



$Sr_2MgSi_2O_7:Eu$ Nanoçubuklarının Işıma Özelliklerinin İncelenmesi

S. SÖNMEZ^a, F.M. EMEN^b, A. EGE^c, E. EKDAL^d, K. OCAKOĞLU^e,
T. KARALI^d, N. KÜLCÜ^a

^aMersin Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, MERSİN

^bKırklareli Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, KIRKLARELİ

^cCelal Bayar Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, MANİSA

^dEge Üniversitesi, Nükleer Bilimler, Enstitüsü, İZMİR

^eMersin Üniversitesi, Teknik Eğitim Fakültesi, TARSUS

İNORGANİK IŞILDAR MADDELER

Kristalin bileşikler halinde sentezlenebilir ve absorbladıkları enerjiyi uzun süreli bir periyotta (fosforesans) veya derhal (floresans) ışık olarak yayımlayabilirler.

Işıldar maddeler aynı zamanda luminoforlar veya fosforlar olarak da adlandırılırlar.

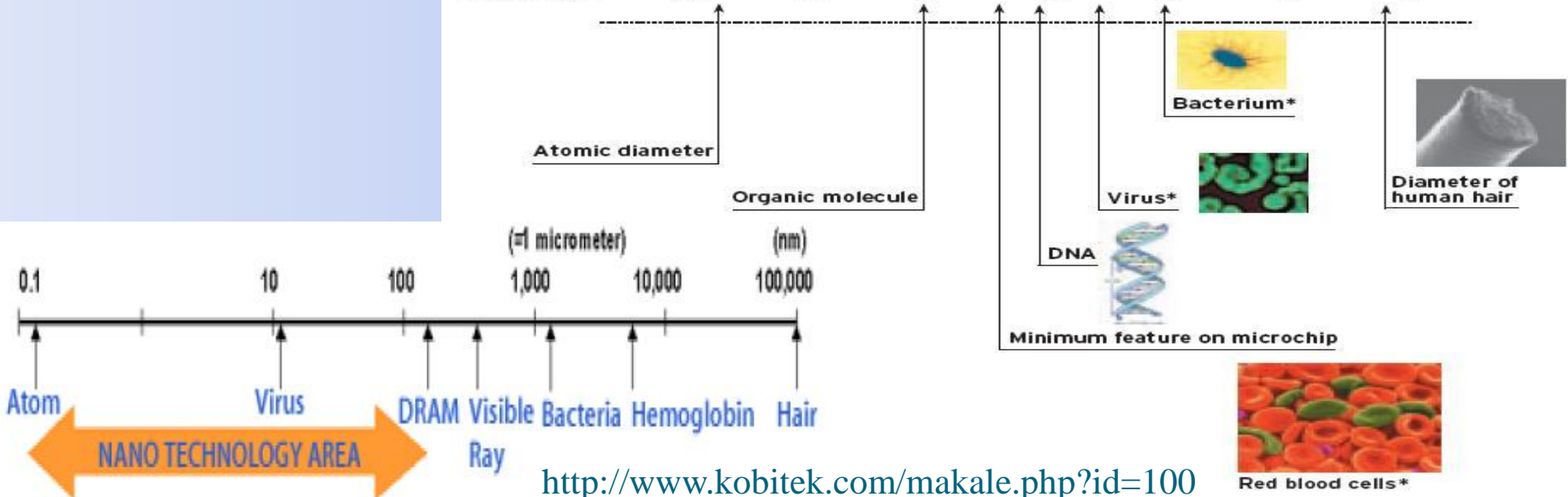
NANO TEKNOLOJİ

Atom ve molekül mertebesinde ölçüm yapabilme, analiz ve tahmin yapabilme veya bir şeyler üretebilme yeteneğidir.

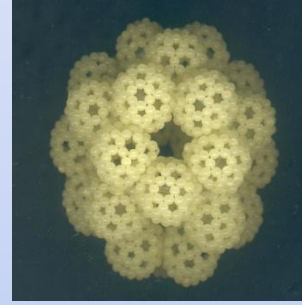
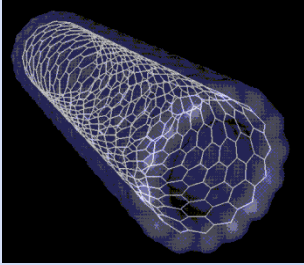
Nanoteknoloji, genellikle tanecik boyutları 0.1 ve 100 nm arasındaki malzemeleri konu edinir.

NANOSTRUCTURE SIZE SCALES

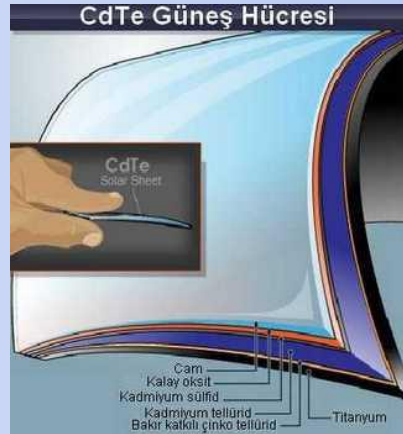
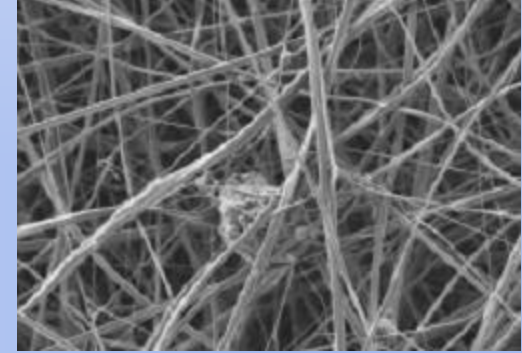
	SMALL						BIG
Meter	10^{-10}	10^{-9}	10^{-8}	10^{-7}	10^{-6}	10^{-5}	10^{-4}
Millimeter	10^{-7}	10^{-6}	10^{-5}	10^{-4}	10^{-3}	10^{-2}	0.1
Micron	10^{-4}	10^{-3}	10^{-2}	0.1	1.0	10	100
Nanometer	0.1	1.0	10	100	10^3	10^4	10^5



