

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**MODİFİYE EDİLMİŞ SOL - JEL PROSESİYLE STRONSYUM ALÜMİNAT
ESASLI FOSFORESANS MALZEME SENTEZİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
Cem KARAKAŞ**

Anabilim Dalı : Metalurji ve Malzeme Mühendisliği

Programı : Üretim Metalurjisi ve Teknolojileri Müh.

HAZİRAN 2010

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**MODİFİYE EDİLMİŞ SOL - JEL PROSESİYLE STRONSIYUM ALÜMİNAT
ESASLI FOSFORESANS MALZEME SENTEZİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
Cem KARAKAŞ
(506071223)**

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 07 Mayıs 2010

Tezin Savunulduğu Tarih : 07 Haziran 2010

**Tez Danışmanı : Prof. Dr. Süheyla AYDIN (İTÜ)
Eş Danışman : Prof. Dr. Mustafa Ürgen (İTÜ)
Diğer Jüri Üyeleri : Prof. Dr. Müzeyyen MARŞOĞLU (YTÜ)**

HAZİRAN 2010

ÖNSÖZ

Yüksek lisans çalışmam boyunca hoşgörüsü ve çok kıymetli deneyimleri ile elinden gelen tüm desteği maddi ve manevi anlamda veren, çok sevgili ve değerli hocam Prof.Dr. Süheyla AYDIN'a,

Çalışmalarım süresince yardıma ihtiyaç duyduğumda hiçbir bilgiyi benden esirgemeyen, her türlü konuda bana destek olan çok sevgili ve değerli abim, hocam Yrd.Doç.Dr. Nuri SOLAK'a,

Spektrofotometrik ölçümler konusunda büyük yardımlarını gördüğüm, sorduğum her soruya bıkmadan sıkılmadan cevap veren saygı değer hocam Yrd.Doç.Dr. Oğuzhan Gürlü' ye,

SEM analizlerim için her türlü bilgi ve teknik desteklerini aldığım Sayın Hocam Prof. Dr. Mustafa ÜRGEN'e ve SEM teknisyeni Sevgin TÜRKEİ'ye

Birlikte çalışmaya başladığımız ilk günden bu yana hiçbir yardımlarını esirgemeyen her konuda bana yardımcı olan çalışma arkadaşlarım Araş.Gör. A.Erçin ERSUNDU, Günkut KARADUMAN, Okan ARIKAN, Duygu YARDIMCI ve Miray ÇELİKBİLEK'e,

Yüksek lisansım süresince hep birlikte olduğum dostlarım, Berkay UYGUN'a, Yusuf ÇELİK'e ve sonradan tanıma fırsatı bulduğum bize neşe kaynağı olan Erdem BAŞKURT'a, bilgisiyle ve sonsuz hoşgörüsüyle değerli zamanını bana ayırmaktan çekinmeyen Cansu KARAHASANOĞLU' na

Yaşamım boyunca varlıkları en büyük desteğim olan, bana verdikleri büyük sevgi ve emek için minnettar olduğum, çok sevgili ve değerli aileme,

Sonsuz teşekkürlerimle

HAZİRAN 2010

Cem KARAKAŞ
(Metalurji ve Malzeme Mühendisi)

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ.....	iii
İÇİNDEKİLER	v
KISALTMALAR	ix
ÇİZELGE LİSTESİ.....	xi
ŞEKİL LİSTESİ.....	xiii
ÖZET.....	xvii
SUMMARY	xix
1. GİRİŞ VE AMAÇ	1
2. LÜMİNESANS	3
2.1 Lüminesans Malzemelerin Tarihçesi ve Gelişimi.....	5
2.2 Lüminesans Oluşum Mekanizması	6
2.3 Lüminesans Malzeme Üretim Yöntemleri	10
2.4 Uzun Süreli Işıma Sağlayan Lüminesans Malzemeler	12
2.4.1 Uzun süreli ışımaya sağlayan geleneksel fosforlar	13
2.4.2 Uzun süreli ışımaya sağlayan toprak alkali aluminat esaslı fosforlar	16
2.4.2.1 Uzun süreli ışımaya sağlayan $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+},\text{Dy}^{3+}$ fosforları yapısal özellikleri	18
2.4.2.2 Uzun süreli ışımaya mekanizmasının $\text{SrAl}_2\text{O}_4 : \text{Eu}^{2+},\text{Dy}^{3+}$ fosforlarında oluşumu	21
2.4.2.3 Uzun süreli ışımaya sağlayan SrAl_2O_4 esaslı fosforların kullanım alanları	22
3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR.....	23
3.1 Numunelerin Hazırlanması	23
3.2 Numunelerin Termal Karakterizasyonu	25
3.3 Numunelerin Faz ve Mikroyapı Karakterizasyonu	25
3.4 Numunelerin Işıma Davranışı ve Işıma Ömrü Karakterizasyonu	27
4. DENEYSEL SONUÇLAR VE YORUMLAR	29
4.1 Evropiyum ve Disprozyum Katkılı SrAl_2O_4 Esaslı Numuneler.....	29
4.1.1 $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi - üre ve borik asit katkı -	30
4.1.1.1 $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi -üre ve borik asit katkı- termal karakterizasyonu	31
4.1.1.2 $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi - üre ve borik asit katkı X-ışınları Karakterizasyonu	32
4.1.1.3 $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi -üre ve borik asit katkı- mikroyapı karakterizasyonu	33
4.1.1.4 $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi -üre ve borik asit katkı- ışımaya davranışı ve ışımaya ömrü analizi	34
4.1.2 $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi -sitrik ve borik asit katkı-.....	38
4.1.2.1 $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi - sitrik ve borik asit katkı- X-ışınları karakterizasyonu	38
4.1.2.2 $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi - sitrik ve borik asit katkı - mikroyapı karakterizasyonu	39

4.1.3 $\text{Sr}_{0,94}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,01}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi - üre ve borik asit katkılı-	41
4.1.3.1 $\text{Sr}_{0,94}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,01}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi -üre ve borik asit katkılı- X-ışınları karakterizasyonu	41
4.1.3.2 $\text{Sr}_{0,94}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,01}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi - üre ve borik asit katkılı- mikroyapı karakterizasyonu	42
4.1.3.3 $\text{Sr}_{0,94}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,01}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi - üre ve borik asit katkılı- ışıma davranışı ve ışıma ömrü analizi	43
4.1.4 $\text{Sr}_{0,95}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$ numunesi -üre ve borik asit katkılı-.....	44
4.1.4.1 $\text{Sr}_{0,95}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$ numunesi - üre ve borik asit katkılı- X-ışınları karakterizasyonu	45
4.1.4.2 $\text{Sr}_{0,95}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$ numunesi -üre ve borik asit katkılı- mikroyapı karakterizasyonu	45
4.1.4.3 $\text{Sr}_{0,95}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$ numunesi -üre ve borik asit katkılı- ışıma davranışı ve ışıma ömrü analizi	46
4.2 Li, Na ve K (IA) Alkali Elementleri İlaveli Eu, Dy Katkılı SrAl_2O_4 Esaslı Numuneler	48
4.2.1 $\text{Sr}_{0,80}(\text{Li})_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi -üre ve borik asit -	49
4.2.1.1 $\text{Sr}_{0,80}(\text{Li}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi X- ışınları karakterizasyon	49
4.2.1.2 $\text{Sr}_{0,80} \text{Li}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi mikroyapı karakterizasyonu	50
4.2.1.3 $\text{Sr}_{0,80} \text{Li}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi ışıma davranışı ve ışıma ömrü analizi	51
4.2.2 $\text{Sr}_{0,80}(\text{Na})_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi - üre ve borik asit -	52
4.2.2.1 $\text{Sr}_{0,80}(\text{Na}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi X- ışınlar karakterizasyon	53
4.2.2.2 $\text{Sr}_{0,80} \text{Na}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi mikroyapı karakterizasyonu	53
4.2.2.3 $\text{Sr}_{0,80} \text{Na}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi ışıma davranışı ve ışıma ömrü analizi	54
4.2.3 $\text{Sr}_{0,80}(\text{K})_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi -üre ve borik asit -	55
4.2.3.1 $\text{Sr}_{0,80}\text{K}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi X- ışınları karakterizasyonu	56
4.2.3.2 $\text{Sr}_{0,80} \text{K}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi mikroyapı karakterizasyonu	56
4.2.3.3 $\text{Sr}_{0,80} \text{K}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi ışıma davranışı ve ışıma ömrü analizi	57
4.3 Mg, Ca ve Ba (IIA) Toprak Alkali Elementleri İlaveli Eu, Dy Katkılı SrAl_2O_4 Esaslı Numuneler	58
4.3.1 $\text{Sr}_{0,80}(\text{Mg})_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi - üre ve borik asit -	59
4.3.1.1 $\text{Sr}_{0,80}\text{Mg}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi X- ışınlar karakterizasyon	59
4.3.1.2 $\text{Sr}_{0,80} \text{Mg}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi mikroyapı karakterizasyonu	60
4.3.1.3 $\text{Sr}_{0,80} \text{Mg}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi ışıma davranışı ve ışıma ömrü analizi	61
4.3.2 $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ca})_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi - üre ve borik asit -	62
4.3.2.1 $\text{Sr}_{0,80}\text{Ca}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi X- ışınlar karakterizasyonu	63

4.3.2.2 $\text{Sr}_{0,80}\text{Ca}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi mikroyapı karakterizasyonu	63
4.3.2.3 $\text{Sr}_{0,80}\text{Ca}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi ışıma davranışı ve ışıma ömrü analizi	64
4.3.3 $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ba})_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi -üre ve borik asit -	65
4.3.3.1 $\text{Sr}_{0,80}\text{Ba}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi X- ışınlar karakterizasyon	66
4.3.3.2 $\text{Sr}_{0,80}\text{Ba}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi mikroyapı karakterizasyonu	66
4.3.3.3 $\text{Sr}_{0,80}\text{Ba}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi ışıma davranışı ve ışıma ömrü analizi	67
5. SONUÇLAR VE İRDELEMELER.....	69
5.1 Termal ve Yapısal Analiz Sonuçları	70
5.1.1 Evropiyum ve Disprozyum katkılı SrAl_2O_4 esaslı numuneler.....	70
5.1.2 Li, Na ve K (IA) alkali elementleri ilaveli Eu, Dy katkılı SrAl_2O_4 esaslı numuneler.....	72
5.1.3 Mg, Ca ve Ba (IIA) toprak alkali elementleri ilaveli, Eu, Dy katkılı SrAl_2O_4 esaslı numuneler.....	74
5.2 Işıma Davranışı ve Işıma Ömrü Analiz Sonuçları	76
5.2.1 Evropiyum ve Disprozyum katkılı SrAl_2O_4 esaslı numuneler.....	76
5.2.2 Li, Na ve K (IA) grubu alkali elementleri ilaveli Eu, Dy katkılı SrAl_2O_4 esaslı numuneler.....	79
5.2.3 Mg, Ca ve Na (IIA) toprak alkali elementleri ilaveli Eu, Dy katkılı SrAl_2O_4 esaslı numuneler	80
5.2.4 Ticari ZnS esaslı fosfor ile karşılaştırmalı ışıma şiddeti analizi	82
6. GENEL SONUÇLAR	83
KAYNAKLAR	85
ÖZGEÇMİŞ.....	89

