.5.2.2. Kalıplama aşaması

#### 3.5.2.2.1. Kullanılan araç ve gereçler

1. Kalıp kutuları (Şekil 3.24.)



2. Araldite 2020 (Reçine) ve Araldite 2020B (Sertleştirici) - (Epoksi için gerekli sıvılar) (Şekil 3.25.)
3. Vakum ve kalıplama makinası (Struers CitoVac Typ: 05926219) (Şekil 3.26.)
4. Enjektör
5. Kalıpların donması için içerisinde bekletilen fırın (Memmert) (Şekil 3.30.)

#### 3.5.2.2.2. Kalıplama aşamasının yapılışı

Bu aşamada, tavlandıktan sonra zarflarından çıkarılan ve tüplere konan numuneler, mikroskop altında incelenebilir hale gelmesi için epoksi içerisinde kalıplanmıştır.

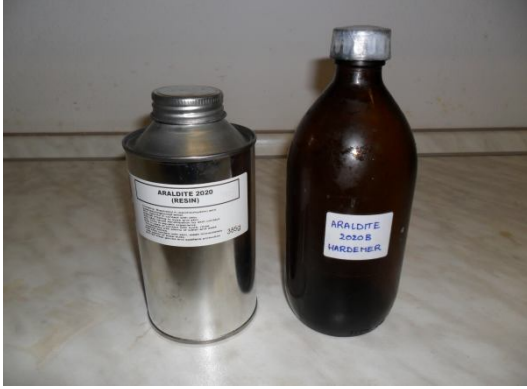
Öncelikle, titanit mineralleri kalıp kutularına yerleştirilmiştir. Kullanılan kalıp kutuları silindirik ve tabanları oldukça düzdür (Şekil 3.24.). Tam ortalarına yine silindir şeklinde yaklaşık 0,4 cm yarıçapında bir boru yerleştirilerek, bu boru yardımıyla titanit mineralinin tanecikleri, birbirine olabildiğince dokunmayacak ve düz duracak şekilde yavaş ve dikkatli bir şekilde dökülmüştür. Ayrıca, dökme sonrasında mikroskop altında taneciklerin pozisyonları olabildiğince düzenlenmeye çalışılmıştır. Bu, her 33 numune için tekrarlanmıştır.

Titanit mineralleri kaplara dökülmeden önce; kapların üzerine, minerallerin türünü ve hangi sıcaklıkta tavlandıklarını belirten adlarının yazılı olduğu etiketler yapıştırılmıştır.



Şekil 3.24. Kalıp kutuları

Daha sonra epoksi sıvısı, reçine ve sertleştirici kullanılarak hazırlanmıştır (Şekil 3.25.). Sıvının hazırlanmasında, sıvıların birleşim oranları epoksinin sağlamlığı açısından önemlidir. Önerilen oran 100 ml reçineye karşılık 35 ml sertleştirici sıvısıdır. Her numune için yaklaşık 5 ml karışım gerekeceği düşünülürse, 33 numune için toplamda 202,5 ml karışım hazırlanmıştır. Biraz fazla olmasındaki amaç, kalıplardaki numuneler üzerine karışım, vakum cihazı içerisinde dökülürken hortumda hala yeterince sıvı olması ve hava kabarcıklarının kalıplara dolmasını engellemektir. Aksi halde, her ne kadar dolum sırasında hava vakum cihazı kullanılsa da kabarcıklar epoksi içerisinde donabilir ve bu da fizyon izlerinin incelenmesi sırasında problemlere yol açabilir. Dolayısıyla bu önlem, riskin ortadan kalkması için gereklidir.



**Şekil 3.25.** Reçine ve sertleştirici sıvıları

Enjektörle kaplarından belirlenen oranlarda alınan reçine ve sertleştirici karışımı akışkanlıklarının artması amacıyla yaklaşık 5 dakika fırında bekletilmişlerdir. Ardından içerisinde bulunması muhtemel hava kabarcıklarının alınması için vakum cihazında (Şekil 3.26.) bulunan Method-A modu kullanılarak 0,20 Bar basınç altında 10 dakika boyunca vakuma tabi tutulmuşlardır. Daha sonra, çıkarılıp bir bardak içerisinde 2 dakika boyunca karıştırılarak epoksi için gereken sıvı karışımı hazırlanmıştır. Ardından, oluşmuş yeni kabarcıkların maksimum düzeyde alınması için aynı şartlarda vakuma tabi tutulmuşlardır. Artık, bu aşamadan sonra sıvı, kalıplama işlemine hazırdır.



**Şekil 3.26.** Vakum ve kalıplamanın içerisinde yapıldığı CitoVac cihazı

Vakumlama işlemi sırasında unutulmaması gereken ayrıntı, sıvı nakil hortumunun cihaza bağlı olmasıdır. Aynı zamanda çevirme kolu yardımıyla sıkı bir şekilde kısırılıp iç ortamla dış ortamın bağlantısı kesilmelidir. Aksi halde hava kabarcıklarının tahliyesi mümkün olmayacaktır (Şekil 3.27.).



**Şekil 3.27.** Sıvı nakil hortumu ve sıkıştırma kolu

Titanit mineralleriyle dolu kalıp kutuları, maksimum 8 tane alabilen vakum cihazına yerleştirilmiştir (Şekil 3.28.). Ardından sıvı dolu bardak, yukarıdaki şekilde görüldüğü üzere cihazda kendisine ait yere konulmuştur. Sıvı dolumu sırasında vakum cihazında bulunan Method-B modu kullanılmış olup, dolular 0,40 Bar basınç altında gerçekleştirilmiştir.



**Şekil 3.28.** CitoVac cihazına yerleştirilen kalıp kutuları

Cihaz bu şartlarda çalışırken, sıkıştırma kolu hafifletilerek sıvı nakil borusundan titanit minerali dolu kaplara sıvı akıtılmaya başlanmıştır. Bu işlem sırasında, mineral dolu kaplara; sıvı, çok düşük hızda, damlalar halinde ve kenardan damlatılmak koşuluyla akıtılmıştır. Böylelikle, yeni hava kabarcıklarının oluşması engellenmiş, kenardan damlatılmasıyla da var olan havanın da süpürülme yoluyla tahliyesine çalışılmıştır. Bu işlem, sıvının, kabın yarısını doldurmasına kadar devam ettirilmiştir (Şekil 3.29.).



**Şekil 3.29.** Kalıp kutularına epoksi akıtılması

Bir kap dolduktan sonra diğer kaba geçiş, cihaz altındaki tekerin döndürülmesiyle gerçekleştirilmiştir. Cihaz içerisindeki tüm kalıp kutularının dolumu sonrasında, içlerindeki muhtemel hava kabarcıklarının atılmasını sağlamak amacıyla fazladan 10'ar dakika cihaz içerisinde vakuma tabi tutulmuşlardır.