0-D nanotanecekler (oksitler, metaller, yarıiletkenler ve fullerenler)



1-D Nanoteller, nanoçubuklar ve nanotüpler



3-D Nanokompozitler, organik-inorganik hibritler

<http://www.dcs.vein.hu/mndi>

<http://thebeadedmolecules.blogspot.com>

2-D İnce filmler (tek tabakalı, çok tabakalı)

NANOFOSFORLAR

- Nanofosforlar, parçacık veya fotonla uyarıldığında ışık yayan inorganik nanoyapılı malzemelerdir.
- Son yıllarda nadir toprak iyonları katkılanmış nanofosforlar üzerine yoğun çalışmalar yapılmaktadır.
- Ancak kristal alan etkisi, 4f elektronlarındaki spin-orbital eşleşmesi ve nano malzelerdeki yüzey alanı / hacim oranı gibi bazı faktörler bu nanofosforların optiksel özelliklerini etkilemektedir.

NANO MALZEMELERİN HAZIRLANMA YÖNTEMLERİ

Katı Fazdan

Mekanik Aşındırma
Devitrifikasyon

Sıvı Fazdan

Hidrotermal
Sol-jel Tekniđi
Hızlı katılaştırma
Elektrodepolama
Mikroemülsiyon
Kimyasal Tepkimeler

Buhar Fazından

Asal Gaz yoğunlaşması
Fiziksel Buhar Çöktürme
Kimyasal Buhar Çöktürme
Plazma Fazı Sentezleme

Hidrotermal Yöntem

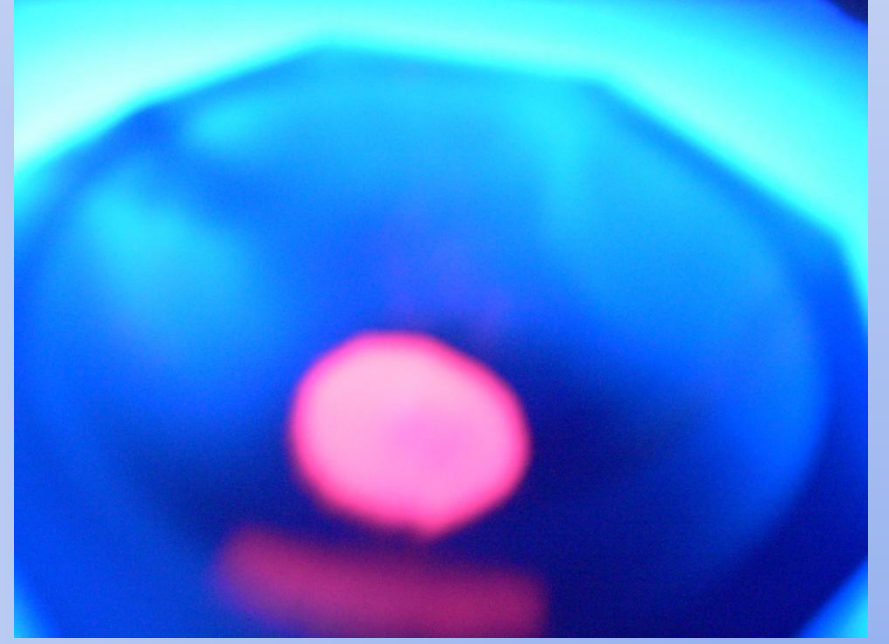
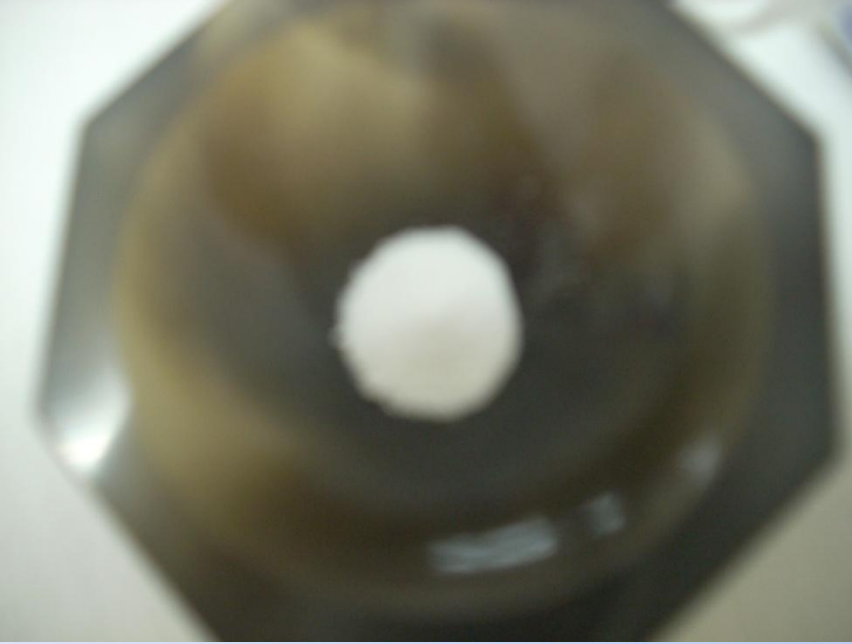
Hidrotermal terimi yüksek sıcaklık ve su basıncını konu almaktadır. Hidrotermal yöntemle madde sentezi için 'otoklav' veya 'bomba' denilen yüksek sıcaklık ve yüksek basınç cihazları kullanılmaktadır.