KISALTMALAR

SEM	: Taramalı Elektron
DTA	: Diferansiyel Termal Analiz
XRD	: X Işınları Difraktometresi
FL	: Fotolüminesans
EL	: Elektolüminesans
KL	: Katodolüminesans
MKL	: Mekanolüminesans
KML	: Kemilüminesans
TL	: Termolüminesans
Sr090	: $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4$: Eu _{0,05} , Dy _{0,05} Numunesi(üre +borik asit)
Sr090sitrik	: $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4$: Eu _{0,05} , Dy _{0,05} Numunesi(Sitrik +borik asit)
Sr094	: $\text{Sr}_{0,94}\text{Al}_2\text{O}_4$: Eu _{0,05} , Dy _{0,05} Numunesi
Sr095	: $\text{Sr}_{0,95}\text{Al}_2\text{O}_4$: Eu _{0,05} Numunesi
SrLi	: $\text{Sr}_{0,80}(\text{Li}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4$: Eu _{0,05} , Dy _{0,05} Numunesi
SrNa	: $\text{Sr}_{0,80}(\text{Na}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4$: Eu _{0,05} , Dy _{0,05} Numunesi
SrK	: $\text{Sr}_{0,80}(\text{K}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4$: Eu _{0,05} , Dy _{0,05} Numunesi
SrBa	: $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ba}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4$: Eu _{0,05} , Dy _{0,05} Numunesi
SrCa	: $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ca}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4$: Eu _{0,05} , Dy _{0,05} Numunesi
SrMg	: $\text{Sr}_{0,80}(\text{Mg}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4$: Eu _{0,05} , Dy _{0,05} Numunesi
UV	: Mor Ötesi

ÇİZELGE LİSTESİ

	<u>Sayfa</u>
Çizelge 2.1 : Uyarılma şekline göre oluşan ışıma mekanizmaları.....	4
Çizelge 2.2 : Uzun süreli ışıyan fosforesans fosforlar	12
Çizelge 3.1 : Deneylerde kullanılan kimyasal tozların mol ağırlıkları	23
Çizelge 4.1 : $\text{Sr}_{0.90}\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0.05}, \text{Dy}_{0.05}$ (üre + borik asit katkılı) numune sentezi için gerekli başlangıç malzemeleri ve miktarları	30
Çizelge 4.2 : $\text{Sr}_{0.90}\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0.05}, \text{Dy}_{0.05}$ (sitrik asit + borik asit katkılı) numune sentezi için gerekli başlangıç malzemeleri ve miktarları	38
Çizelge 4.3 : $\text{Sr}_{0.94}\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0.01}, \text{Dy}_{0.05}$ (üre + borik asit katkılı) numune sentezi için gerekli başlangıç malzemeleri ve miktarları	41
Çizelge 4.4 : $\text{Sr}_{0.95}\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0.05}$ numunesi sentezi için gerekli başlangıç malzemeleri ve miktarları	44
Çizelge 4.5 : $\text{Sr}_{0.80}(\text{Li})_{0.10}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0.05}, \text{Dy}_{0.05}$ numunesi sentezi için gerekli başlangıç malzemeleri ve miktarları	49
Çizelge 4.6 : $\text{Sr}_{0.80}(\text{Na})_{0.10}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0.05}, \text{Dy}_{0.05}$ numunesi sentezi için gerekli başlangıç malzemeleri ve miktarları	52
Çizelge 4.7 : $\text{Sr}_{0.80}(\text{K})_{0.10}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0.05}, \text{Dy}_{0.05}$ numunesi sentezi için gerekli başlangıç malzemeleri ve miktarları	55
Çizelge 4.8 : $\text{Sr}_{0.80}(\text{Mg})_{0.10}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0.05}, \text{Dy}_{0.05}$ numunesi sentezi için gerekli başlangıç malzemeleri ve miktarları	59
Çizelge 4.9 : $\text{Sr}_{0.80}(\text{Ca})_{0.10}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0.05}, \text{Dy}_{0.05}$ numunesi sentezi için gerekli başlangıç malzemeleri ve miktarları	62
Çizelge 4.10 : $\text{Sr}_{0.80}(\text{Ba})_{0.10}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0.05}, \text{Dy}_{0.05}$ numunesi sentezi için gerekli başlangıç malzemeleri ve miktarları	65

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1 : Jablonski-Perrin diyagramı.....	6
Şekil 2.2 : Farklı aktivatör ve ko-aktivatör kons. oranlarında 5 değişik lüminesans.....	15
Şekil 2.3 : Başlıca toprak alkali aluminat esaslı fosforlara ait ışıma spektrumu	17
Şekil 2.4 : Işıma renkleri: (a) $\text{CaAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+}$, Nd^{3+} , (b) $\text{BaAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+}$, Dy^{3+} , (c) $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+}$, Dy^{3+}	17
Şekil 2.5 : Monoklinik SrAl_2O_4 yapısı	18
Şekil 2.6 : Monoklinik SrAl_2O_4 yapısının a ve c yönleri boyunca şematik gösterimi.	19
Şekil 2.7 : Uv ile uyarılmış SrAl_2O_4 kompozisyonları (1) $\text{SrAl}_2\text{O}_4 : \text{Eu}^{2+}$ (2) $\text{SrAl}_2\text{O}_4 : \text{Eu}^{2+}, \text{Dy}^{3+}$ (3) $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Dy}^{3+}$, (4) SrAl_2O_4	20
Şekil 2.8 : Farklı numunelerin ışıma bozunum eğrileri: (1) $\text{Sr}_{0.99}\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0.01}$, (2) $\text{Sr}_{0.97}\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0.01}$, (3) $\text{Sr}_{0.97}\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0.01}, \text{Dy}_{0.02}$	20
Şekil 2.9 : Elektron transfer biçimleri: a,b; elektron tuzaklaması, c; boşluk tuzaklaması, d; direkt birleşme, e; indirekt birleşme	21
Şekil 3.1 : PerkinElmer™ Diamond TG/DTA cihazı.....	25
Şekil 3.2 : Bruker™ AXSD8 Advanced XRD cihazı.....	26
Şekil 3.3 : JEOL™ JSM 5410 SEM cihazı.....	26
Şekil 3.4 : VARIAN™ Floresans Spektrometre cihazı.	28
Şekil 4.1 : 650-950-1300°C’ de elde edilen $\text{Sr}_{0.90}\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0.05}, \text{Dy}_{0.05}$ (üre + borik asit katkılı) toz numune örnekleri	30
Şekil 4.2 : Üre ve borik asit katkılı $\text{Sr}_{0.90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0.05}, \text{Dy}_{0.05}$ numunesi TG/DTA sonucu.	31
Şekil 4.3 : Üre ve borik asit katkılı $\text{Sr}_{0.90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0.05}, \text{Dy}_{0.05}$ numunesinin değişen sıcaklıklardaki XRD sonuçları	32
Şekil 4.4 : $\text{Sr}_{0.90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0.05}, \text{Dy}_{0.05}$ numunesinin SEM fotoğrafları (a) 650oC, (b) 950°C, (c) 1300°C.....	33
Şekil 4.5 : 650°C’de sentezlenen $\text{Sr}_{0.90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0.05}, \text{Dy}_{0.05}$ numunesi uyarılma – ışıma grafiği	34
Şekil 4.6 : 650°C’de sentezlenen $\text{Sr}_{0.90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0.05}, \text{Dy}_{0.05}$ numunesi ışıma ömrü grafiği	35
Şekil 4.7 : 950°C’de sentezlenen $\text{Sr}_{0.90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0.05}, \text{Dy}_{0.05}$ numunesi uyarılma – ışıma grafiği	35
Şekil 4.8 : 950°C’de sentezlenen $\text{Sr}_{0.90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0.05}, \text{Dy}_{0.05}$ numunesi ışıma ömrü grafiği	36
Şekil 4.9 : 1300°C’de sentezlenen $\text{Sr}_{0.90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0.05}, \text{Dy}_{0.05}$ numunesi uyarılma – ışıma grafiği	37
Şekil 4.10 : 1300°C’de sentezlenen $\text{Sr}_{0.90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0.05}, \text{Dy}_{0.05}$ numunesi ışıma ömrü grafiği	37

Şekil 4.11 : 650-950-1300°C’de elde edilen sitrik asit katkılı $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ toz numune örnekleri.....	38
Şekil 4.12 : Sitrik ve borik asit katkılı $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ Numunesinin değişen sıcaklıklardaki XRD sonuçları	39
Şekil 4.13 : Sitrik ve borik asit katkılı $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesinin değişen sıcaklıklardaki SEM mikroyapı fotoğrafları (a) 650°C, 2kX-5kX (b) 950°C, 2kX-5kX (c) 1300°C, 2kX- 5kX	40
Şekil 4.14 : $\text{Sr}_{0,94}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,01}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesinin değişen sıcaklıklardaki XRD sonuçları..	42
Şekil 4.15 : 1300°C’ de elde edilen $\text{Sr}_{0,94}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,01}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi mikroyapı fotoğrafı a) 2kX, b)5kX.....	42
Şekil 4.16 : $\text{Sr}_{0,94}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,01}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesinin uyarılma ve ışıma davranışını gösteren grafik.....	43
Şekil 4.17 : 1300°C’de sentezlenen $\text{Sr}_{0,94}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,01}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi ışıma ömrü grafiği.....	44
Şekil 4.18 : $\text{Sr}_{0,95}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$ numunesinin 1300°C’deki XRD sonucu	45
Şekil 4.19 : $\text{Sr}_{0,95}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$ numunesinin 1300°C’ de mikroyapı fotoğrafı a) 2kX, b) 5kX.....	46
Şekil 4.20 : $\text{Sr}_{0,95}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$ numunesinin uyarılma ve ışıma davranışını gösteren grafik	47
Şekil 4.21 : $\text{Sr}_{0,95}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$ numunesinin ışıma ömrü davranışını gösteren grafik	47
Şekil 4.22 : $\text{Sr}_{0,80}(\text{Li})_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesinin 1300°C’ deki XRD sonuçları	50
Şekil 4.23 : $\text{Sr}_{0,80}(\text{Li})_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesinin 1300°C’de ki mikroyapı fotoğrafı, a) 2kX b) 5kX	50
Şekil 4.24 : $\text{Sr}_{0,80}(\text{Li})_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesinin uyarılma–ışıma grafiği	51
Şekil 4.25 : $\text{Sr}_{0,80}(\text{Li})_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesinin ışıma ömrü davranışını gösteren grafik.....	52
Şekil 4.26 : $\text{Sr}_{0,80}(\text{Na})_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesinin 1300°C’ deki XRD sonuçları	53
Şekil 4.27 : $\text{Sr}_{0,80}(\text{Na})_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesinin 1300°C’de ki mikroyapı fotoğrafı, a) 2kX b) 5kX	53
Şekil 4.28 : $\text{Sr}_{0,80}(\text{Na})_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesinin uyarılma–ışıma grafiği ..	54
Şekil 4.29 : $\text{Sr}_{0,80}(\text{Na})_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesinin ışıma ömrü davranışını gösteren grafik.....	55
Şekil 4.30 : $\text{Sr}_{0,80}(\text{K})_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesinin 1300°C’ deki XRD sonuçları	56
Şekil 4.31 : $\text{Sr}_{0,80}(\text{K})_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesinin 1300°C’de ki mikroyapı fotoğrafı, a) 2kX b) 5kX.....	57
Şekil 4.32 : $\text{Sr}_{0,80}(\text{K})_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesinin uyarılma–ışıma grafiği ..	57
Şekil 4.33 : $\text{Sr}_{0,80}(\text{K})_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesinin ışıma ömrü davranışını gösteren grafik.....	58
Şekil 4.34 : $\text{Sr}_{0,80}(\text{Mg})_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesinin 1300°C’ deki XRD sonuçları	60
Şekil 4.35 : $\text{Sr}_{0,80}(\text{Mg})_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesinin 1300°C’de ki mikroyapı fotoğrafı, a) 2kX b) 5kX.....	60
Şekil 4.36 : $\text{Sr}_{0,80}(\text{Mg})_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesinin uyarılma–ışıma grafiği ..	61
Şekil 4.37 : $\text{Sr}_{0,80}(\text{Mg})_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesinin ışıma ömrü davranışını gösteren grafik.....	62