Bu süreç, 33 örneğin de epoksiye gömülmesi için tekrarlanmıştır. Dolum işleminin tamamlanmasının ardından kalıp kutuları, epoksi sıvısının donmasını

beklemek üzere 35°C'deki fırına konulmuştur (Şekil 3.30.). Burada, 2 gün bekletilmiş ve ardından kutularından çıkarılarak zımparalama işlemine hazır hale getirilmiştir.



**Şekil 3.30.** Kalıpların içerisinde dondurulduğu fırın (Memmert)

İki günün sonrasında kalıplar kutularından çıkarılmıştır (Şekil 3.31.). Kapların üzerine yapıştırılan etiketlerde yazılı adlar, kalıpların ters taraflarına kazınmıştır. Artık, numuneler zımparalama işlemine tabi tutulmaya hazırdır.



**Şekil 3.31.** Kaplarından çıkarılan kalıplar

### **3.5.2.3. Zımparalama aşaması**

#### **3.5.2.3.1. Kullanılan araç ve gereçler**

1. P#320 Zımparalama kâğıdı (Şekil 3.32.)
2. P#1200 Zımparalama kâğıdı (Şekil 3.35.)
3. Mikroskop (Olympus SZ61) (Şekil 3.36.)

4. Demir levha (Şekil 3.33.)
5. Saf su (Şekil 3.35.)

### 3.5.2.3.2. Zımparalama aşamasının yapılışı

Deneyin bu aşaması iki adımdan oluşmaktadır.

Birinci adımda kutularından çıkarılan kalıpların kenarları, P#320 zımpara kâğıdıyla (Şekil 3.32.) zımparalanarak oval hale getirilir.



Şekil 3.32. P#320 zımpara kâğıdı

Öncelikle P#320 zımpara kâğıdından uzunca bir parça kesilir. Demir bir levhaya sarılarak sol elde sabit tutulan kalıbın kenarlarına yavaş ve etkili şekilde yukarıdan aşağıya doğru zımpara edilir (Şekil 3.33.).



Şekil 3.33. Demir levhaya sarılmış zımpara kâğıdıyla kalıp kenarlarının zımparalanması

Böylece, kalıpların kenarlarındaki keskinlik alınmış olur (Şekil 3.34.). Donan epoksi bu kısımlarda oldukça keskindir. Amaç, hem zımparalama aşamasının 2. adımı, hem de parlatma aşamasında kullanılan zımpara kâğıtlarının yırtılarak zarar görmesini engellemektir.



**Şekil 3.34.** Kenarları zımpara edilmiş numuneler

Zımparalama aşamasının ikinci adımında, kalıplar üzerindeki mineral taneciklerine P#1200 zımpara kâğıdı (Şekil 3.35.) yoluyla ulaşılmaya çalışılmıştır. Kutularından yeni çıkarılan kalıplarda bulunan titanit minerali tanecikleri, yüzeye yakın olmalarına rağmen üzerlerinde ince bir tabaka epoksi donmuştur. Bu epoksinin alınması, parlatma aşamasının sağlıklı bir biçimde gerçekleşmesi açısından önemlidir. Aksi halde parlatma aşamasında kullanılan zımpara kâğıtları bu epoksi tabakasını geçemeyecek; titanit minerallerinin parlatılması ve izlerin gözlenmesi mümkün olmayacaktır.



**Şekil 3.35.** P#1200 zımpara kâğıdı ve saf su

İkinci adımın yapılması şu şekildedir, zımpara kâğıdının üzerinde bir noktaya 1 - 2 damla saf su damlatılmıştır. Kalıp, damlanın üzerine konularak yaklaşık 50 - 60 defa daire hareketi yapacak şekilde aşırı basınç uygulamaksızın döndürülmüştür. Kâğıdın kurumaya halinde su takviyesi yapılmıştır.

Kalıbın kâğıt üzerinde döndürülmesi sırasında, ilk 25 saniyede titanit minerallerinin üzerindeki epoksi alınmış ve minerallere ulaşılmış olur. Kalan 25-35 saniyede ise titanit mineralinin taneciklerinin hacimsel olarak yarısına ulaşılmaya çalışılmıştır. Böylece, her bir mineralin incelenabilir yüzeyi arttırılmış olur. Titanit minerallerinin zımparalanması sırasında çok dikkatli hareket edilmiş, aşırıya kaçmanın mineral kaybına sebep olabileceği riski göz önünde bulundurulmuştur. Her 5 saniyede bir kalıp, mikroskop (Şekil 3.36.) altında incelenerek minerallerin, olabildiğince temas yüzeylerinin artıp artmadığı kontrol edilmiştir.



**Şekil 3.36.** Olympus SZ61 marka mikroskop

Yeterli yüzeye ulaşılmaya şu şekilde karar verilmiştir: Kalıp üzerinde, titanit minerallerinin yüzeylerine ulaşılmışının ardından mikroskop altında incelenen mineral taneciklerinin zımparalanan yüzeyleri verilen ışıktan dolayı oldukça parlak, kalan kısımları ise epoksinin şeffaf olmasından dolayı karanlık olarak gözlemlenebilmektedir. Parlak kısım, karanlık kısma göre eşitse veya karanlık kısım artık gözlenebilir değilse zımparalama işleminin yeterli olduğuna karar verilmektedir.

Bu adım, her 33 numune için uygulanmış ve numuneler parlatma aşamasına hazır hale getirilmişlerdir.



### 3.5.2.4. Parlatma aşaması

#### 3.5.2.4.1. Kullanılan araç ve gereçler

1. Parlatma cihazı (Struers RotoPol-35, Struers PDM-Force-20) (Şekil 3.37.)
2. P#2400 Parlatma kâğıdı (Şekil 3.39.)
3. 1 µm Parlatma kâğıdı (Şekil 3.44.)
4. 3 µm Parlatma kâğıdı (Şekil 3.43.)
5. 6 µm Parlatma kâğıdı (Şekil 3.41.)
6. OPS Parlatma kâğıdı (Şekil 3.45.)
7. Saf Su (Şekil 3.39.)
8. 1 µm Parlatma sıvısı (Struers-Diamond Suspension) (Şekil 3.44.)
9. 3 µm Parlatma sıvısı (Struers-Diamond Suspension) (Şekil 3.43.)
10. 6 µm Parlatma sıvısı (Struers-Diamond Suspension) (Şekil 3.41.)
11. OPS Parlatma sıvısı (Struers-Diamond Suspension) (Şekil 3.45.)
12. Ethanol
13. Sonar temizleme cihazı (Bioblock-Scientific/Leo Ultrasonic Cleaner-Model: Leo-80) (Şekil 3.38.)
14. Mikroskop (Zeiss Axio Imager 1Am) (Şekil 3.42.)
15. Kronometre (Şekil 3.54.)