Sıcaklık ve basınç, 1.000 °C ve 500 Mpa değerlerine kadar çıkabilmektedir.

Hidrotermal Yöntemin Avantajları;

- Yüksek saflık
- Yüksek kalite
- Yüksek tepkime verimi
- En iyi şekilde kontrol
- Kirlenme olasılığı yok
- Enerji tasarrufu
- Düşük işlem sıcaklığı

- Bu çalışmada $\text{Sr}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7:\text{Eu}$ hidrotermal metotla nano boyutta ışıldar fazı hazırlanmış, karakterize edilmiş ve ışımaya özellikleri incelenmiştir.



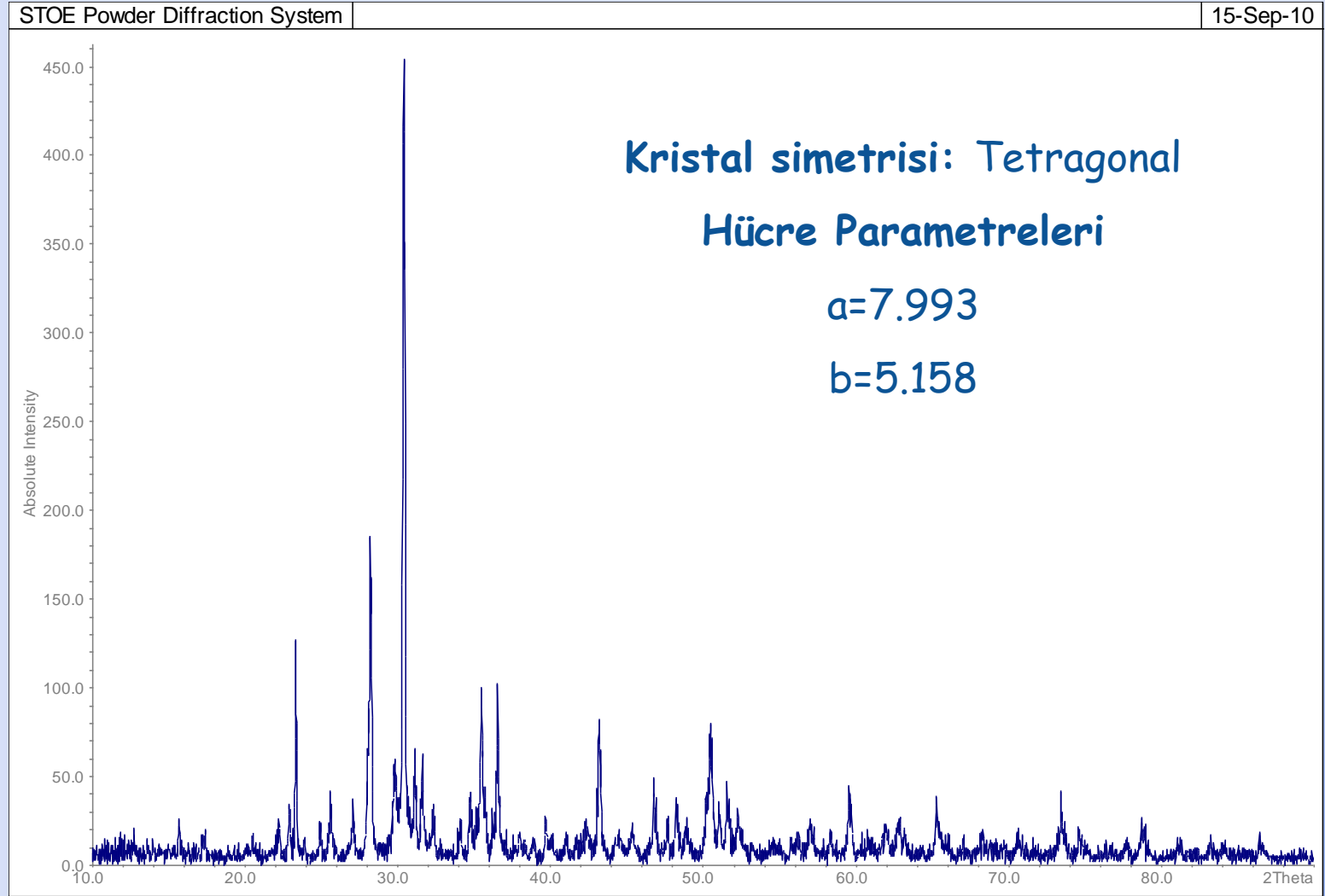
Etüvde kurutulduktan sonra
yatay tüp fırında 800 °C'de 6 h
fırınlanmıştır.