Şekil 4.38 :	Sr _{0,80} (Ca) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} numunesinin 1300°C’ deki XRD sonuçları	63
Şekil 4.39 :	Sr _{0,80} (Ca) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} numunesinin 1300°C’de ki mikroyapı fotoğrafı, a) 2kX b) 5kX	64
Şekil 4.40 :	Sr _{0,80} (Ca) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} numunesinin uyarılma–ışınım grafiği	64
Şekil 4.41 :	Sr _{0,80} (Ca) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} numunesinin ışınım ömrü davranışını gösteren grafik.....	65
Şekil 4.42 :	Sr _{0,80} (Ba) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} numunesinin 1300°C’ deki XRD sonuçları	66
Şekil 4.43 :	Sr _{0,80} (Ba) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} numunesinin 1300°C’de ki mikroyapı fotoğrafı, a) 2kX b) 5kX	67
Şekil 4.44 :	Sr _{0,80} (Ba) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} numunesinin uyarılma–ışınım grafiği	67
Şekil 4.45 :	Sr _{0,80} (Ba) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} numunesinin ışınım ömrü davranışını gösteren grafik.....	68
Şekil 5.1 :	Sr _{0,90} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} , Sr _{0,94} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,01} , Dy _{0,05} , Sr _{0,95} Al ₂ O ₄ :Eu _{0,05} numuneleri karşılaştırmalı XRD sonuçları	71
Şekil 5.2 :	Sr _{0,80} (Li) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} , Sr _{0,80} (Na) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} , Sr _{0,80} (K) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} numuneleri karşılaştırmalı XRD sonuçları.....	72
Şekil 5.3 :	Sr _{0,80} (Li) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} , Sr _{0,80} (Na) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} , Sr _{0,80} (K) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} , Sr _{0,90} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} numunelerinin karşılaştırmalı XRD sonuçları	72
Şekil 5.4 :	Sr _{0,80} (Mg) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} , Sr _{0,80} (Ca) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} , Sr _{0,80} (Ba) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} numunelerinin karşılaştırmalı XRD sonuçları.....	75
Şekil 5.5 :	Sr _{0,80} (Mg) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} , Sr _{0,80} (Ca) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} , Sr _{0,80} (Ba) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} , Sr _{0,90} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} numunelerinin karşılaştırmalı XRD sonuçları	75
Şekil 5.6 :	Sr _{0,90} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} ve Sr _{0,94} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,01} , Dy _{0,05} numunelerinin karşılaştırmalı uyarılma-ışınım şiddeti-dalga boyu grafiği	76
Şekil 5.7 :	Sr _{0,90} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} ve Sr _{0,94} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,01} , Dy _{0,05} numunelerinin karşılaştırmalı ışınım ömrü grafiği	77
Şekil 5.8 :	Sr _{0,95} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} ve Sr _{0,90} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} numnelerinin karşılaştırmalı ışınım şiddeti - uyarılma- dalga boyu grafiği	78
Şekil 5.9 :	Sr _{0,95} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} ve Sr _{0,90} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} numnelerinin karşılaştırmalı ışınım ömrü davranışı grafiği	78
Şekil 5.10 :	Sr _{0,80} (Li) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} , Sr _{0,80} (Na) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} , Sr _{0,80} (K) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} , Sr _{0,90} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} numnelerinin karşılaştırmalı ışınım şiddeti uyarılma-dalga boyu grafiği	79
Şekil 5.11 :	Sr _{0,80} (Li) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} , Sr _{0,80} (Na) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} , Sr _{0,80} (K) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} , Sr _{0,90} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} numnelerinin karşılaştırmalı ışınım ömrü davranışı grafiği	80
Şekil 5.12 :	Sr _{0,80} (Mg) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} , Sr _{0,80} (Ca) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} , Sr _{0,80} (Ba) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} , Sr _{0,90} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} numnelerinin karşılaştırmalı ışınım şiddeti uyarılma- dalga boyu grafiği	81
Şekil 5.13 :	Sr _{0,80} (Mg) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} , Sr _{0,80} (Ca) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} , Sr _{0,80} (Ba) _{0,10} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} , Sr _{0,90} Al ₂ O ₄ : Eu _{0,05} , Dy _{0,05} numnelerinin karşılaştırmalı ışınım ömrü davranışı grafiği	81

Şekil 5.14 : $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4\text{: Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$, $\text{Sr}_{0,80}(\text{Li})_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4\text{: Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$, $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ba})_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4\text{: Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ ve ticari ZnS fosforesans malzemeleri ışınma şiddetlerinin karşılaştırılmalı grafiği	82
--	----

MODİFİYE EDİLMİŞ SOL - JEL PROSESİYLE STRONSIYUM ALÜMİNAT ESASLI FOSFORESANS MALZEME SENTEZİ

ÖZET

Değişen katkı elementleri ilavesiyle SrAl_2O_4 esaslı uzun süreli ışıyan fosforesans malzeme sentezi ve sentezlenen malzemenin özelliklerinin tayin edilmesi bu çalışmanın temel amacını oluşturmaktadır. Fosforesans malzeme elde etmek için seçilen sentez yöntemi ise modifiye edilmiş sol-jel prosesidir. Proses; toprak alkali, alkali nitratların veya asetatlarının suda, nadir toprak elementi oksitlerinin nitrik asitte ve yakıt olarak kullanılan ürenin deionize suda çözünmesiyle, bütün çözeltilerin tek bir beher içerisinde birleştirilmesi neticesinde homojen nihai çözelti oluşturulmasını, oluşan çözeltiden 120°C 'de yaklaşık 4 saat sonunda beyaz köpüksü jel oluşumunu, jelin 650°C 'de fırın otamında kuvvetli ekzotermik reaksiyonlar neticesinde toz formunda malzemeye dönüşümünü, bu tozdan 950°C 'de kalıntı organiklerin giderilmesi için 2 saat kalsinasyon işleminin yapılmasını ve karbon atmosferinde 2 saat 1300°C 'de redüksiyon sonucunda nihai fosforesans malzeme eldesini kapsamaktadır. Numuneler 3 farklı grup oluşturacak şekilde, evropiyum ve disprozyum katkılı SrAl_2O_4 esaslı fosforlar, Li, Na ve K (IA) alkali elementleri ilaveli Eu, Dy katkılı SrAl_2O_4 esaslı numuneler, Mg, Ca ve Ba (IIA) toprak alkali elementleri ilaveli Eu, Dy katkılı SrAl_2O_4 esaslı numuneler hazırlanmıştır. Fosforesans numunelerin karakterizasyonu; DTA, XRD, SEM ve spektrofotometre cihazları ile gerçekleştirilmiştir. Nihai fosforesans toz yapısı 1-3 μm boyutlarında elde edilmiştir.. SEM mikroyapı fotoğraflarından yapının homojen olmayan düzensiz morfolojide olduğu saptanmıştır. XRD analiz sonuçlarına göre nihai fosforesans malzemenin ana yapısını SrAl_2O_4 fazının oluşturduğu tespit edilmiştir. Değişen evropiyum miktarının kristal kafes yapısına hiçbir etkisi olmadığı, alkali ve toprak alkali elementi yardımcı katkı elementlerinin yapıya ilave edildiğinde ise XRD sonuçlarında tespit edilen karakteristik SrAl_2O_4 piklerinin değişen atomik çaplara göre daha yüksek veya düşük 2θ açılara ötelendiği saptanmıştır. Spektrofotometrik ölçümler neticesinde azalan evropiyum miktarıyla orantılı ışıma şiddetinin ve ömrünün azaldığı sonucu elde edilmiştir. Yapıya ilave edilen değişik alkali ve toprak alkalik elementleri ile ışıma şiddetlerinin oldukça arttığı buna karşın ışıma ömürlerinin sadece evropiyum ve disprozyum katkılı numunelere göre düşük olduğu gözlemlenmiştir. SrAl_2O_4 ana matrisine sadece evropiyum katkısı yapıldığında ışıma şiddetinin insan gözünün algılayamayacağı mertebede olduğu ve ışıma ömrünün tespit edilemediği saptanmıştır. Deneysel çalışmalar sonucunda elde edilen malzemelerin ticari ZnS esaslı fosforesansa göre çok üstün özelliklerde olduğu yapılan spektrofotometrik ölçümlerle ortaya konmuştur.

SYNTHESIS OF STRONTIUM ALUMINATES PHOSPHORESCENCE MATERIAL BY MODIFIED SOL-GEL PROCESS

SUMMARY

The purpose of this study is to synthesize SrAl_2O_4 -based long-term light emitting phosphorescence material with the addition of various elements and determine the purpose of these materials. The chosen synthesis method is modified sol-gel process. The process comprises of several steps beginning with dissolving earth alkaline elements, alkaline nitrates and acetates in water, rare earth element oxides in nitric acid and fuel-grade urea in deionized water. The solutions are then put together to create the final homogenous solution. In the next step white foam-like gel is formed at 120°C in 4 hours, followed by transforming into powder as a result of exothermic reactions in a furnace atmosphere at 650°C . Organic residuals are removed after 2-hour calcination at 950°C and finally the phosphorescence material is obtained after 2-hour reduction at 1300°C . The specimens are prepared in three different compositions as; Eu and Dy doped SrAl_2O_4 based phosphors, Li, Na, K co-doped and Eu, Dy doped SrAl_2O_4 based phosphors, Mg, Ca, Ba co-doped and Eu, Dy doped SrAl_2O_4 based phosphors. Characterization of the phosphorescence specimens are carried out with DTA, XRD, SEM and spectrophotometry analysis. Final phosphorescence powder size is calculated as 1-3 microns. SEM microstructure imaging showed that the powder has inhomogenous, irregular morphology and XRD results concluded that the main phase of the material is SrAl_2O_4 . Varying content of Europium had no effect on the crystal lattice structure and when incorporated, alkaline and earth alkaline elements shifted the 2θ angles of the characteristic SrAl_2O_4 peaks in XRD results. Spectrophotometric analysis showed that the decreasing amount of Europium decreased the light emission time. Various alkaline and earth alkaline elements increased the light emission considerably but the duration of the emission is relatively reduced against that of the specimens with Europium and Dysprosium. Addition of Europium into the main SrAl_2O_4 matrix created an emission level which is beyond the detection range of human eye, thus couldn't be calculated in terms of emission duration. According to the results of the spectrophotometric analysis, experimentally produced material is far more superior than commercial-grade, ZnS-based phosphorescence material.

1. GİRİŞ VE AMAÇ

Yüzyıllardır fosfor esaslı malzemeler üzerine çalışmalar yapılmakta olup; fosfor, ilk olarak, 17. yüzyılda İtalyan simyacı Vincentinus Casciarolo tarafından bulunmuştur. Kömür ocağında, volkanik bir kayaktan yanma reaksiyonu sonucu soy metal eldesi amacıyla yapılan bu çalışmada, elde edilen soy metalin gün ışığına maruz kaldığında karanlık ortamda kırmızı renkte parladığı gözlemlenmiştir. Günümüzde, bu malzemenin barit madeni olduğu ve yanma reaksiyonu sonucu oluşan ürünün ise fosforun ana matris malzemesi olan BaS olduğu bilinmektedir. Işık saçan bu taşlara, Yunan mitolojisindeki sabah yıldızı Venüs'e itafen ışık taşıyıcısı anlamındaki, fosfor adı verilmiştir. Diğer bir terim olan lüminesans da fosforla aynı anlama gelmekte ve aynı amaçla kullanılmaktadır. Lüminesans oluşumu, elektronik olarak uyarılmış maddenin mor ötesi, kızıl ötesi ve görünür bölgede ışıma yapması olarak tanımlanmaktadır [1-3].

Lüminesans malzemeler hakkındaki en kapsamlı ve etkin çalışma, 20. yüzyıl başlarında Alman kimyacı Philip E. A. Lenard ve arkadaşları tarafından yapılmıştır. Çalışmalarında toprak alkali kalkojenit ve ZnS esaslı fosfor üreten ekip, ayrıca fosfor oluşum prensibini saptamışlardır. 1920'lerin sonları ve 1930'larda P. W. Pohl ve arkadaşları, Ti^{+} doplu alkali halejenür fosforlar üzerine çalışmalar yapmış ve tek kristal yapıda fosfor üretmişlerdir. İkinci dünya savaşından itibaren ise, katı hal fiziği, yarı iletkenler ve kafes bozunum fiziği konularındaki gelişmeler sonucu, fosfor üzerine yapılan çalışmalar önemli ölçüde gelişmiştir. Bu dönemde, lüminesans ve fosfor oluşum mekanizmaları üzerine ayrıntılı çalışmalar hız kazanmıştır [1].