#### 3.5.2.4.2. Parlatma aşamasının yapılışı

Bu aşamayla, zımparalama sonrası oluşan mineral yüzeylerindeki pürüzler giderilmeye çalışılmıştır. Böylece, pürüz ve mineralin sahip olduğu kusur sayısı minimize edilmiş; asitleme sonrası görünecek izlerle, pürüz ve kusurların karıştırılmasının önüne geçilmeye çalışılmıştır.

Bu aşamada kullanılan parlatma cihazı (Şekil 3.37.), zımpara yüzeylerinin yerleştirildiği mıknatıslı bölüm ve maksimum 8 örneğin yerleştirilebildiği bölüm olmak üzere 2 ana kısımdan oluşmaktadır. Her ikisi de döndürme yapabilme yeteneğine sahiptir.



**Şekil 3.37.** Parlatma cihazı

Bu aşama beş adımdan oluşmaktadır. Her bir adım sırasıyla uygulanarak mineral yüzeyleri, mümkün olduğunca pürüzlerinden arındırılmışlardır. Her adımdan sonra numuneler sonar temizleme cihazında (Şekil 3.38.) 10 dakika boyunca temizlenmiştir. Amaç, zımparalanan epoksinin veya epoksiden kurtulan mineral taneciklerinin numune yüzeyinde kalmasını engellemek, dolayısıyla bir sonraki adımda mevcut minerallere zarar vermesini önlemektir. Aksi halde, mevcut titanit mineralleri, bu yabancı maddelerden dolayı epoksiden kurtulabilir veya çizilmesi suretiyle gözlenemez hale gelebilir. Cihaz aracılığıyla temizlenen numuneler, ardından etanol ile temizlenmişlerdir. Ayrıca, parlatma paletleri de etanol ile yıkanarak, aynı şekilde yabancı maddelerden bu yolla arındırılmış olurlar. Temizlik işlemi her adımdan sonra tekrarlanmıştır.



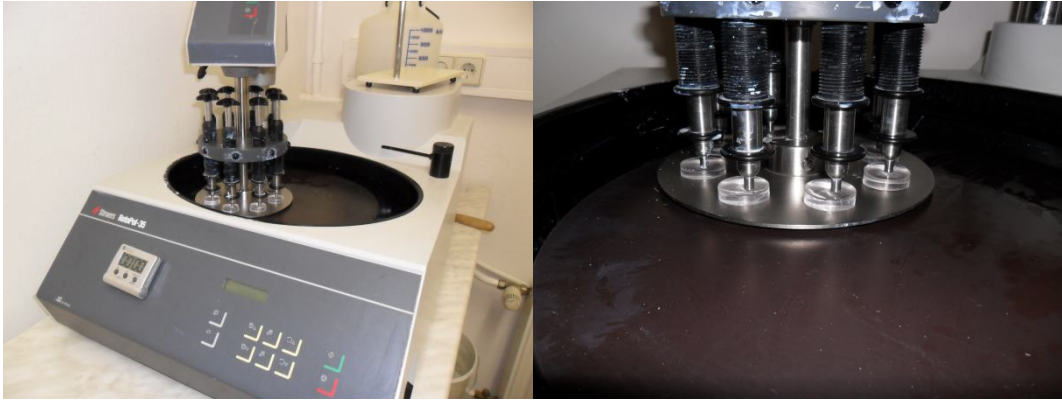
**Şekil 3.38.** Ultrasonik temizleme cihazı

Parlatmanın ilk adımında, P#2400 parlatma kâğıdı ve saf su (Şekil 3.39.) kullanılmıştır. Zımpara kâğıdı, metal bir daireye yapıştırılarak cihaza yerleştirilmiştir. Ardından numuneler, yerlerine yerleştirilerek parlatma gerçekleştirilmiştir.



**Şekil 3.39.** P#2400 parlatma kâğıdı ve saf su

Numunelerin cihaza yerleştirilmesi ve parlatılmaya başlanması şu şekilde olur; Öncelikle parlatma kâğıdı cihaza yerleştirilir, ardından alt kısım döndürülerek üzerine o adımda kullanılacak sıvı dökülür. Sıvı, parmak yardımıyla tüm yüzeye yayıldıktan sonra haznelerin bulunduğu kısımda da döndürme başlatılır. Bu kısım, paletin kenarına gelecek şekilde konumlandırılır. Numuneler, haznelere yerleştirildikten sonra kolların üzerinde bulunan kilit sistemiyle sağlamlaştırılır. Parlatma işlemi bu şekilde başlatılmış olur (Şekil 3.40.). Ayrıca bu hazırlık aşaması tüm adımlar için aynıdır.



**Şekil 3.40.** Numunelerin cihaz üzerinde parlatılmaya hazırlanması

Birinci adımda cihaz, “Mode: Water Off-80 RPM” modunda çalıştırılmıştır. Su el kullanılarak ekleneceğinden dolayı otomatik mod kapalı tutulmuştur. Numuneler, kronometre aracılığıyla 5 dakika boyunca parlatılmaya tabi tutulmuşlardır. Zımpara kâğıdı, kayganlığı arttırmak ve sürtünmeyi azaltmak için daima saf su ile ıslak

tutulmuştur. Bu adımın tamamlanmasının ardından yukarıda bahsedilen temizlik işlemi gerçekleştirilmiştir.

İkinci adımda 6 µm parlatma kâğıdı ve 6 µm parlatma sıvısı (Şekil 3.41.) kullanılmıştır. Bu adımda cihaz, “Mode: Water Off-100 RPM” modunda çalıştırılmıştır. Sıvı, el kullanılarak ekleneceğinden dolayı otomatik mod kapalı tutulmuştur. Ayrıca, bundan sonraki 3 adımda da aynı mod kullanılacaktır. Numuneler, 1 saatlik zaman dilimlerinde parlatılmaya ve ardından yukarıda bahsedilen temizlik işlemine tabi tutulmuşlardır. Aşağıdaki çizelgede (Çizelge 3.10.) numunelerin hangi adımda kaç dakika parlatma işlemine tabi tutuldukları gösterilmiştir.



**Şekil 3.41.** 6 µm parlatma kâğıdı ve 6 µm parlatma sıvısı

Bu ve sonraki iki adımda da el kullanarak sıvı dökme işlemi şu şekilde gerçekleştirilmiştir: Öncelikle sıvı kutusu iyice çalkalanır ve sıvı, dönen paletin üzerine tamamını ıslatacak şekilde dökülür. Ardından parlatma işlemi başlatılır. Bir süre sonra palete dokunulduğunda, parmağın ucu ışıktaki hafifçe parlıyorsa dökülen sıvı yeterlidir. Kuruması halinde aşırıya kaçmaksızın 2-3 damla tekrar damlatılır ve yukarıda bahsedilen kontrol işlemi gerçekleştirilir. Bu, parlatma sona erene kadar devam ettirilir. Anlatılan sıvı dökme işlemi sonraki iki adım için de geçerlidir.