KARAKTERİZASYON ÇALIŞMALARI

- X-Işını toz kırınımı (XRD) desenleri, oda sıcaklığında Bruker AXS cihazı ile ($\text{Cu K}_{\alpha 1}=1.5406^\circ$) ölçüldü.
- Fotolüminesans spektrumları Varian Cary Eclipse Fotolüminesans spektrometresi ile ölçüldü.
- Termolüminesans (TL) ışımaya eğrileri, Harshaw QS 3500 manuel TLD Reader ile 5°C/s lineer bir ısıtma hızı ile $50\text{-}600^\circ\text{C}$ arasında alınmıştır. Işıldarlar, TL ölçümleri öncesi oda sıcaklığında yaklaşık 10 dk $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ β kaynağı ile ışınlanmıştır.
- Kaydedilen TL ışımaya eğrileri, 'üç nokta metodu' ve 'bilgisayarla pik ayrıştırma yöntemi' veya diğer adıyla 'Computer Glow Curve Deconvolution (CGCD) programı' ile çözümlenmiştir.

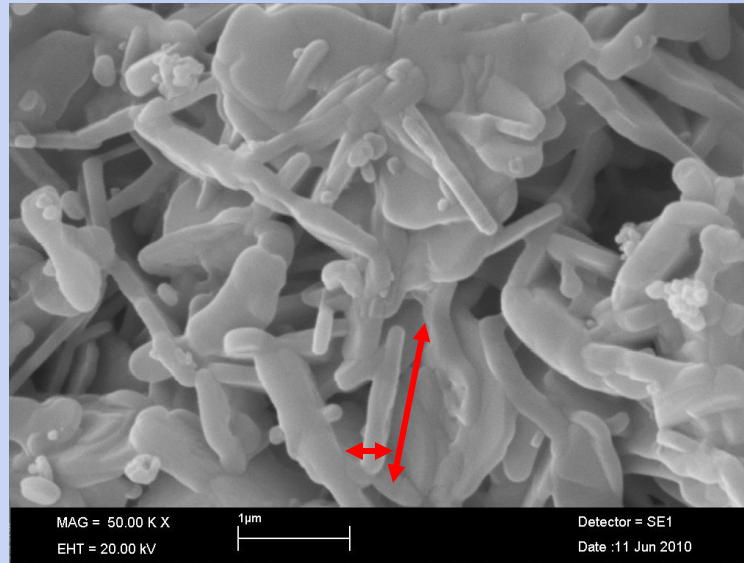
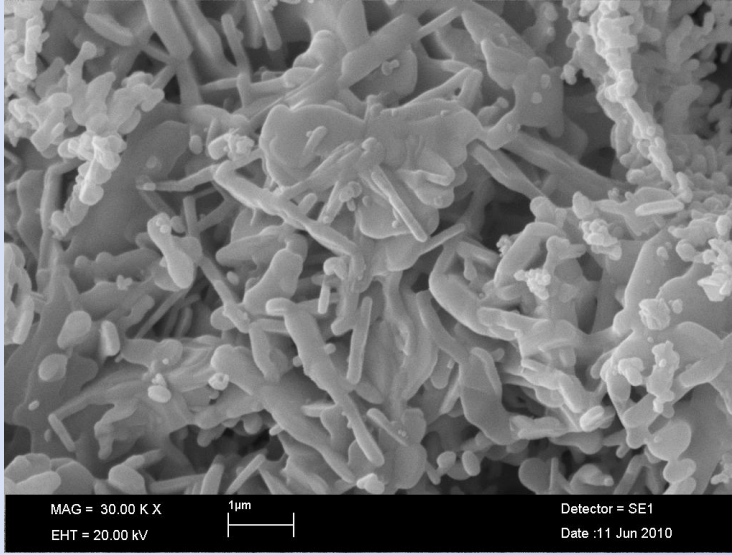
XRD SONUÇLARI



Şekil 1. $\text{Sr}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7:\text{Eu}$ nanoçubuklarının XRD toz deseni