Uzun süreli ışıyan lüminesans malzemeler üzerine yapılan çalışmalar, genel olarak ZnS esaslı geleneksel fosforlar ve günümüz fosforları olan toprak alkali aluminat, silikat ve serat esaslı lüminesans malzemeler üzerine yoğunlaşmıştır. Uzun süreli ışıma sağlayan lüminesans malzemelere ilk örnek, ışıma süreleri yaklaşık 40 dakika olan Cu ve Co doplu ZnS esaslı fosforlardır. Bu malzemeler yerini, daha sonra Lenard ve arkadaşları tarafından geliştirilen CaS ve SrS fosforları gibi toprak alkali sulfit esaslı fosforlara bırakmıştır. 1970'lerde Lehman ve arkadaşları, güneş ışığıyla

uyarılabilen, Bi^{+3} , Eu^{+2} , Ce^{+3} doplu, toprak alkali sülfid esaslı fosforlar elde etmişlerdir. Bu tür fosforların kimyasal olarak inert olmayışı, çalışmaları kimyasal olarak inert fosfor üretimine yöneltmiştir. 1995 yılında, Matsuzawa ve arkadaşları, yeni nesil uzun süreli ışıma sağlayan Eu^{+2} , Dy^{+3} doplu SrAl_2O_4 esaslı fosforu üretmişlerdir. Yeni nesil bu fosforlar; uzun süreli ışıma, yüksek ışıma şiddeti, saf renk eldesi, yüksek kimyasal ve termal direnç, kimyasal olarak inertlik gibi özellikleri ile geleneksel ZnS esaslı ve toprak alkali sülfid esaslı fosforların yerini almışlardır [4-6].

Uzun süreli ışıma sağlayan fosforların üretimi sıvı ya da katı hal reaksiyonlarıyla gerçekleştirilebilmektedir. Literatürde, Matsuzawa ve arkadaşları katı hal reaksiyonu kullanarak $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+},\text{Dy}^{3+}$ esaslı fosforları 1300°C 3 saat redüksiyon sonucu elde etmiştir [5]. Qiu ve arkadaşlarının, sol – jel yanma sentezi ile 600°C 'de uzun süreli ışıma sağlayan SrAl_2O_4 esaslı fosfor üretmişlerdir ve üretilen fosforun ışıma süresi ve şiddetinin analizini spektrofotometre cihazı ile gerçekleştirmiştir [7]. Huang ve arkadaşları, sol – jel sentez metodu ile $600 - 1300^\circ\text{C}$ aralığında 3 farklı ısı işlem koşulu kullanarak SrAl_2O_4 esaslı fosfor malzeme elde etmiştir ve elde edilen fosfor malzemelerin analizlerinde; XRD, SEM ve spektrofotometre tekniklerini kullanmıştır [8]. Zhang ve arkadaşları, SrAl_2O_4 esaslı fosfor malzemeyi, sol – jel yanma sentez tekniği ile $600 - 1150^\circ\text{C}$ aralığında yapılan ısı işlemleriyle elde etmiştir. Elde edilen ürünün ışıma şiddeti ve parlaklıkları karşılaştırılmış ve yapılan TEM çalışmaları ile ışıma özelliğine tane boyutunun etkisi araştırılmıştır [9].

Bu çalışmada stronsiyum aluminat esaslı uzun süreli ışıma sağlayan fosforların modifiye edilmiş sol-jel metoduyla literatürdeki sentez sıcaklıklarından daha düşük sıcaklıklarda ve zaman aralığında sentezi, daha homojen ve saf renklerde fosforesans malzeme eldesi, evropiyum ve disprozyum nadir toprak elementlerinin ana matris SrAl_2O_4 yapısına katkılanırılmasının yanında, literatürde olmayan alkali ve toprak alkali elementlerinin katkılanırılmasıyla fosfor elde edilmesi, elde edilen ürünlerin yapısal ve ışıma davranışlarının analiz edilmesi amaçlanmıştır.

2. LÜMINESANS

Elektronik olarak uyarılmış maddenin mor ötesi, kızıl ötesi ve görünür bölgede ışıma yapmasına lüminesans denir. İlk olarak, 17. yüzyılda İtalyan simyacı Vincentinus Casciarolo tarafından tesadüfen bulunan ve volkanik bir kayaktan yanma reaksiyonu sonucu soy metal eldesi amacıyla yapılan çalışmada taşın ışıma yaptığı gözlemlenmiştir. Lüminesans kelimesi ise ilk olarak fizikçi ve fen tarihçisi Eilhardt Wiedermann tarafından 1888 yılında latince kökü lumen, ışık anlamına gelen kelimeden türetilmiştir ve ışık saçan anlamına gelmektedir [1,10].

Lüminesans oluşumunda, elektronların uyarılması bir diğer elektron, foton veya bir elektrik alanı gibi diğer harici kaynaklardan gelen enerjinin soğurulması ile gerçekleşir. Uyarılmış bir elektron, minimum enerjiye sahip temel halinden daha yüksek bir enerji seviyesindeki bir kuantum halindedir. Yalıtkan ve yarı-iletkenlerde elektronik temel hal genel olarak valans bandındaki elektronlar olarak tanımlanmaktadır ve bu tür elektronlarla dolmuştur. Uyarılmış kuantum hali genelde boş olan ve “bant boşluğu” (ΔE_g) olarak adlandırılan bir enerji bandı ile valans bandından ayrılmış olan iletim bandında yer alır. Bu yüzden metalik malzemelerin aksine bu tür malzemelerde bant içinde elektron enerjisinde görülen devamlı ufak değişimler görülmez. Bunun yerine yarı-iletken veya yalıtkanlarda bir elektronu uyarmak için bant boşluğuna denk minimum enerji gerekmektedir ve uyarılmanın nötralize olmasıyla açığa çıkan enerji neredeyse bu bant boşluğuna eşittir. Yarı-iletken malzemelerdeki bant boşluğunda, çok az elektronun oda sıcaklığında valans bandından bu bantta boşluklar bırakarak iletim bandına yükselmesi gerçekleşir [10].

Fosforlarda görülebilen ışıltama, elektronları daha yüksek bir enerji seviyesine, örneğin iletim bandına, uyarmakla gözlemlenebilir. Bu tür bir uyarma pek çok yöntemle yapılabilmektedir (Çizelge 2.1)[10,11].

Çizelge 2.1 : Uyarılma şekline göre oluşan lüminesans mekanizmaları [11].

Işıma Türü	Uyarılma Türü
Fotolüminesans (Floresans, fosforesans)	Fotonların absorblanması
Radyolüminesans	X ışınları, β , α , γ ışıması
Katodolüminesans	Katod Işınları (elektron demeti)
Elektrolüminesans	Elektriksel Alan
Termolüminesans	Radyoaktif Işınlr
Kemilüminesans	Kimyasal Prosesler(oksidasyon gibi)
Biolüminesans	Biokimyasal Prosesler

Bir yalıtkan veya yarı-iletken malzeme elektromanyetik radyasyonu soğurduğunda (foton vb.) bir elektron daha yüksek bir enerji kuantum seviyesine uyarılabilir. Eğer uyarılan bu elektron foton yayarak daha düşük enerji kuantum seviyesine geri dönerse bu olaya da “fotolüminesans” (FL) denir. FL yoğunluğu, ölçüm sıcaklığına ve uyarma ışığının enerjisine bağlıdır [10-13].

Bir malzeme, uygulanan bir elektrik alanı etkisi ile oluşan elektromanyetik radyasyonu saçarsa bu olaya da “elektrolüminesans” (EL) adı verilir. EL cihazının bilinen ilk örneği, yüksek voltaj altında silikon karbürden saçılan ışığı gözlemleyen Henry Joseph Round tarafından açıklanmıştır. [10,11,14,15].

Katodlüminesans (KL), enerjisi yüksek elektronlar tarafından uyarılmış malzemelerden gelen ışığın saçılması olayıdır. Uyarıcı birincil elektronlar bir ışına odaklanarak, taramalı elektron mikroskopunda olduğu gibi yüzey taraması yapacak şekilde kullanılabilir. Bu da yüksek uzaysal çözünürlükte KL elde edilmesini sağlar [10].

2.1 Lüminesans Malzemelerin Tarihçesi ve Gelişimi

Yüzyıllardır fosfor esaslı malzemeler üzerine çalışmalar yapılmakta olup; fosfor, ilk olarak, 17. yüzyılda İtalyan simyacı Vincentinus Casciarolo tarafından bulunmuştur. Kömür ocağında, volkanik bir kayaktan yanma reaksiyonu sonucu soy metal eldesi amacıyla yapılan bu çalışmada, elde edilen soy metalin gün ışığına maruz kaldığında karanlık ortamda kırmızı renkte parladığını gözlemlenmiştir. Günümüzde, bu malzemenin barit madeni olduğu ve yanma reaksiyonu sonucu oluşan ürünün ise fosforun ana matris malzemesi olan BaS olduğu bilinmektedir. Işık saçan bu taşlara, Yunan mitolojisindeki sabah yıldızı Venüs'e atfen ışık taşıyıcısı anlamındaki, fosfor (lüminesans) adı verilmiştir [1].

Tarihte bilinçli olarak yapılan ilk fosfor üretimi ve bilimsel çalışma Fransız kimyacı Theodore Sidot tarafından 1886 yılında gerçekleştirilmiştir. Bu çalışma ile televizyon tüpleri için önemli bir sınıf olan ZnS esaslı fosfor prototipi üretimi gerçekleştirilmiştir [1].

19. yüzyıl sonları ve 20. yüzyıl başlarında ise Alman kimyacı Philip E. A. Lenard ve arkadaşları tarafından fosfor üretimi alanında kapsamlı ve etkin çalışmalar yapılmıştır. Çalışmalarında toprak alkali kalkojenit ve ZnS esaslı fosfor üreten ekip, ayrıca fosfor oluşum prensibini saptamışlardır. 1920'lerin sonları ve 1930'larda P. W. Pohl ve arkadaşları, Ti^{+} katkılı alkali halejenür fosforlar üzerine çalışmalar yapmış ve tek kristal yapıda fosfor üretmişlerdir. Pohl ve arkadaşlarının F Seitz ile yaptıkları işbirliği neticesinde günümüzde hala geçerli olan lüminesans fiziğinin temelini oluşturmuşlardır [1,4].

Radio Corporation of America firmasında Humbolt Leverenz ve çalışma arkadaşları da televizyon tüplerinde kullanılmak için fosforlar üretmişlerdir. Detaylı çalışmaları ZnS esaslı fosforlar üzerine yoğunlaşmıştır [1].

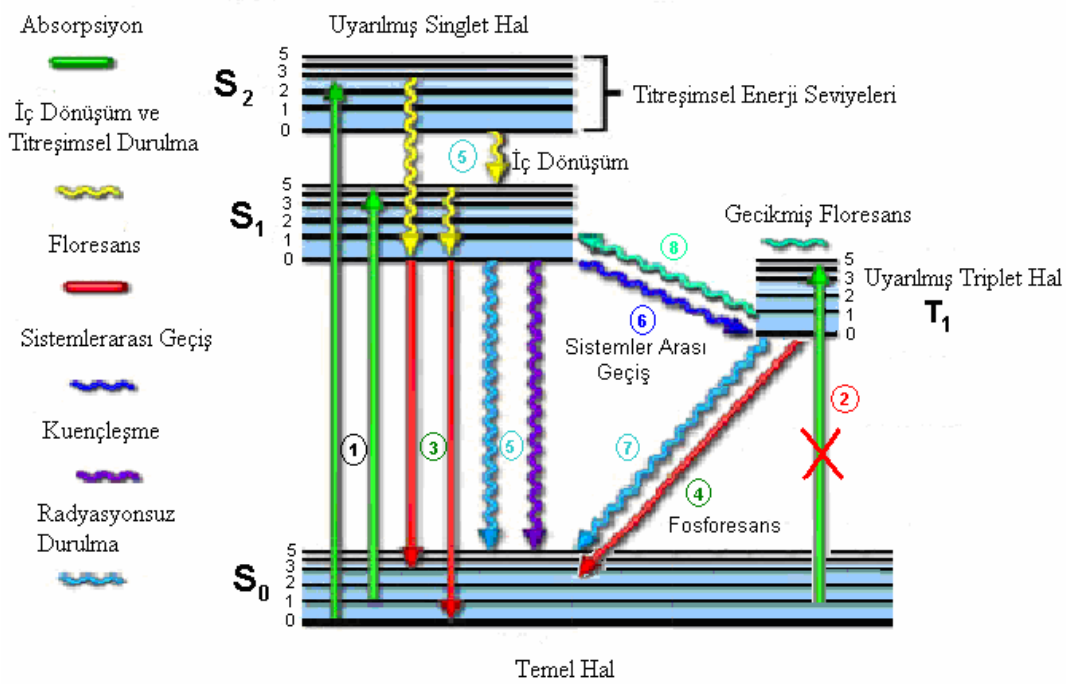
İkinci dünya savaşından itibaren ise, katı hal fiziği, yarı iletkenler ve kafes bozunum fiziği konularındaki gelişmeler sonucu, fosfor üzerine yapılan çalışmalar önemli ölçüde gelişmiştir. Bu dönemde, lüminesans merkezlerinin konfigürasyonel koordinasyon modeli teorik olarak belirlenmiştir ve bu modele göre lüminesans bantlarının spektral biçimleri açıklanmıştır. Lüminesans oluşumundaki uyarılma enerjisi teorisi de önemli ölçüde açıklanabilmiştir. Genel olarak lüminesans ve fosfor oluşum mekanizmaları üzerine ayrıntılı çalışmalar hız kazanmıştır [1,10].