Kullanılan zımpara kâğıdında yapılan parlatma işleminin yeterli olup olmadığına şu şekilde karar verilir: Zımparalamadan sonra numune, mikroskop (Şekil 3.42.) altında yüksek bir zoom seçeneğinde incelenir. İlk adımdan kalma pürüzlerde ve mineralin sahip olduğu kusurlarda bir azalma, epoksi ile mineral arasındaki boşlukta yeterli inceleşme gözleniyorsa; numune bir sonraki adıma hazır demektir. Elbette ki bu adımda tüm pürüzlerin, kusurların ve kenar boşluklarının gitmesi beklenmemelidir. Sonraki adımlar, hepsini olmasa dahi tamamına yakınına götürmeye yöneliktir. İnceleme işlemi

sonraki adımlarda da aynı şekildedir. Amaç, titanit mineralini, epoksi ile yüzey açısından eşit seviyeye getirip, mineral yüzeyini en iyi şekilde incelenebilir hale getirmektir.



**Şekil 3.42.** Zeiss Axio Imager 1Am marka mikroskop

Üçüncü adımda 3  $\mu\text{m}$  parlatma kâğıdı ve 3  $\mu\text{m}$  parlatma sıvısı (Şekil 3.43.) kullanılmıştır. Numuneler farklı zaman dilimlerinde parlatılmaya tabi tutulmuşlardır. Zımparalama sırasında yukarıda bahsedilen sıvı dökme, inceleme ve temizlik işlemleri bu adım için de uygulanmıştır ve cihazda, 2. adımdaki mod kullanılmıştır.



**Şekil 3.43.** 3  $\mu\text{m}$  parlatma kâğıdı ve 3  $\mu\text{m}$  parlatma sıvısı

Dördüncü adımda 1  $\mu\text{m}$  parlatma kâğıdı ve 1  $\mu\text{m}$  parlatma sıvısı (Şekil 3.44.) kullanılmıştır. Numuneler 20 dakikalık zaman dilimlerinde parlatılmaya tabi tutulmuşlardır. Zımparalama sırasında yukarıda bahsedilen sıvı dökme, inceleme ve temizlik işlemleri bu adım için de uygulanmıştır ve cihazda, 2. adımdaki mod kullanılmıştır.



**Şekil 3.44.** 1 µm parlatma kâğıdı ve 1 µm parlatma sıvısı

Beşinci adımda OPS parlatma kâğıdı ve OPS parlatma sıvısı (Şekil 3.45.) kullanılmıştır. Numuneler 10 dakikalık zaman dilimlerinde parlatılmaya tabi tutulmuşlardır. Bu adımda sıvı dökülmesi diğer adımlara göre biraz farklıdır. Parlatma paleti cihaza yerleştirildikten sonra, alt kısım döndürülür. Üzerine saf su dökülerek kadifeye benzer yapıdaki palet iyice ıslatılır. Ardından OPS sıvısı dökülür ve numuneler yerleştirilerek işlem başlatılır. 10 dakikalık süreçte yine gerektiği zaman saf su ve sıvı takviyesi yapılır. Zımparalama sırasında yukarıda bahsedilen inceleme ve temizlik işlemleri bu adım için de uygulanmıştır ve cihazda, 2. adımdaki mod kullanılmıştır.



**Şekil 3.45.** OPS parlatma kâğıdı ve OPS parlatma sıvısı

Aşağıdaki çizelgede numunelerin hangi adımda ne kadar süre parlatıldığı gösterilmiştir.

**Çizelge 3.10.** Parlatma adımlarında numunelerin parlatılma süreleri

Süre Numune	P#2400 (dk)	6 µm (dk)	3 µm (dk)	1 µm (dk)	OPS (dk)
F-N	5	60	60	20	10
F-400	5	60	80	20	10
F-450	5	60	110	20	10
F-500	5	60	90	20	10
F-550	5	60	60	20	10
F-600	5	60	70	20	10
F-650	5	60	60	20	10
F-675	5	60	80	20	10
F-700	5	60	60	20	10
F-725	5	60	60	20	10
F-750	5	60	60	20	10
F+I-N	5	60	60	20	10
F+I-400	5	60	60	20	10
F+I-450	5	60	60	20	10
F+I-500	5	60	70	20	10
F+I-550	5	60	140	20	10
F+I-600	5	60	130	20	10
F+I-650	5	60	210	20	10
F+I-675	5	60	70	20	10
F+I-700	5	60	70	20	10
F+I-725	5	60	60	20	10
F+I-750	5	60	60	20	10
I-N	5	60	60	20	10
I-400	5	60	60	20	10
I-450	5	60	90	20	10
I-500	5	60	60	20	10
I-550	5	60	160	20	10
I-600	5	60	130	20	10
I-650	5	60	110	20	10
I-675	5	60	150	20	10
I-700	5	60	110	20	10
I-725	5	60	60	20	10
I-750	5	60	60	20	10

Artık numuneler bir sonraki işlem olan kesme aşamasına hazırdır.

### 3.5.2.5. Kesme aşaması

#### 3.5.2.5.1. Kullanılan araç ve gereçler

1. Kesme cihazı (Struers Accutom-50) (Şekil 3.46.)
2. Kesme zımparası (EOD15) (Şekil 3.46.)
3. Cihaza ait demir levha
4. İki tarafı yapışkanlı bant
5. Misina benzeri ip

#### 3.5.2.5.2. Kesme aşamasının yapılışı

Bu aşamada numuneler yaklaşık 2,65 mm kalınlığında kesileceklerdir. Kesim işleminin amacı: Kalıplanmış numuneler oldukça kalın olmakla beraber arka tarafları düz değildir. Bu da yüzeyle temaslarında eğimli durmalarına ve mikroskop altında incelenmeleri sırasında sorunlara yol açmaktadır. Kesimle beraber kalıplar hem daha düz bir yüzeye sahip; hem fazla olan hacim ve ağırlıklarından kurtulmuş, hem de asit ile yıkama sırasında daha rahat bir hareket kabiliyetine sahip olurlar.

Kullanılan kesme cihazının (Şekil 3.46.), kesim işleminden önce yapılması gereken ayarları aşağıdaki gibidir.

- **Speed:** 3000 RPM
- **Rotation:** Off
- **Water:** On
- **Thickness:** 2,650 mm
- **Feed Speed:** %100
- **Pre-Set Feed Speed:** 0,050 mm/s
- **Actual Feed Speed:** 0,050 mm/s





**Şekil 3.46.** Struers Accutom-50 marka kesme cihazı ve kesim zımparası

Kesim işlemine başlamadan önce, her örneğin arka tarafına kazınmış olan numune adları bu kez, çok daha küçük puntolarla ön tarafta mineral olmayan bir kenara kazınmıştır. Çünkü, kesim işlemi sırasında, 3 kalıp aynı anda kesileceğinden numunelerin karışmaması için bu işlem gereklidir.