JPDS No:75-1736

SEM SONUÇLARI



Uzunluk: 1,2 mikrometre
Kalınlık: 100 nm

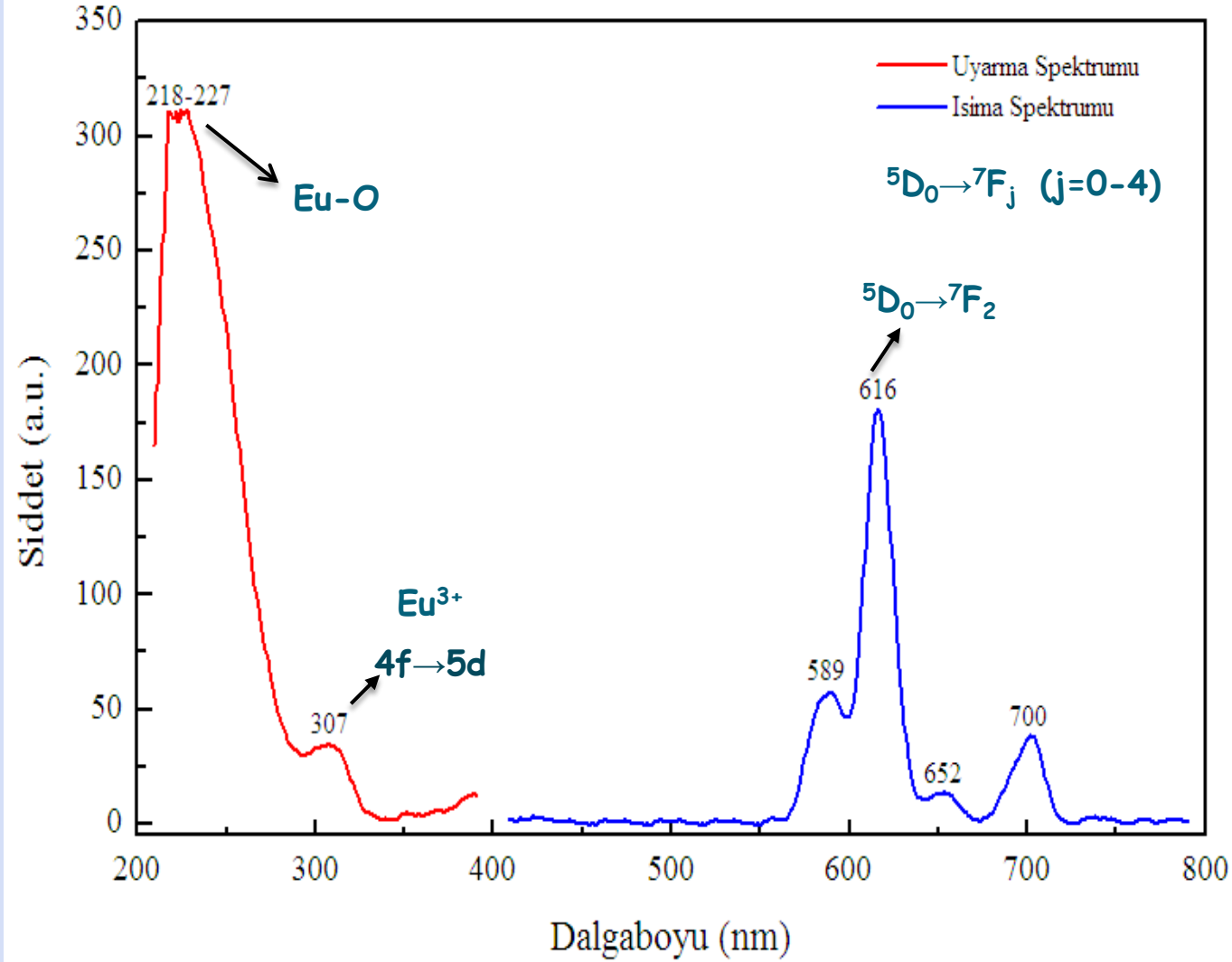
Şekil 2. $\text{Sr}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7:\text{Eu}$ nanoçubuklarının SEM görüntüleri

FOTOLUMİNESANS ÇALIŞMALARI



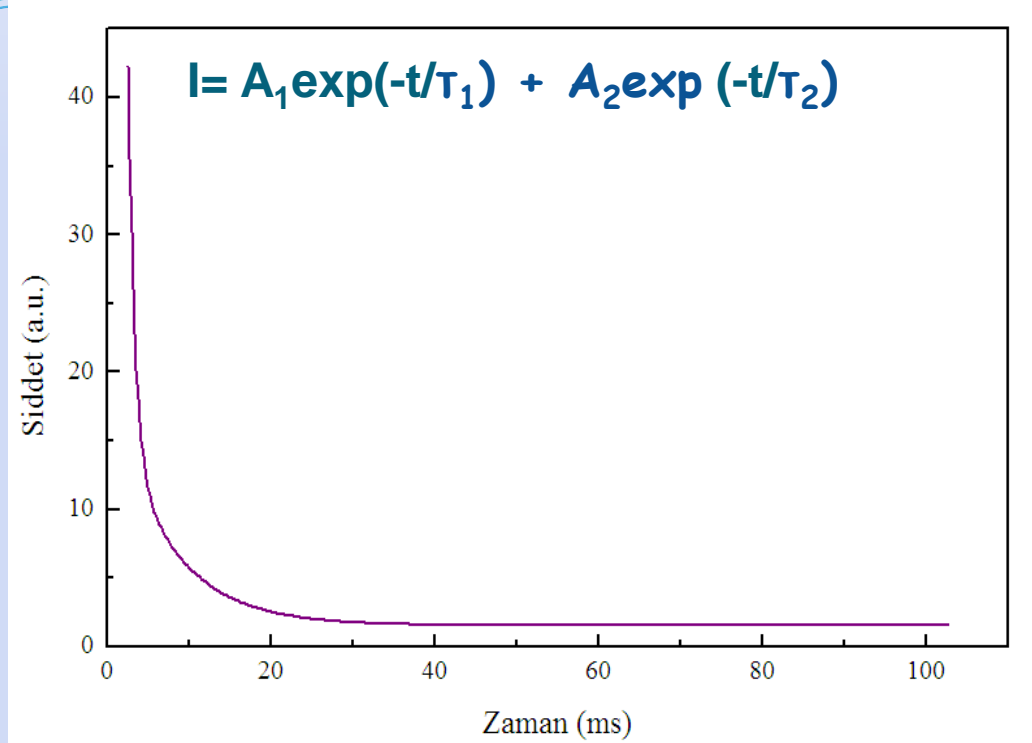
200-1100 nm

FOTOLUMİNESANS SONUÇLARI



Şekil 2. $\text{Sr}_2\text{MgSi}_2\text{O}_7:\text{Eu}$ nanoçubuklarının uyarma ve ışımaya spektrumu