Günümüzde ise, fosfor esaslı malzemeler üzerine yapılan çalışmalarda, lüminesans oluşum mekanizması gelişen analiz teknikleriyle daha ayrıntılı olarak incelenmekte, nadir toprak elementi katkısının fosfor özelliklerine etkisi net olarak belirlenmektedir. Ayrıca kullanılan farklı ana matris, katkı malzemeleri ve seçilen farklı üretim teknikleri ile pek çok farklı araştırmaya konu olmuştur.

2.2 Lüminesans Oluşum Mekanizması

Işıma türleri bazı fotofiziksel prosesler ile gerçekleşmektedir. Prosesler uyarılmış haller arasında veya temel hal ile uyarılmış haller arasında gerçekleşen elektron transferleri olarak tanımlanır. Önemli fotofiziksel prosesler; radyasyonlu ve radyasyonsuz prosesler olmak üzere iki grup altında incelenmektedir [16,17].

Absorpsiyon sonucu uyarılmış hale geçen molekülün fotofiziksel prosesleri Jablonski-Perrin diyagramı ile gösterilebilmektedir (Şekil 2.1).



Şekil 2.1 : Jablonski-Perrin diyagramı [16].

Jablonski diyagramı aynı zamanda elektronik geçişler diyagramı olarak da bilinir. Bunun sebebi kromofor ve/veya florofor (Bir fotonu soğuran kromofor'a "florofor" denir) elektronlarının tanımlanmış farklı geçişlerden sorumlu olmasıdır [10].

Tekli ve üçlü hal terminolojileri, spin kuantum sayısı “s”in bir sonucudur. Kendi eksenini etrafında dönen (spining) elektron, “s” spinine sahip küçük ve bölgesel bir mıknatıs oluşturur. Tekli ve üçlü halleri elektron (s) spininin kuantum sayısına bağlıdır. Pauli dışlama prensibi’ne göre tanımlanmış bir yörüngedeki iki elektron, 4 adet eş kuantum sayısına sahip olamaz ve böylece spin sayısı konusunda farklılık gösterirler. Bir elektrona ilişkin iki spin sayısı vardır; +1/2 ve -1/2. Bu yüzden aynı yörüngeye ait iki elektron karşıt spinlere sahiptir [10].

Çeşitlilik (M) denilen parametre aşağıdaki formülle ifade edilir:

$$M = I s_1 + s_2 I + 1 \quad (2.1)$$

Spinler (dönüşler) birbirine paralel iken, örneğin M=1 iken, tekli hal S söz konusudur. Spinler anti-paralel iken ise, örneğin M=3 iken, üçlü hal T söz konusudur.

Işık absorpsiyonunun hemen ardından elektronlar manyetik ve elektrik bileşenlerin etkisi altına girer. Bu iki bileşenin geçiş prosesi sırasındaki katkıları aşağıda formülize edilmiştir:

$$F = (eV) + (evH/c) \quad (2.2)$$

Burada e, c, v, E ve H sırasıyla elektron şarjı/boşalması, ışık hızı, elektronun kendi kendine rotasyon hızı ve ışık dalgasının elektrik ve manyetik bileşenleridir. Ürünler (Ee) ve (evH/c) ise sırasıyla, absorpsiyon olayına yönelik elektrik ve manyetik alan katkılarıdır[10,16].

Elektron rotasyonunun kendi kendine olan hızı, ışık hızına kıyasla çok zayıftır. Bu nedenle absorpsiyona yönelik manyetik katkı, elektrik katkısına kıyasla ihmal edilebilir düzeydedir ve absorpsiyonun hemen ardından elektronlar ile elektrik alanı arasındaki etkileşim sebebiyle elektronik dönüşümler açığa çıkar. Böylece absorpsiyon sırasında, yerinden olmuş bir elektron aynı spin yönünü korumaya devam eder. Sonuçta $S_0 \rightarrow S_n$ dönüşümleri mümkündür ve $S_0 \rightarrow T_n$ dönüşümleri gerçekleşemez [10,16].

Jablonski-Perrin diyagramında ışığın malzemedeki absorpsiyonu sonucu oluşan radyosyunlu ışıma mekanizmaları:

-Tekli-tekli absorpsiyonu:

Tekli temel halden tekli uyarılmış hale geçiştir. Bu geçiş spektroskopik olarak müsaade edilen bir elektronik geçiş olup aşağıdaki denklem ile ifade edilir.



Deneyssel olarak $\varepsilon(S_0 \rightarrow S_1)$ şeklinde karakterize edilmektedir. Burada ε , molar absorpsiyon katsayısı olup, bu geçişin gücü hakkında fikir vermesi bakımından önemlidir. Tekli-Tekli absorpsiyonu 10^{-15} saniyelik bir zamanda gerçekleşir.

-Tekli-Üçlü Absorpsiyonu:

Sistemin tekli temel halden uyarılmış üçlü hale geçiştir. Bu geçişin gerçekleşmesi için elektronun spin değıştirmesi gerektiğinden spektroskopik olarak yasaklı bir geçiştir. Gerçekleşme ihtimali çok azdır ve aşağıdaki denklem ile ifade edilir.



Deneyssel olarak $\varepsilon(S_0 \rightarrow T_1)$ şeklinde karakterize edilmektedir. Sistemler çoğunlukla üçlü uyarılmış hale tekli uyarılmış haller üzerinden geçiş yapabilirler.

-Floresans:

Floresans terimi ilk olarak 19. Yüzyıl ortalarında Cambridge Üniversitesi Matematik ve Fizik Profesörü Sir George Gabriel Stokes tarafından ortaya konmuştur. Stokes floresans oluşum mekanizmasının ışığın absorblanması ve sonrasında ışıması sonucu meydana geldiğini yapmış olduğı deney ile ispatlamıştır. Bu deneyde kinin sülfat çözeltisini ışık spektrumunun görünür kısmına maruz bıraktığında çözelti renginde hiçbir değışiklik olmamasına rağmen mor ötesi ışığa maruz kalan çözeltinin renginin açık mavi renkte parladığını gözlemlemiştir. Bu oluşumun sebebini ise ışığın absorblanması ve ışıması mekanizmasına atfetmiştir. Deneyin sonucunda ışmanın, dış kaynağın cisimle etkileşimin kesildiğı anda durduğunu da tespit etmiştir.

Jablonski-Perrin diyagramında ise bu ışmanın nasıl oluştuğı teoriksel olarak verilmiştir. Buna göre floresans ışımaya müsaade edilen tekli-tekli emisyonudur ve tekli uyarılmış (S_1) halden tekli temel (S_0) hale geçiştir. Floresans olayı ışımalı bir elektronik transfer olup aşağıdaki denklem ile ifade edilir.



Floresans olayı yaklaşık olarak 10^{-8} saniyelik bir zamanda gerçekleşir [1,10,16,17].

-Fosforesans:

Işıma, yasaklanmış üçlü - tekli emisyon basamağıdır. Burada sistem üçlü uyarılmış (T_1) halden tekli temel hale (S_0) geçerken elektron spin değiştirir. Bu nedenle elektron spini bakımından yasaklanmış geçiş olarak ifade edilmektedir. Bu geçiş de ışımalı bir geçiş olduğundan fosforesans olarak adlandırılır. Fosforesans olayı aşağıdaki denklem ile ifade edilir [10].



Bu geçiş müsaadesiz olduğundan diğer fotofiziksel proseslere göre daha uzun zaman biriminde gerçekleşir. Bu zaman birimi 10^{-4} ile 1 saniyelik zaman aralığındadır [10].

Yaygın olarak karşılaşılan örnek bazı radyasyonsuz ışıma prosesleri ise;

-İç dönüşüm (Internal conversion):

Işımasız olarak gerçekleşen proses genellikle uyarılmış enerji seviyeleri ($S_2 \rightarrow S_1$) arasında gerçekleşir. Bazen de moleküler system en düşük uyarılmış enerji seviyesinden (S_1) temel hale (S_0) ışımasız olarak geçebilir. İç dönüşüm olayı aşağıdaki denklem ile ifade edilir.



Denklemden de anlaşılacağı gibi uyarılmış bir molekül temel hale geçerken, Sahip olduğu enerjiyi moleküler çarpışmalarla çevresine ısı olarak transfer eder. Fakat bu Şekildeki bir enerji transferinin sistemde büyük bir oranda sıcaklık artışına neden olmaz, sadece moleküllerin kinetik enerjilerinde bir artışa neden olur. İç dönüşüm olayı genellikle 10^{-12} saniyelik bir zamanda gerçekleşir [10,16].

-Sistemler arası geçiş (Intersystem crossing):

Işımasız olarak gerçekleşen bu proses yasaklanmış bir elektronik geçiştir. Çünkü moleküler sistem, tekli uyarılmış halden (S_1) üçlü uyarılmış hale (T_1) geçerken, spin değişimi gerçekleştirmektedir. Bu olayın gerçekleşmesinde moleküler yapının etkisi büyüktür. Bunun yanında molekülde bulunan ağır metaller de üçlü hale geçişi kolaylaştırır. Özellikle ağır metallerin ligant halde bulunduğu inorganik bileşiklerde bu geçişler ($S_1 \rightarrow T_1$) oldukça yaygındır. Bu olay aşağıdaki denklem ile ifade edilir [10].



2.3 Lüminesans Malzeme Üretim Yöntemleri

Fosfor malzemeler genel olarak yüksek sıcaklık katı hal reaksiyonlarıyla ya da sol-jel prosesiyle üretilmekte ya da sentezlenmektedir. Sentez esnasında, yüksek saflıkta başlangıç kimyasalları ve safsızlıklardan ana matriks oluşturulmaktadır, yani belirli stokiyometride aktivatör ve ko-aktivatör maddeler birbiriyle karıştırılarak kristal kafes içine difüze etmektedir. Fosfor sentezi ise hazırlanacak olan fosfor tipine göre değişiklik göstermektedir [18].

Katı-Hal Reaksiyonları

Katı hal reaksiyonlarıyla fosfor ana matrisi, katkılandırma prosesi oluşumu oldukça kritiktir ve reaksiyon sıcaklığı ile şartlarına bağlıdır. Başlangıç malzemelerin yüksek saflıkta olması, Fe, Co, Ni gibi fosfor kalitesini düşüren elementleri ihtiva etmemesi önemlidir. Yeterli miktarda başlangıç malzemeleri, karıştırıldıktan sonra ihtiyaç duyulduğu takdirde uygun flaks ilavesi ile 900-1500°C gibi yüksek sıcaklıkta fırın atmosferinde ya da kontrollü atmosferik şartlarda (N₂, C, CO veya N₂ ile %2-5 H₂) ısıtılma maruz bırakılır. Yanma sıcaklığı, süresi ve atmosferi, ısınma hızı gibi kalsinasyon koşulları deneysel çalışmaya göre en uygun hale getirilmelidir. Başlangıç kimyasallarının ve flaksın yapısal durumu üretilecek fosforun tane boyutu ve şekliyle direkt alakalıdır. Düşük ergime sıcaklığına sahip alkali halidler gibi flaksların varlığında daha düşük sıcaklıklarda prosesin gerçekleşmesi mümkündür [5,18,19].