Yukarıdaki cihaz ayarlamaları yapıldıktan sonra, cihaza ait demir levha alınarak üzerine iki tarafı yapışkanlı güçlü bir bant yapıştırılmıştır. Bu bandın üzerine de üç tane kalıp; bir üçgenin köşeleri şeklinde ve birbirlerine temas edecek halde yapıştırılmışlardır. Demir levha küçük olmasından dolayı aynı anda, ancak 3 tane yapıştırılabilmektedir. Demir levha cihaza monte edilerek kesim işlemi başlatılmıştır.

Yaklaşık 15 dakikalık kesim işleminin ardından, demir levha yerinden sökülerek üzerindeki numuneler yapışkan banttandır, altından ip geçirilerek çıkarılmıştır. Aksi halde direk çıkarmak, titanit minerallerinin yapışkan bant üzerinde kalmasına ve bu da mineral kaybına sebep olabilir.

Kesilen kalıpların arka taraflarına numune adları, daha büyük puntolarla ve net bir biçimde tekrar kazınmıştır. Anlatılan bu işlemlerin tamamı 33 numune için tekrarlanmıştır. Kesilen numuneler (Şekil 3.47.) sonar temizleme cihazı ve etanol ile tekrar temizlenerek asit ile yıkama aşamasına hazır hale getirilmişlerdir.



**Şekil 3.47.** Kesim sonrası numuneler

### 3.5.2.6. Asitleme aşaması

#### 3.5.2.6.1. Kullanılan araç ve gereçler

1. Güvenlik malzemeleri (Gözlük, önlük, eldiven) (Şekil 3.48.)
2. 1 l 1HF:2HNO<sub>3</sub>:3HCl:4H<sub>2</sub>O karışımı (Şekil 3.49.)
3. Manyetik çalkalayıcı (Fisherbrand Agitateur Magnetique 6 postes-Model: 10513) (Şekil 3.52.)
4. Silindirik mıknatıs (Şekil 3.53.)
5. Plastik numune kabı (4 adet) ve ekstra karışım şişesi
6. Saf su
7. Kronometre (Şekil 3.54.)
8. Plastik maşa
9. Esnek lastik şerit
10. Kürdan
11. Yeteri kadar kâğıt mendil

#### 3.5.2.6.2. Asitleme aşamasının yapılışı

Bu aşamanın yapımı sırasında gerekli güvenlik önlemleri mutlaka alınmalıdır. Aşama, iki kişiyle yapılmalı ve güvenlik gözlüğü, önlüğü ve eldivenleri (Şekil 3.48.) muhakkak giyilmelidir. Çünkü, asit karışımı oldukça tehlikeli, bir damlası bile şoka uğratabilecek kadar risklidir. Bundan dolayı, bu aşamada son derece dikkatli olunmuş, gerekli güvenlik tedbirleri alınmıştır.



Şekil 3.48. Güvenlik gözlüğü, önlüğü ve eldiveni

Bu aşamayla titanit minerallerindeki izler mikroskop altında gözlenebilir hale geleceklerdir. Kullanılan  $1\text{HF}:2\text{HNO}_3:3\text{HCl}:4\text{H}_2\text{O}$  asit karışımı (Şekil 3.49.), fizyondan dolayı oluşan izlere dolarak kristal yapısındaki molekülleri hareket ettirir. Böylece izlerde,  $\mu\text{m}$  cinsinden bir büyüme gerçekleşir. Bu da, izi mikroskop altında incelenebilir hale getirir.



**Şekil 3.49.**  $1\text{HF}:2\text{HNO}_3:3\text{HCl}:4\text{H}_2\text{O}$  asit karışımı

Aşamaya başlamadan önce numunelerin ne kadar süre asitleneceğine karar verilmiştir. A. J. W. Gleadow'un 1977'deki makalesi referans alınarak, numune türlerine göre asitleme süreleri ve asit karışımı belirlenmiştir. Aşağıdaki çizelgede (Çizelge 3.11.) numune türlerine karşılık asitleme süreleri verilmiştir.

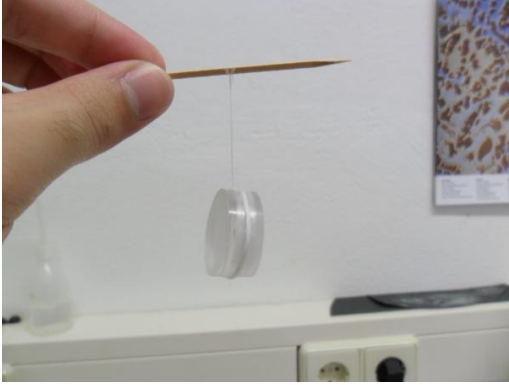
**Çizelge 3.11.** Numune türlerine karşılık asitlenme süreleri

Numune No	Süre (dk)	Numune No	Süre (dk)	Numune No	Süre (dk)
F-N	6	F+I-N	6	I-N	25
F-400	7	F+I-400	7	I-400	25
F-450	8	F+I-450	8	I-450	25
F-500	9	F+I-500	9	I-500	25
F-550	11	F+I-550	11	I-550	25
F-600	15	F+I-600	15	I-600	25
F-650	20	F+I-650	20	I-650	25
F-675	25	F+I-675	25	I-675	25
F-700	25	F+I-700	25	I-700	25
F-725	25	F+I-725	25	I-725	25
F-750	25	F+I-750	25	I-750	25

Makale esas alınarak; I izlere sahip numuneler, çizelgede de görüldüğü gibi aynı sürelerde asitlenmişlerdir. F ve F+I izlere sahip numuneler ise yine çizelgeden görüleceği gibi aynı sıcaklıklarda tavllanmış olanlar aynı sürelerde asitlenmişlerdir. Dolayısıyla numuneler, bu hususlar göz önünde bulundurularak hazırlanmışlardır. Böylelikle F ve F+I izlere sahip numunelerden aynı sıcaklıklarda tavllanmış olanları beraber hazırlanarak eşit koşullarda asitlenmeleri sağlanmıştır. I izlere sahip olanlar ise kendi aralarında hazırlanarak asitleme işlemine tabi tutulmuşlardır. Buna göre,

F-N ↔ F+I-N	F-725 ↔ F+I-725
F-400 ↔ F+I-400	F-750 ↔ F+I-750
F-450 ↔ F+I-450	I-N ↔ I-400
F-500 ↔ F+I-500	I-450 ↔ I-500
F-550 ↔ F+I-550	I-550 ↔ I-600
F-600 ↔ F+I-600	I-650 ↔ I-675
F-650 ↔ F+I-650	I-700 ↔ I-725
F-675 ↔ F+I-675	I-750
F-700 ↔ F+I-700	

olacak şekilde birbirlerine lastik şerit aracılığıyla tutturulmuşlardır. Bunun için esnek, lastik şeritten ince bir parça kesilmiştir. Ardından, yukarıda belirtilen şekilde seçilen iki numune alınarak, bunların mineral olan yüzeyleri dışa bakacak şekilde sırt kısımları birbirine değdirilerek tam ortadan şeritle tutturulmuşlardır. Şerit, esnek olmasından dolayı sarım sırasında yeterli miktarda gerilerek iki numune sağlamlaştırılmış, şeridin kalan kısmı da bir kürdana tutturulmuştur (Şekil 3.50.).