• FOTOLUMİNESANS SONUÇLARI



Şekil 3. $Sr_2MgSi_2O_7:Eu$ nanoçubuklarının sönm süresi eğrisi

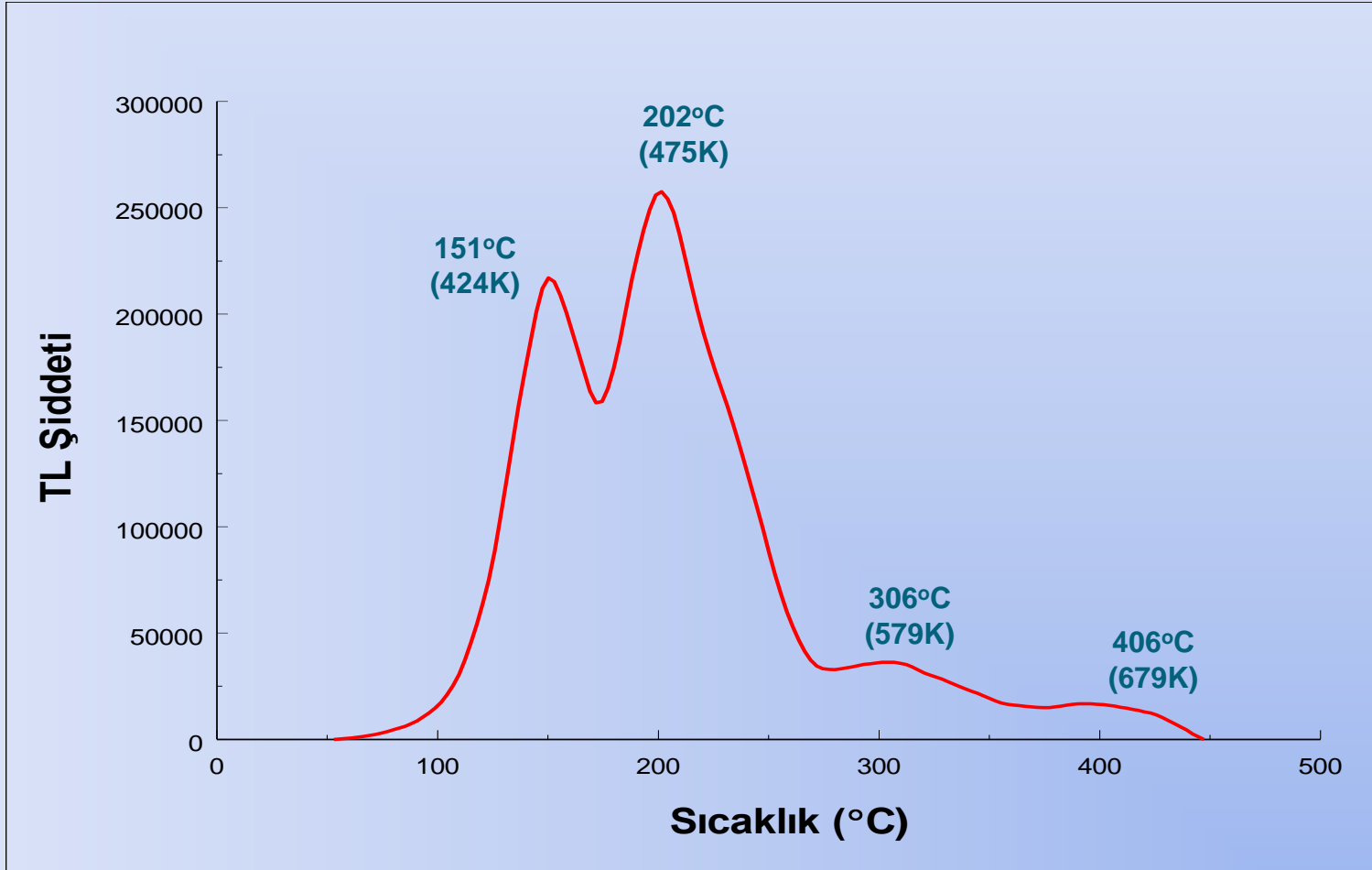
Tablo 1. $Sr_2MgSi_2O_7:Eu$ nanoçubuklarının sönm süresi değerleri

Uyarıcı ışığın dalga boyu (nm)	Işıma ışınının dalga boyu (nm)	τ_1 (ms)	τ_2 (ms)	A_1	A_2	C
308	616	6.88	0.78	18.14	786.59	1.52

TERMOLÜMINESANS SONUÇLARI

- Termolüminesans ölçümleri için ışıldar oda sıcaklığında 10 dk $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ β kaynağı ile ışınlanmıştır. Işınlanmış olan bu fosfor bekletilmeksizin TL okuyucuya yerleştirilmiş ve 5 °C/s ısıtma hızı ile 50-600 °C arasındaki ışımaya eğrileri kaydedilmiştir.
- TL eğrileri üç nokta ve bilgisayarla pik ayrıştırma yöntemleriyle analiz edilerek kinetik parametreler hesaplanmıştır.