Sol – Jel Prosesi

Çözelti, jel oluşturulabilecek şekilde koloidal taneciklerin sıvı içerisinde dağılımının sağlanmasıyla meydana gelmektedir. Jel birbine bağlanmış rijid network yapıdadır. Yapı mikrometre altı gözeneklerden ve mikron mertebesi uzunluktaki polimerik zincirlerden oluşmaktadır. Sol-jel prosesleri kurutulma şartlarına göre sınıflandırılmaktadırlar:

- Oda sıcaklığının üzerinde jelin kurutulma işlemi gerçekleşirse proses sol-gel
- Oda sıcaklığında kurutulma işlemi gerçekleşirse arojel
- Proses vakum altında gerçekleşirse de- xerojel adını almaktadır.

Ürünün tane boyutu çözeltideki başlangıç kimyasallarının konsantrasyonuna, jelleşme ve kuruma prosesine, kalsinasyon sıcaklığına bağlı olarak değişmektedir.

Konvensiyonel fosfor üretim metodlarına göre sol-jel prosesi oldukça fazla avantaja sahiptir. Bu avantajları ise aşağıda verildiği gibi sıralayabiliriz:

- Küçük tane boyutunda ve homojen toz eldesi
- Başlangıç malzemelerinin molekül seviyesinde karıştırabilmesi ve bunun sonucunda homojen çözelti eldesi
- Katkılandırma prosesinin (aktivatör ve ko-aktivatörlerin ana kafes yapısına dahil olması) basit ve verimli olması
- Kurutulmuş olan jel yapısındaki gözeneklerin oldukça küçük olması ve homojen dağılması
- Üretilen tozların yüzey alanlarının oldukça geniş olması ve bunun sonucunda düşük proses sıcaklıklarında işlem yapılabilmesi
- Düşük sıcaklıklarda sentez imkanı sebebiyle çapraz kontaminasyonlar engellebilir yani safsızlıkların minimize edilebilir olması.

Sonuç olarak sol-jel prosesiyle üretilen fosfor malzemeler daha iyi tanecik morfolojisindedir ve yüksek parlama sağlamaktadır [7,8,9,18,20,21].

Çöktürme Prosesi

Çöktürme prosesi, değişik uygulamalarda mikron altı ve küresel formda fosfor üretmek için kullanılan bir methodtur. Bu proseste fosfor bileşenlerinden oluşan tuz çözeltisi, amonyak çözeltisi veya oksalat gibi uygun hidroksitle çöktürülür. Filtreleme ve kurutma işlemlerinden sonra ise çökelti belirlenen sıcaklıklarda ısıtılma maruz bırakılır. Başlangıç çökeltileri çok küçük taneciklerinden meydana geldiği için üretilecek olan fosfor çok düşük sıcaklıklarda sentezlenebilmektedir. Küçük ve küresel formda olan $(Y,Gd)BO_3:Eu^{+2}$ fosforları bu yöntem ile üretilmektedir [18].

Yanma Sentezi

Yanma sentezleri küçük tane boyutunda oksit esaslı fosforların üretimi için önerilmektedir. Bu metod çözelti içinde bulunan organik yakıt ve metal tuzları arasında gerçekleşen yüksek ekzotermik reaksiyonları içermektedir. Reaksiyonlar 500°C gibi düşük sıcaklıklarda birkaç dakika içinde olmaktadır. Reaksiyon sıcaklık

değeri yakıt ve metal tuzları mol oranına bağlıdır. Yanma senteziyle üretilen fosforlar öğütüldüğünde parlaklıklarının arttığı görülmektedir [18,22,23].

Sprey Piroliz Tekniği

Bu yöntemle mikron altı boyutlu ve küresel formda fosfor üretimi söz konusudur. Sistemde uygun başlangıç malzemelerinden istenen boyutta damlacıktan fosfor üretmek için ultrasonik jeneratör kullanılmaktadır. Damlacıklar yüksek sıcaklıkta bir reaktörden geçirildiğinde ise saniye mertebesi gibi çok kısa süre içinde kurur, parçalanır ve kristallenirler. Sentezlenen bütün fosforlar yüksek saflıkta faz yapısına sahiptir. Hazırlama şartları, başlangıç malzemeleri konsantrasyonları, katkı maddelerinin yapısı ve akış hızı, fosfor tane boyutu ve yapısını kontrol etmektedir. Prosesin dezavantajı ise yapının fosfor parlaklığını ve ışıma süresini düşüren boşluklara sahip olmasıdır [18].

2.4 Uzun Süreli Işıma Sağlayan Lüminesans Malzemeler

Birçok endüstri yüksek parlaklık veren, güvenilir kullanıma sahip, ısı, atmosfer ve kimyasallara karşı dayanıklı, fosfor gibi ışık yayan yeni malzemeler geliştirmektedir.

Kullanılan katkı malzemelerine ve ana matrise göre üretilen fosforlar farklılıklar göstermekte ve bu iki unsurun etkileşimine bağlı olarak da değişen dalga boylarında farklı renklerde ışımlar elde edilmektedir. Bu fosforların başlıcaları ise çizelge 2.2’de belirtilmiştir [13,24].

Çizelge 2.2: Uzun süreli ışık yayan fosforesans fosforlar [24].

Kompozisyon	Lüminesans Rengi	Lüminesans Dalga Boyu (nm)	Işıldama Parlaklığı (mcd m ⁻²)	Işıldama Süresi (dk)
CaSrS:Bi ⁺³	Mavi	450	5	≈90
CaAl ₂ O ₄ :Eu ⁺² , Nd ⁺³	Mavi	440	35	>1000
ZnS:Cu	Sarı-Yeşil	530	45	≈ 200
ZnS:Cu,Co	Sarı-Yeşil	530	40	>500
SrAl ₂ O ₄ :Eu ⁺²	Yeşil	520	30	> 2000
SrAl ₂ O ₄ :Eu ⁺² ,Dy ⁺³	Yeşil	520	400	>2000
CaS:Eu ⁺² ,Tm ⁺³	Kırmızı	650	1.2	≈45
Sr ₄ Al ₁₄ O ₂₅ :Eu ⁺² ,Dy ⁺³	Mavi-Yeşil	490	400	>2000
Sr ₂ MgSi ₂ O ₇ :Eu ⁺² ,Dy ⁺³	Mavi	470	100	>1000

CaSrS:Bi^{+3} kompozisyonundaki fosforlar CaCO_3 , SrCO_3 ve S karışımına Bi^{+3} ilave edilerek normal atmosferik şartlar altında 1100°C ' de yapılan ısıtma işlemi sonucunda elde edilirler. Bu tür fosforlar nemden dolayı çok çabuk bozundukları için nadir olarak özel uygulamalarda kullanılmaktadırlar. En çok ve yaygın olarak kullanılan fosforlar ise insan gözünün en iyi derecede algıladığı ZnS:Cu , $\text{SrAl}_2\text{O}_4\text{:Eu}^{+2}$, $\text{SrAl}_2\text{O}_4\text{:Eu}^{+2},\text{Dy}^{+3}$ fosforesans fosforlarıdır. Tabloda verilen ışımaya ile ilgili karakteristik veriler 4 dakika süresince 200 lüks değerinde ışık kaynağı altında elde edilmiştir. ZnS:Cu esaslı fosforlar ise ZnS matrisine Cu ' ın aktivatör madde olarak katılması ile beraber proses sıcaklığını düşürmek amacıyla katılan NaCl , KCl veya NH_4Cl gibi flaksların 1250°C 'de normal atmosferik şartlar altında ısıtma işlemine maruz kalması ile elde edilmektedir. Bu tür fosforlara ppm seviyesinde yapılan Co katkısı ile ışımaya süresi iki katına çıkabildiği halde ışımaya parlaklığı düşmektedir. $\text{SrAl}_2\text{O}_4\text{:Eu}^{+2},\text{Dy}^{+3}$ esaslı fosforlar ise ilk olarak 1996 yılında Nemoto&Co. Ltd. şirketi tarafından, Al_2O_3 ve SrCO_3 karışımı içerisine Eu^{+2} ve Dy^{+3} 'ün sırasıyla aktivatör ve ko-aktivatör madde olarak katılması ve bu karışımın 1300°C 'de redüktif atmosfer altında 3 saat ısıtma işlemine maruz bırakılması sonucunda üretilmiştir. $\text{SrAl}_2\text{O}_4\text{:Eu}^{+2}$ esaslı fosforlar Eu^{+2} 4f-5d geçişini gerçekleştirmesinden dolayı geniş band aralığında 520 nm dalga boyunda yeşil lüminesansa sahiptir. Bu tür fosforlara Dy^{+3} 'ün ko-aktivatör madde olarak katılması sonucunda ise parlaklığın etkileyici biçimde arttığı görülmektedir [5,24,25].

2.4.1 Uzun süreli ışımaya sağlayan geleneksel fosforlar

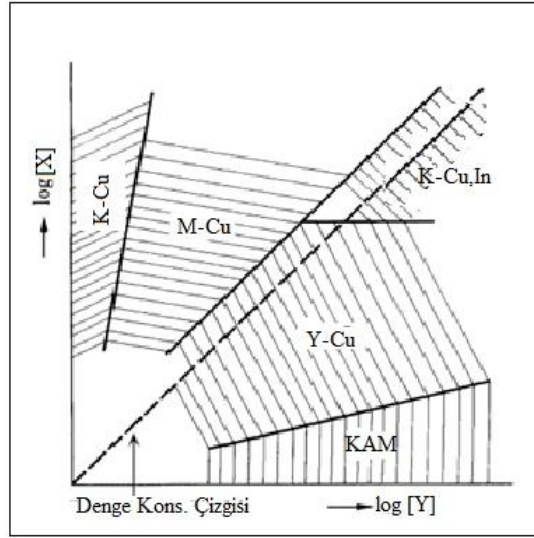
Bu tür fosforlara örnek ilk deneysel çalışmalar ZnS:Cu^+ , gibi ZnS -türü fosforlar üzerine yapılmıştır. ZnS esaslı fosforlar üzerine çalışmalar yaklaşık yüzyıldan fazla bir süredir yapılmaktadır. Tarihte bilinçli olarak yapılan ilk fosfor üretimi ve bilimsel çalışma ise Fransız kimyacı Theodore Sidot tarafından 1886 yılında gerçekleştirilmiştir. Bu çalışma ile televizyon tüpleri için önemli bir sınıf olan ZnS esaslı fosfor prototipi üretilmiştir. Sidot tarafından yapılan çalışmalardan sonra ise ZnS tozlarının yeterli miktarda metalik tuz ilavesiyle belli sıcaklıklarda ısıtma işlemine tabi tutulmasıyla bu metallerin lüminesans karakteristiği belirlenmiştir. 1920'lerde belli miktar bakır ilavesi ile yeşil lüminesans, gümüş ilavesi ile de mavi lüminesans üretilmiştir. Yanma reaksiyonu, belli miktarda NaCl gibi düşük ergime sıcaklıklarına sahip flaks ilavesiyle $900-1200^\circ\text{C}$ ' de gerçekleştirilmiştir. Bakır ve gümüş elementleri lüminesans aktivatörleri olarak isimlendirilmektedir. Aktivatör madde

eklenmeden, sadece flaks ilavesiyle yapılan yanma reaksiyonu sonucunda ise mavi renkte lüminesans elde edilmiştir. Bu tür mavi lüminesanslara kendiliğinden aktive olan lüminesans denmektedir [1,4,26].