**Şekil 3.50.** Lastik şeritle birbirine ve kürdana tutturulmuş numuneler

Bu hazırlık aşamasının amacı şöyle açıklanabilir: Daha önce de belirtildiği gibi asitlemede kullanılan asit oldukça tehlikelidir. Bunun yanında asitlenme süreleri de uzun olmakla beraber, bu süre boyunca birleştirilmiş numuneleri maşa yardımıyla tutmak hem riskli hem de yorucudur. Dolayısıyla, birleştirilen numuneler hem eşit koşullarda asitlenecektir ki bu sonuçlar için önemlidir; hem de risk alınmaksızın kürdan sayesinde numuneler, kap içerisinde zahmetsiz bir şekilde tutulmuş olacaktır (Şekil 3.51.).



**Şekil 3.51.** Kap içerisinde numunelerin konumu

Numunelerin asitlemeye hazırlanmasının ardından, asit ve manyetik çalkalayıcı (Şekil 3.52.) da işleme hazır hale getirilmiştir. 100 ml'lik plastik numune kabına yaklaşık 80 ml asit aktarılmıştır. Asit dolu kap, manyetik çalkalayıcının üzerine yerleştirilerek; içerisine küçük, silindirik mıknatıs (Şekil 3.53.) konulmuştur. Cihazın hemen yanına, saf su dolu 150 ml'lik iki numune kabı eklenmiştir. Ayrıca ucu lastik, esnek şeritle kaplanmış plastik maşa, kronometre (Şekil 3.54.) ve yeteri kadar kâğıt mendil de cihazın yanına konularak deney düzeneği hazırlanmıştır.



**Şekil 3.52.** Manyetik çalkalayıcı ve deney düzeneği



**Şekil 3.53.** Küçük silindirik mıknatıs



**Şekil 3.54.** Kronometre

Deney düzeneği Şekil 3.52.'deki gibi hazırlandıktan sonra manyetik çalkalayıcı 1 No'lu çalışma modunda çalıştırılır. Bu sırada silindirik mıknatıs dönmeye başlamış olur. Yukarıda anlatılan biçimde hazırlanan numuneler, maşa yardımıyla kürdan kısmı kabın üzerinde duracak şekilde aside daldırılır ve hemen kronometre başlatılır. Asit karışımı içerisinde dönen mıknatıs, karıştırma yoluyla karışımın izlere daha etkili biçimde nüfuz etmesini sağlar.

Yukarıdaki çizelgede belirlenen sürelerde numuneler asitlendikten sonra, önce birinci saf su kabında bir müddet bekletilir, üzerindeki asidin suya karışması sağlanır. Daha sonra, ikinci saf su kabına konularak diğer numunelerin de asitlenmesinin bitimine kadar orada bekletilir. Böylece izlerin veya kusurların içerisine dolmuş olan asidin, tamamen suya karışması sağlanır. Bu, numunelerin tamamen asitten arındırılması adına önemlidir.

Her 5 çift örneğin asitlenmesinin ardından yeni asit kullanılmaya özen gösterilmiştir. Kullanılmış asit, ekstra karışım şişesinde muhafaza edilmiştir. Tüm numunelerin asitlenmesinin ardından, güvenlik önlemleri dâhilinde; plastik maşa, silindirik mıknatıs ve numune kapları da su ile yıkanarak temizlenmişlerdir. Ayrıca, tüm numunelerin yanı sıra asitle temas etmiş deney malzemeleri de sonar temizleme cihazında temizlenerek ardından etanol ile yıkanmış ve kâğıt mendillerle kurulanmışlardır.

Artık numuneler (Şekil 3.55.), izlerinin sayılması için sayım aşamasına hazırdırlar.



**Şekil 3.55.** Asitleme sonrası numuneler

### **3.5.2.7. Sayım aşaması**

#### **3.5.2.7.1. Kullanılan araç ve gereçler**

1. Mikroskop (Zeiss Axio Imager 1Am) (Şekil 3.56.)
2. Sayaç (Şekil 3.57.)

### 3.5.2.7.2. Sayma aşamasının yapılışı

Bu aşamada, her bir titanit minerali yüzeyindeki izler, mikroskop (Şekil 3.56.) altında sayılarak kaydedilmiştir. Böylece, birim alana düşen iz sayısı hesaplanarak ısının titanit mineralindeki fizyon izleri üzerine etkisi gözlemlenmiştir. Sayım sonrasındaki aşamada, iz yoğunluğu hesaplanarak iz yoğunluğu - sıcaklık grafiği elde edilmiştir.



Şekil 3.56. Zeiss Axio Imager 1Am marka mikroskop

Sayım aşağıdaki gösterilen (Şekil 3.57.) sayaç ile yapılmıştır.



Şekil 3.57. Sayaç

Sayım sırasında mineral yüzeylerinden en net, temiz ve sayılabilir olanları seçilmiştir. Aksi halde kusurlar ve pürüzler iz olarak sayılabilir. Bu da sonuçları etkileyecektir.



Titanit mineralinin sahip olduđu fizyon izleri, gizli iz ve yüzey izi olmak üzere iki türdür. Sayımda yüzey izlerinin sayılmasına dikkat edilmiştir. Buna şu şekilde karar verilmiştir: Mikroskobun transmitted-light seçeneđi ile görülen izlerin herhangi bir ucu, reflected-light seçeneđinde siyah bir nokta olarak görülebiliyorsa o iz “yüzeyle kesişiyor” demektir. Bu durumda yüzey izi olur. Görünmemesi halinde gizli iz olduğuna karar verilir. Aynı şekilde tespit edilen gizli izler ise, uzunluk ölçümlerinde kullanılırlar.

Sayımlar mikroskobun, transmitted-light seçeneđinde yapılmıştır. 100x/0,75 HD objektif ve 1,25x büyütme seçeneđi kullanılmıştır. Yani izler, toplamda 125x büyültmede sayılmıştır.

Mikroskobun sağ okülerinde 10x10 olmak üzere toplamda 100 küçük kare vardır. Bunlardan 2x2, yani toplamda 4 tanesi titanit minerali üzerinde en sayılabilir yüzey üzerine getirilerek sayım yapılmıştır. Kareler tek tek sayılarak iz sayıları kaydedilmiştir. Bu durumda her bir titanit minerali için toplamda 4 küçük kare sayılmıştır.

33 numune için sayım, yukarıda anlatıldığı gibi yapılmıştır.