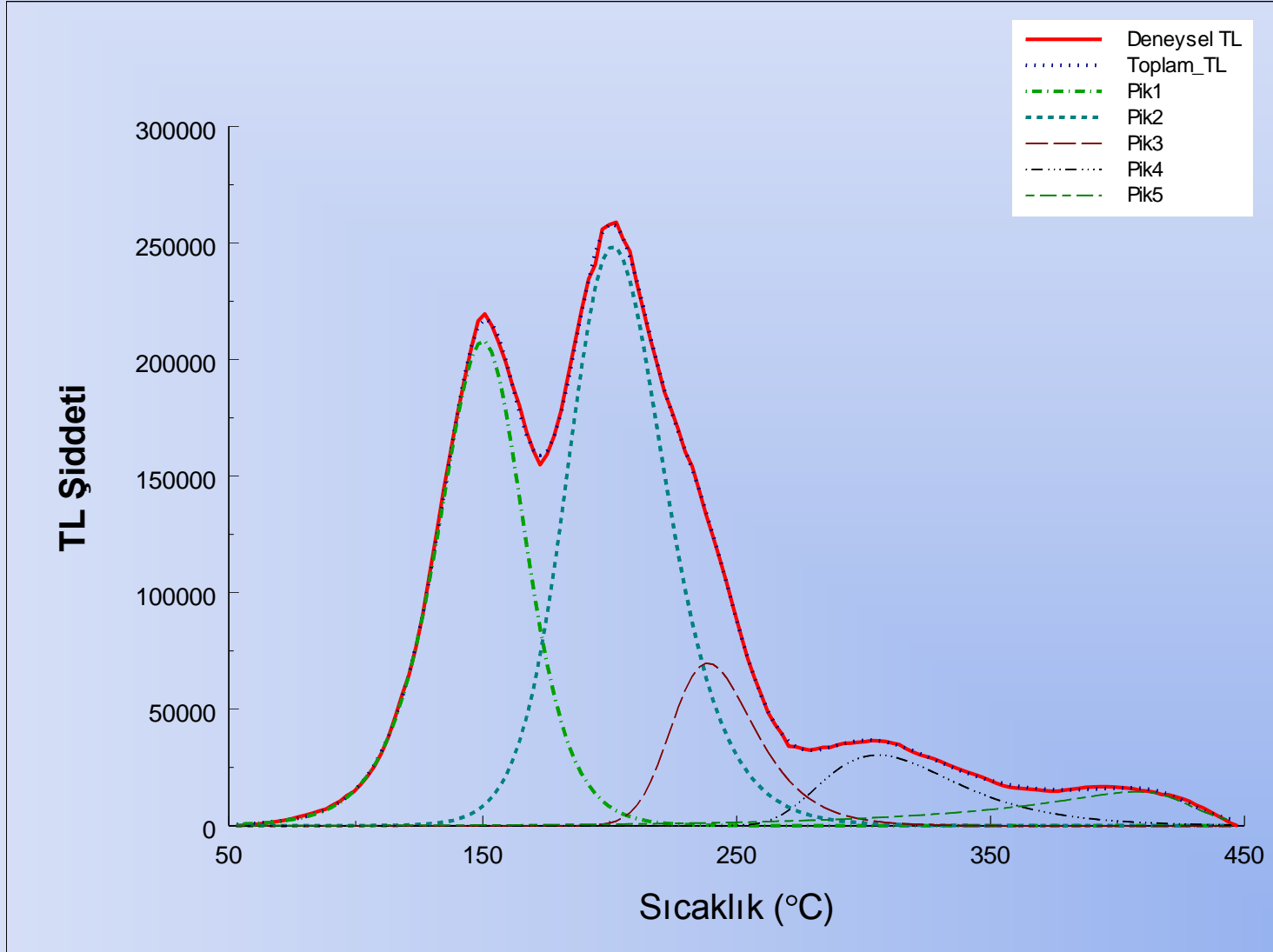
TERMOLÜMİNESANS SONUÇLARI



Şekil 4. $Sr_2MgSi_2O_7:Eu$ nanoçubukların TL Işıma Piki

- $Sr_2MgSi_2O_7:Eu$ nanoçubukların TL ışıma eğrisinde 424, 475, 579 ve 679 K sıcaklıklarında dört ışıma piki gözlemlenmiştir.

- TL ışıma eğrisi, Bilgisayarla Pik Ayırıştırma ve Üç nokta yöntemleriyle çözümlendiğinde beş ışıma pikinin çakıştığı belirlenmiş ve bunlara ait kinetik parametreler hesaplanmıştır.



Şekil 5. $Sr_2MgSi_2O_7:Eu$ Üç Nokta Metodu ile Pik Analizi

Tablo 2. Üç nokta Yöntemiyle hesaplanan kinetik parametreler

	T_m (K)	b	E (eV)	s (s^{-1})	n_0
Pik 1	424,07	1,71	1,187	4,65E+13	1,87E+13
Pik 2	475,75	1,89	1,316	2,77E+13	2,69E+13
Pik 3	511,11	2,00	1,868	1,03E+18	6,61E+05
Pik 4	579,11	1,99	1,339	9,85E+10	4,91E+05
Pik 5	679,75	0,90	1,426	6,75E+19	1,97E+05