1930 ve 1940' lara gelindiğinde, bu tür fosforlar üzerine çalışmalar oldukça yoğunlaşmıştır. Leverenz ve çalışma arkadaşları yaptıkları çalışmalarda Cu ve Ag ile aktive edilmiş ZnS, (Zn,Cd)S ve Zn(S,Se) ana matrisli fosforlar üzerine yoğunlaşmıştır [4].

1940 yılının sonlarında ise Kröger ve çalışma arkadaşları yanma reaksiyonlarında halid flakslarının ZnS esaslı fosforların kafes yapısındaki etkileri üzerine çalışmalar ile birlikte elektronik geçiş doğaları üzerine çalışmalar da yapmışlardır. İlk olarak Schön-Klasens modeli ile lüminesans oluşum mekanizması açıklanmıştır. Bu modele göre iletim bandındaki elektronların birleşerek valans bandı altındaki boşluğa yerleşmesi ile lüminesans oluşumunun sağlandığı öngörülmektedir. Prencer ve Williams ise aktivatör ve ko-aktivatörlerin lüminesans oluşumuna etkisini incelemişlerdir ve buna göre lüminesans oluşumunu ortaya koymuşlardır. 1950' lere kadar lüminesans oluşum mekanizması esas çalışma konularını oluşturmuştur ve 1960'lara kadar da bu süregelmiştir. Sonuç olarak Ib elementlerinin aktivatör olarak kullanıldığı ZnS esaslı fosforların lüminesans oluşum mekanizmasının büyük bir kısmı aydınlatılmıştır [4].

Ib grubu elementlerinin(Cu, Ag) aktivatör , IIIb grubu elementlerinin (Al, Ga, In) veya VIIb grubu elementlerinin(Cl, Br, I) ko-aktivatör olarak kullanıldığı ZnS esaslı fosforlar 5 sınıfa ayrılmaktadırlar. Bu sınıflandırma ise aktivatör ve ko-aktivatörlerin göreceli konsantrasyon oranlarına bağlı olarak belirlenmektedir. Şekil 2.2'de değişen konsantrasyon oranlarına göre oluşan fosforlar görülmektedir. Ayrıca şekilde verilen ifadelerden, X aktivatör konsantrasyonunu, Y ise ko-aktivatör konsantrasyonunu, K: kırmızı, M:mavi Y:yeşil lüminesansı, KAM ise kendiliğinden aktive olan mavi lüminesansı ifade etmektedir [4].



Şekil 2.2: Farklı aktivatör - ko-aktivatör kons. oranlarında 5 değişik lüminesans [4].

ZnS esaslı fosforların devamında $\text{Cd}(\text{Zn}_{1-x}\text{Cd}_x\text{S})$ üzerine çalışmalar yapılmıştır fakat bu tür fosforlar çevresel düşünceler nedeniyle artık kullanımda değildir.

Uzun süre dayanıklı fosforların bir sonraki jenerasyonu, CaS ve SrS gibi alkali-toprak sülfatlardan oluşmuştur. Bu fosforlar Leanard fosforları olarak bilinmektedirler. 1970'li yılların başında Lehmann tarafından yeniden geliştirilmiştir. Lehmann ve çalışma arkadaşları bu sülfatları Bi^{3+} , Eu^{2+} ve Ce^{3+} gibi çeşitli katkı maddeleriyle aktifleştirmişlerdir. Bu fosforların en önemli avantajı, güneş ışığıyla uyarılabilir olmalarıdır. Ancak en büyük dezavantajları ise kimyasal olarak kararlı değildir ve neme maruz kaldıklarında H_2S ' in ortaya çıkmasıdır [4].

$\text{ZnS}:\text{Cu}^+$, Co^{2+} gibi geleneksel fosforlar bir çok dezavantajından dolayı kısıtlı kullanım alanına sahiptirler. Bu tür fosforların ışıma süreleri oldukça kısadır ve süreyi uzatmak için ise ^3H ve ^{147}Pm gibi radyoizotoplar yapıya ilave edilmektedir. Bu durumda fosforlar radyoaktif ışıdan yayılan enerjiyi verebilmektedir. Sonuçta çevreye zarar verici radyasyon ışıması oluşumu söz konusudur. Işıma şiddetinin düşük olmasından dolayı ana yapıya çok büyük miktarda bileşik katılması gerekmektedir ve bu da yapının mekanik ve fiziksel özelliklerini olumsuz etkilemektedir. Nemli ortamda bu fosforlar çok çabuk bozunmaktadırlar ki bu da malzemenin dış mekan uygulamalarında kullanılmasını kısıtlamaktadır [4,6].

Geleneksel fosforların bahsedilen dezavantajları, kullanımlarını kısıtlamış ve yerlerine yeni jenerasyon toprak alkali alüminatları esaslı fosforlar gibi fosforların geçmesine sebep olmuştur.

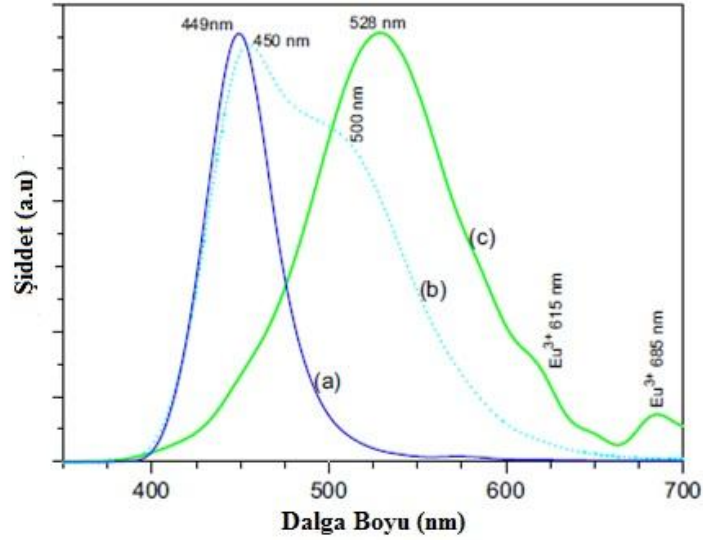
2.4.2 Uzun süreli ışıma sağlayan toprak alkali alüminat esaslı fosforlar

Uzun süreli ışıma sağlayan toprak alkali alüminat esaslı fosforlar, absorbladıkları morötesi ve görünür ışık enerjisini görünür spektrumun belli dalga boyunda serbest bırakarak, geleneksel fosforlara göre çok daha uzun sürelerde (10 saat üzeri) değişik renklerde ışıyan malzemelerdir. Yüksek kuantum verimlilikleri, kimyasal olarak stabil olmaları, ışıma şiddeti ve bozunum sürelerinin uzun olması, radyoaktif ışıma yapmamaları bu tür fosforların kullanım alanlarını oldukça genişletmiştir ve yapılan bilimsel çalışmaların bu tür malzemeler üzerine yoğunlaşmasına neden olmuştur [27, 28].

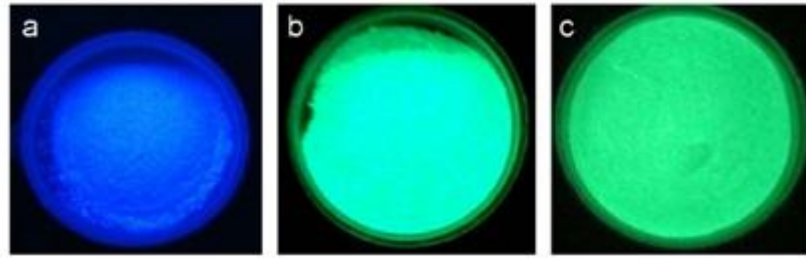
Eu^{2+} , RE^{+3} katkılı toprak alkali alüminatlar fosforlarında, toprak alkali alüminat ana matris malzemesi olarak kullanılmakta ve bu ana matris malzemeye nadir toprak elementleri katkı malzemesi olarak katılmaktadır. Nadir toprak elementlerinin katılmasıyla ışıma özellikleri yükselmekte, kullanım alanı genişlemektedir. Ana matris malzemesinde ve katılarda yapılan değişikliklerle farklı dalga boylarında yüksek renk kalitesinde ışımlar elde edilebilmektedir. Genel olarak bu fosforlar üzerine çalışmalar Ca , Sr , Ba alüminat ana matrisine Eu^{2+} , Dy^{+3} , Nd^{3+} , La^{3+} gibi nadir toprak iyonlarının katılması üzerine yoğunlaşmıştır [7,21,29] .

Bu tür fosfor malzemelerle ilgili ilk bilimsel çalışmalar 1960' lı ve 1970' li yıllarda genel olarak lamba ve katod-ışın tüpleri uygulamalarında yapılmıştır. 1968 yılında Blasse ve arkadaşları Eu^{+2} katılmış toprak alkali alüminat ($\text{MAl}_2\text{O}_4 : \text{Eu}^{+2}$ ve $\text{MAl}_{12}\text{O}_{19} : \text{Eu}^{+2} (\text{M}: \text{Ca}, \text{Sr}, \text{Ba})$) üzerine çalışmalar yapmışlardır. Aynı yıl içerisinde Palilla ve çalışma arkadaşları ise $\text{SrAl}_2\text{O}_4 : \text{Eu}^{+2}$ fosforlarının fosforesans özellikleri üzerine çalışmalar yapmışlar ve 520 nm dalga boyunda yeşil ışımının sebebinin Eu^{+2} nin elektroniksel olarak yaptığı $4f^6 5d \rightarrow 4f^7$ geçişinden kaynaklandığını ortaya koymuşlardır [5,29,30,31].

1996 yılında Matsuzawa ve çalışma arkadaşları, 520 nm (yeşil) odaklı, güçlü yayılımı olan yeni bir tür uzun süre dayanıklı fosfor açıklamıştır: $\text{SrAl}_2\text{O}_4 : \text{Eu}^{2+}, \text{Dy}^{3+}$. Bu fosfor daha önceden 1971 yılında Abbruscato tarafından sentezlenen malzemelere dayanmaktadır. Kısa bir süre sonra, 450 nm dalga boyunda benzer uzun süre dayanıklı bir fosfor daha keşfedilmiştir: $\text{CaAl}_2\text{O}_4 : \text{Eu}^{2+}, \text{Nd}^{3+}$ (Şekil 2.3, Şekil 2.4). Bu iki fosfor, gece boyunca dayanabildikleri için çok büyük dikkat çekmiş, çeşitli uygulamalar için yeni olasılıklar doğurmuştur[5,31,32,33] .



Şekil 2.3: Başlıca toprak alkali alüminat esaslı fosforlara ait ışıma spektrumu
 (a) $\text{CaAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+}, \text{Nd}^{3+}$, (b) $\text{BaAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+}, \text{Dy}^{3+}$,
 (c) $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+}, \text{Dy}^{3+}$ [32].