#### 4. TARTIŞMA - SONUÇ

Tavlama deneyleri 33 numune üzerinde yapılmıştır. Bunlardan 11 tanesinde sadece fosil iz, diğer 11 tanesinde hem fosil hem de yapay iz, kalan son 11 tanesinde ise sadece yapay izler bulunmaktadır.

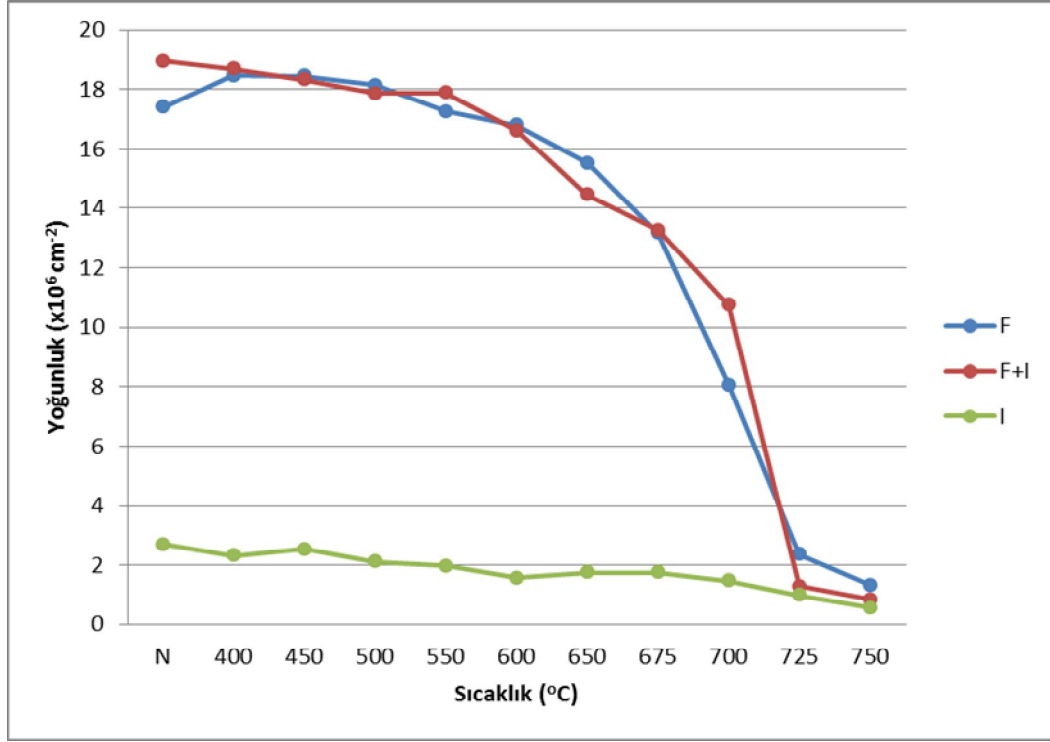
Aşağıdaki çizelgede (Çizelge 4.1.) her bir numunede sayılan toplam iz sayısı verilmiştir.

**Çizelge 4.1.** Numunelerde asitlenme sürelerine karşılık sayılan toplam iz miktarları

Numune No	Asitlenme Süresi	İz Sayısı	Numune No	Asitlenme Süresi	İz Sayısı	Numune No	Asitlenme Süresi	İz Sayısı
F-N	6	14305	F+I-N	6	22349	I-N	25	753
F-400	7	14192	F+I-400	7	19845	I-400	25	1101
F-450	8	26957	F+I-450	8	9698	I-450	25	1288
F-500	9	25895	F+I-500	9	9876	I-500	25	500
F-550	11	19945	F+I-550	11	14299	I-550	25	1298
F-600	15	14420	F+I-600	15	6841	I-600	25	387
F-650	20	6514	F+I-650	20	3907	I-650	25	227
F-675	25	6347	F+I-675	25	3694	I-675	25	359
F-700	25	4112	F+I-700	25	3836	I-700	25	620
F-725	25	583	F+I-725	25	447	I-725	25	326
F-750	25	282	F+I-750	25	657	I-750	25	263

**Çizelge 4.2.** İz yoğunlukları

	Yoğunluk ( $\times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ )	Yoğunluk ( $\times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ )	Yoğunluk ( $\times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ )
Sıcaklık ( $^{\circ}\text{C}$ )	F	F+I	I
N	17,4029	18,9392	2,7052
400	18,4725	18,6789	2,3210
450	18,4525	18,3239	2,5468
500	18,1461	17,8662	2,1256
550	17,2457	17,8791	1,9708
600	16,7954	16,6188	1,5669
650	15,5286	14,4432	1,7546
675	13,1623	13,2711	1,7610
700	8,0683	10,7524	1,4643
725	2,3605	1,2811	0,9783
750	1,3321	0,8379	0,5590



Şekil 4.1. İz yoğunluğu-sıcaklık grafiği

Şekil 4.1.'de gösterilen grafiğe göre tamamen yapay iz içeren numunelerde düşüş doğrusala yakındır. Fosil ve hem fosil hem yapay iz içeren numunelerde, sayılardaki net düşüş 600°C'de başlamıştır. Bu, diğer sıcaklıklarda iz sayısının düşmediği anlamına gelmez. Çünkü, titanit minerali ısı almaya başladıkça, ısı miktarına bağlı olarak izlerde silinmeler meydana gelir. 600°C'nin altındaki sıcaklıklarda, sıcaklığa bağlı olarak ısı enerjisi azken, tavlama süresi 1 saatle sınırlı olmasından dolayı izlerde tam bir silinme meydana gelmemiştir. Fakat, 600°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda iz silinmeleri görünür bir biçimde artmıştır.

İzdeki silinmeler, izin boyca ve ence kılınması şeklinde olur. Çünkü, bu süreçte mineral içerisindeki hasarlı bölgenin (iz) yer değiştirmiş iyonları, enerjilerini kaybederler ve kristaldeki normal pozisyonlarına geri dönerler (Barnes ve Silk 1959). Sıcaklık arttıkça izler tamamen kaybolur.

Bu durum kusurlu bölgelerdeki kararlı izler ve sıvı kapanımlardaki izler için geçerli değildir (Jonckheere 2000). Her ne kadar sayımlara dâhil edilmese de titanit mineralinde bu tür izlerin yüksek sıcaklıklara rağmen yapılarında bir değişiklik olmadığı gözlemlenmiştir.

Özellikle, 600°C'nin üzerinde tavlanan numunelerin fizyon izlerinde silinmeler bariz biçimde arttığı için optik mikroskop altında gözlenebilme olanağını arttıran bir etkene ihtiyaç vardır ki bu da asitle yıkamadır. Asitle yıkamada zaman faktörü de önemlidir. Çok uzun süren yıkamalar, izlerin aşırı açılmasına sebep olur. Dolayısıyla gözlem sırasında; aşırı derecede açılan izi, kristal kusuru gibi görmek mümkündür. Bu da sayımların ve analizlerin doğruluğunu riske atar. Böyle bir risk almamak için 600°C'nin altında tavlanan numunelerin asitlenme süreleri kısıtlı tutulmuştur.