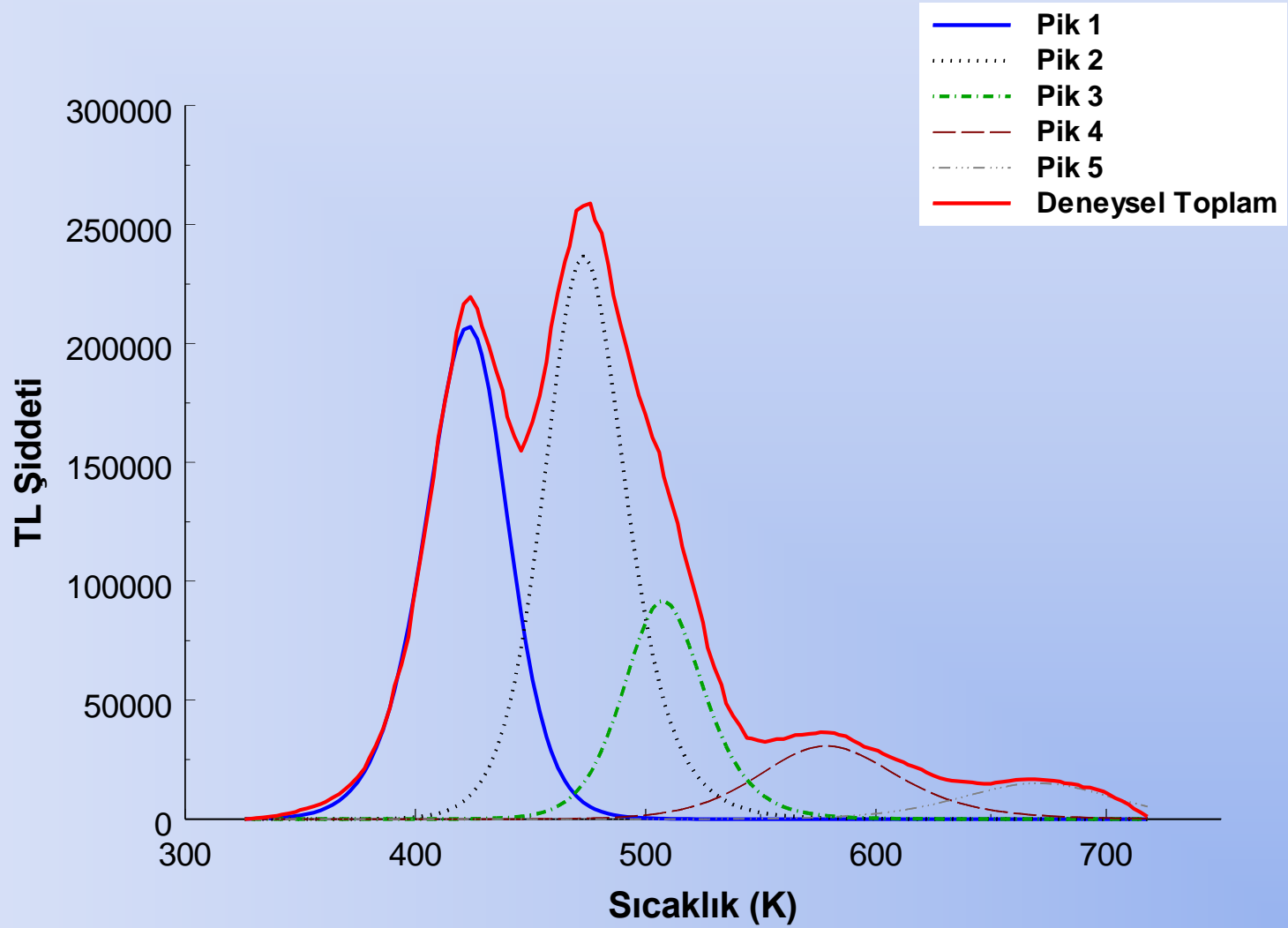
E: TL tuzakları için aktivasyon enerjisi (eV)

S: Frekans faktörü (s^{-1})

b: Kinetik mertebe

T_m : Max. Pik sıcaklığı (K)

n_0 : t=0 anında tuzaklanmış elektron sayısı



Şekil 5. $Sr_2MgSi_2O_7:Eu$ bileşiğinin Bilgisayarlı Pik Ayrıştırma Analizi

Tablo 3. Bilgisayarlı Pik Ayırıştırma Yöntemiyle hesaplanan kinetik parametreler

Pik Parametreleri					
	I_m	T_m (K)	E (eV)	b	s (s⁻¹)
Pik 1	207269	422,93	1,0578	1,52	1,07E+12
Pik 2	236938	472,906	1,5728	2,00	1,67E+16
Pik 3	91893	507,395	1,829	1,98	4,21E+17
Pik 4	30764	578,151	1,311	1,88	4,66E+10
Pik 5	15132	670,197	1,4524	1,56	1,23E+10

SONUÇ

Sentezlenen ışıldarın termoluminesans özellikleri incelenmiş,

- Tuzak enerjisi (E),
- Frekans faktörü (s)
- Kinetik mertebesi (b)

Üç nokta metodu ve bilgisayarla pik ayrıştırma yöntemi ile belirlenmiştir. Bilgisayarlı pik ayrıştırma yöntemi ile E değerleri 1,05-1,8 eV aralığında b değerleri ise 1,5-2,0 aralığında bulunmuştur, Üç nokta metodu ile ise bu değerler sırasıyla 1,18-1,86 eV ve 0,9-2,0 aralığında bulunmuştur.

Malzemenin sönüm süresi incelemesi yapıldığında ise literatürlerde de belirtildiği gibi tanecik boyutunun değişimiyle ışıma süresinin de azaldığı gözlenmiştir.

XRD çalışmaları sonucunda ise ışıldar malzemenin tek faz olduğu görülmüştür.

SEM görüntüleri incelenmiş ve malzemenin nanoçubuk olduğu belirlenmiştir.



TEŞEKKÜRLER