Titanit için apatitin sıcaklık - zaman grafik modellemesine benzer bir model henüz geliştirilmemiştir. Yapılan bu çalışma böyle bir modelin geliştirilebilmesine katkı sağlayacaktır.

## KAYNAKLAR

- Bigazzi, G., (1968). Length of fission tracks and age of muscovite samples. *Earth and Planetary Science Letters*, 3, 434-438.
- Bigazzi, G., Marton, P., Norelli, P. and Rozložnik, L., (1990). Fission track dating of Carpathian obsidians and provenance identification. *International Journal of Radiation Applications and Instrumentation. Part D. Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, 17(3), 391-396.
- Bowden, F. P. and Chadderton, L. T., (1962). Fission fragment damage to crystal lattices: dislocation formation. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*, 269(1337), 143-164.
- Carpenter, B. S., (1972). Determination of trace concentration of boron and uranium in glass by the nuclear track technique. *Analytical Chemistry*, 44(3), 600-602.
- Durrani, S. A. and Bull, R. K., (1987). *Solid state nuclear track detection*.
- Fleischer, R. L., Price, P. B. and Walker, R. M., (1965). Ion Explosion Spike Mechanism for Formation of Charged-Particle Tracks in Solids. *Journal of applied Physics*, 36(11), 3645-3652.
- Fleischer, R. R. L., Price, P. B. and Walker, R. M., (1975). *Nuclear tracks in solids: principles and applications*. Univ of California Press.
- Gleadow, A. J. W., (1978). Anisotropic and variable track etching characteristics in natural sphenes. *Nuclear Track Detection*, 2(2), 105-117.
- Green, P. F., Duddy, I. R., Laslett, G. M., Hegarty, K. A., Gleadow, A. W. and Lovering, J. F., (1989). Thermal annealing of fission tracks in apatite 4. Quantitative modelling techniques and extension to geological timescales. *Chemical Geology: Isotope Geoscience Section*, 79(2), 155-182.
- Jonckheere, R. C. and Wagner, G. A., (2000). On the thermal stability of fossil and neutron-induced fission-tracks in natural titanite. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 168(1), 78-87.
- Jonckheere, R. C. and Wagner, G. A., (2000). On the occurrence of anomalous fission tracks in apatite and titanite. *American Mineralogist*, 85(11-12), 1744-1753.
- Nagpaul, K. K., Mehta, P. P. and Gupta, M. L., (1974). Annealing studies on radiation damages in biotite, apatite and sphene and corrections to fission track ages. *pure and applied geophysics*, 112(1), 131-139.
- Naeser, C. W., (1967). The use of apatite and sphene for fission track age determinations. *Geological Society of America Bulletin*, 78(12), 1523-1526.
- Naeser, C. W., (1969). Etching fission tracks in zircons. *Science*, 165(3891), 388-388.
- Paul, T. A., (1993). Transmission electron microscopy investigation of unetched fission tracks in fluorapatite - physical process of annealing. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements*, 21(4), 507-511.
- Price, P. B. and Walker, R. M., (1962). Observation of fossil particle tracks in natural micas.

- Price, P. B. and Walker, R. M., (1963). Fossil tracks of charged particles in mica and the age of minerals. *Journal of Geophysical Research*, 68(16), 4847-4862.
- Renfrew, C., (1998). Mind and matter: cognitive archaeology and external symbolic storage. *Cognition and material culture: the archaeology of symbolic storage*, 1-6.
- Silk, E. C. H. and Barnes, R. S., (1959). Examination of fission fragment tracks with an electron microscope. *Philosophical Magazine*, 4(44), 970-972.
- Storzer, D. and Poupeau, G., (1973). Plateau Ages of Minerals and Glasses by The Fission Track Method *C. R. Acad. Sci. Paris*. 276, 137-139.
- Tagami, T. and O'Sullivan, P. B., (2005). Fundamentals of fission - track thermochronology. *Reviews in mineralogy and geochemistry*, 58(1), 19-47.
- Van den Haute, P., (1985). The density and the diameter of fission tracks in glass with respect to age interpretation. *Nuclear Tracks and Radiation Measurements* (1982), 10(3), 335-348.
- Wagner, G. A., (1978). Archaeological applications of fission - track dating. *Nuclear Track Detection*, 2(1), 51-63.
- Wagner, G. A., (1981). Fission-track ages and their geological interpretation. *Nuclear Tracks*, 5(1), 15-25.
- Wagner, G. and Van den Haute, P., (1992). *Fission track dating*. Kluwer Academic Publishers.
- Yeğingil, Z. and Göksu, Y., (1982). Fission - track dating of obsidians. *Nuclear tracks and radiation measurements*, 6(1), 43.
- Yeğingil, Z. and Göksu, Y., (1983). Fission track dating and grouping of the obsidian artifacts by thermoluminescence. *Proceedings of the Symposium on Archaeometry abstracts*, 18th-23rd April, Naples, Italy.
- Yeğingil, Z., (1984). Systematic working on obsidian samples from geological sources in Anatolia. *Proceedings of Fission Track Dating Workshop abstracts*, 31 st July-3rd August, New York, USA.
- Yeğingil, Z., (1991). Fission track dating and its application. Göksu, H. Y., et al (eds). *Scientific Dating Methods*, 77-96.
- <http://goo.gl/Vysl89> ([www.golgelerkitabi.com/forum/index.php?topic=2488.0;wap2](http://www.golgelerkitabi.com/forum/index.php?topic=2488.0;wap2))
- <http://goo.gl/9qFkoW> ([http://saridefterler.blogspot.com.tr/2008\\_06\\_01\\_archive.html](http://saridefterler.blogspot.com.tr/2008_06_01_archive.html))
- <http://www.mta.gov.tr/v2.0/madenler/mineraller/index.php?id=titanit>
- <http://www.mta.gov.tr/v2.0/madenler/mineraller/xtita.jpg>
- <https://pangea.stanford.edu/research/groups/thermochronology/gfx/GVG%20FT%20photo2.jpg>

## ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Mahmut Mükerrerem GÜNAYDIN

Doğum Yeri : Adıyaman / Merkez

Doğum Tarihi : 02.09.1984

Medeni Hali : Bekâr

Yabancı Dili : İngilizce, Almanca

Eğitim Durumu (Kurum ve Yıl)

Lise : Adıyaman Atatürk Lisesi (Yabancı Dil Ağırlıklı Program), 2003

Lisans : Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Fen Edebiyat  
Fakültesi Fizik Bölümü, 2009

Yüksek Lisans : Adıyaman Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, 2014