Şekil 2.4 Işıma renkleri: (a) $\text{CaAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+}, \text{Nd}^{3+}$, (b) $\text{BaAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+}, \text{Dy}^{3+}$ (c) $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+}, \text{Dy}^{3+}$ [32]

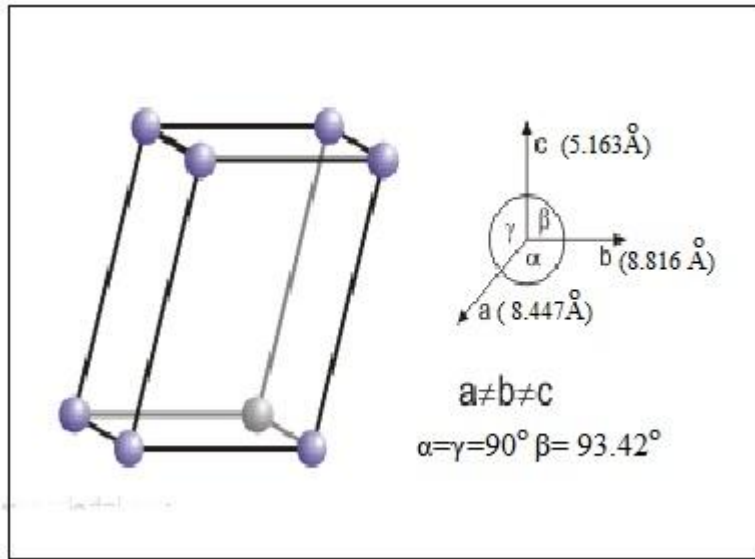
En son uzun süre dayanıklı fosfor araştırmaları iki yön üzerinde odaklanmıştır. Birincisi, uzun süreli dayanıklılığa yol açan elektroniksel mekanizmanın tanımlanmasıdır. Örneğin, Eu^{+3} ile katılmasıyla alkali toprak alüminatları üzerinde yapılan araştırma, tuzaklama-geri bırakma mekanizmalarının elektronun delokalizasyon ve lokalizasyon süreçleriyle yakından ilişkili olduğunu ortaya koymuştur. İkinci yön ise, görülebilen spektrum boyunca yeni uzun süre dayanaklı, kapsam sağlayabilen fosforların geliştirilmesi olmuştur. Geçtiğimiz 10 yıl içerisinde, Ce^{3+} , Mn^{2+} , Tb^{3+} ; $\text{Eu}^{2+}/\text{Dy}^{3+}$ ile katılanmış alkali toprak-alüminatlar, Mn^{2+} , ya da $\text{Eu}^{2+}/\text{Dy}^{3+}$ ile katılanmış alkali-toprak silikatlar, Eu^{3+} ile katılanmış alkali-toprak

oksitler , Er^{3+} , Eu^{3+} , Ti^{4+} ve Mg^{2+} ; ile katkılanmış nadir toprak oksitler ve oksisülfatlar gibi yeni uzun süre dayanıklı fosforlar bulunmuştur [34].

Günümüzde ise yoğun olarak çalışmaların görünür bölgenin mavi-yeşil aralığında ışıma yapan $\text{SrAl}_2\text{O}_4: \text{Eu}^{2+}, \text{Dy}^{3+}$ fosforları üzerinde yoğunlaştığı görülmektedir. Bu tür fosforların ana matrisine yapılan değişik katkı elementleriyle yapının nasıl daha yüksek şiddette ve çok daha uzun sürelerde ışıma yapabileceği konuları ise hala tartışılmaktadır.

2.4.2.1 Uzun süreli ışıma sağlayan “ $\text{SrAl}_2\text{O}_4: \text{Eu}^{2+}, \text{Dy}^{3+}$ ” fosforların yapısal özellikleri

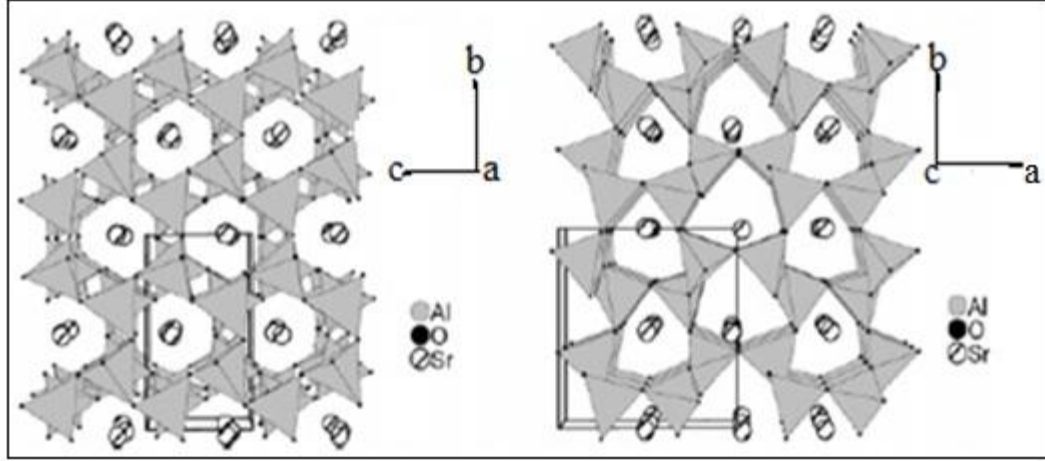
Stronsiyum aluminat uzun süreli ışıma sağlayan fosforlar için en iyi ana matris malzemelerinden biridir. Kristalografik yapısı 650°C nin altı ve üstünde farklılık göstermektedir. Monoklinik ($a = 8.447 \text{ \AA}$, $b = 8.816 \text{ \AA}$, $c = 5.163 \text{ \AA}$ ve $\alpha = \beta = 93.42^\circ$) (Şekil 2.5) faz yapısı düşük sıcaklıklarda meydana gelmekte ve 650°C ‘de yüksek sıcaklık fazı olan hekzagonal yapıya dönüşmektedir [6,9,35].



Şekil 2.5: Monoklinik SrAl_2O_4 yapısı [36].

Düşük sıcaklık faz yapısı; köşelerinde AlO_4 tetrahedra'nın oturduğu 3 boyutlu ağ yapısına sahiptir. Her bir oksijen 2 tane Al iyonu tarafından paylaşılmakta ve böylece her bir tetrahedron net bir negatif yüke sahip olmaktadır. Yük dengesi ise, tetrahedral iskelet yapısında a ve c doğrultusundaki arayerlerde bulunan büyük divalent Sr^{2+} katyonları ile sağlanmaktadır (Şekil 2.6). Tetrahedral iskelet yapısı tridimit yapı ile eşyapılıdır. Yapılan çalışmalarda, XRD analizlerinde hekzagonal

yapının monoklinik yapıyla çakıştığı ve tespit edilmesinin oldukça zor olduğu gözlemlenmektedir. Hekzagonal yapı ancak Raman saçılma tekniği uygulanarak tespit edilebilmektedir [6,35,37].

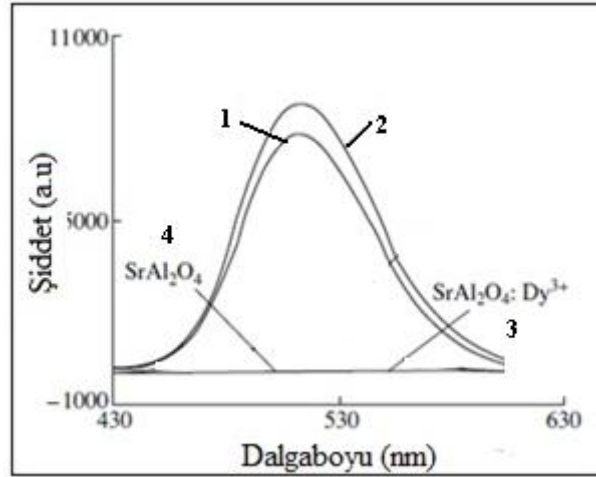


Şekil 2.6: Monoklinik SrAl_2O_4 yapısının a ve c yönleri boyunca gösterimi [37].

Lüminesans özellik gösteren bir yapının ancak monoklinik yapıya katılan nadir toprak elementleriyle oluştuğu bilinmektedir. Buna karşın hekzagonal polimorf SrAl_2O_4 yapısının da yüksek ışıma verimliliğine sahip olduğu, Jia ve çalışma arkadaşlarının 2000 yılında su verme tekniğiyle yaptıkları çalışmada elde edilmiştir, fakat bu teknikte de monoklinik-hekzagonal dönüşümün kararsız ve tamamlanmamış olduğu da gözlemlenmiştir [35].

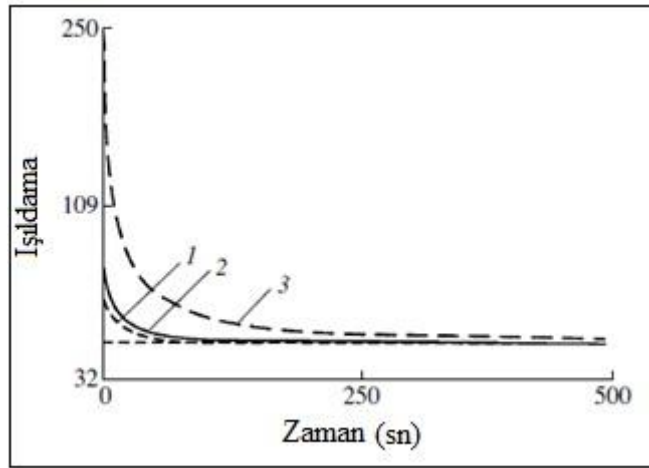
Fosfor üretiminde temel kristal yapıya, katılan katkı malzemelerinin hiçbir etkisi olmadığı ise yapılan analizler sonucu görülmüştür. Kristal yapı içinde Eu^{2+} ($1.20 \text{ \AA}$) ve Dy^{3+} ($0.97 \text{ \AA}$) iyonlarının çaplarının büyüklükleri Sr^{2+} ($1.21 \text{ \AA}$)'nin çapına yakın olduğu için yapıda Al^{3+} ($0.39 \text{ \AA}$) yerine Sr^{2+} 'nin yerini almaktadırlar. Katkı iyonlarının yapıda Sr^{2+} 'nin her iki tarafta yerine oturması sonucunda kristal kafes belli miktarda bozunuma uğrar. Eu^{2+} iyonunun Sr^{2+} iyonunun yerine oturması eşdeğer bir yer değiştirme iken Dy^{3+} iyonunun yer değiştirmesi eşdeğer olmayan bir noktasal hata oluşturmaktadır [35,38].

Eu^{2+} iyonu SrAl_2O_4 esaslı fosforlarda ana matriste lüminesans merkezi pozisyonundadır. Şekil 2.7' de Eu^{2+} iyonunun karakteristik ışıma merkezide olduğu görülmektedir [37].



Şekil 2.7: Uv ile uyarılmış SrAl_2O_4 kompozisyonları (1) $\text{SrAl}_2\text{O}_4 : \text{Eu}^{2+}$ (2) $\text{SrAl}_2\text{O}_4 : \text{Eu}^{2+}, \text{Dy}^{3+}$ (3) $\text{SrAl}_2\text{O}_4 : \text{Dy}^{3+}$, (4) SrAl_2O_4 [37].

Dy^{+3} iyonu ise yapıya yardımcı aktivatör madde olarak katılmaktadır. İyonun yapıda ışıma şiddetine doğrudan bir etkisi olmadığı halde yapıda bulunduğunda şiddete katkı sağladığı, ışıma süresiyle doğrudan ilişkili olarak bu süreyi uzattığı bilinmektedir (Şekil 2.8) [37,38,39].



Şekil 2.8: Farklı numunelerin ışıma bozunum eğrileri: (1) $\text{Sr}_{0.99}\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0.01}$, (2) $\text{Sr}_{0.97}\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0.01}$, (3) $\text{Sr}_{0.97}\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0.01}, \text{Dy}_{0.02}$ [37].

Dış bir kaynakla uyarılan malzemede ışıma oluşum mekanizmasında Dy^{+3} iyonları boşluk tuzakları olarak görev yapmakta ve yoğunluklarıyla orantılı olarak ışıma süresi artmaktadır[6,37,38].

2.4.2.2 Uzun süreli ışıma mekanizmasının $\text{SrAl}_2\text{O}_4 : \text{Eu}^{2+}, \text{Dy}^{3+}$ fosforlarında oluşumu

Yalıtkan özellikte üretilmiş olan $\text{SrAl}_2\text{O}_4 : \text{Eu}^{2+}, \text{Dy}^{3+}$ malzemelerinin, UV gibi bir dış kaynakla uyarılması sonucunda oda sıcaklığında uyarılmanın durdurulmasının ardından ışımaya devam etmeleri beklenir. Bu uyarılma ve ışıma ise elektroniksel-fiziksel olaylar sonucunda oluşur.

$\text{SrAl}_2\text{O}_4 : \text{Eu}^{2+}, \text{Dy}^{3+}$ malzemelerinde, elektron/ boşluk çiftleri , UV ışık ile uyarılma sonucunda, eş zamanlı olarak sırasıyla elektron tuzakları ($\text{Dy}_{\text{Sr}}^{\bullet}$) ve boşluk tuzakları(V_{Sr}'') ile tuzaklanarak üretilebilmektedirler. Elektron/boşluk çiftlerinin oluşumu ve tuzaklama prosesleri: [34, 37, 39]

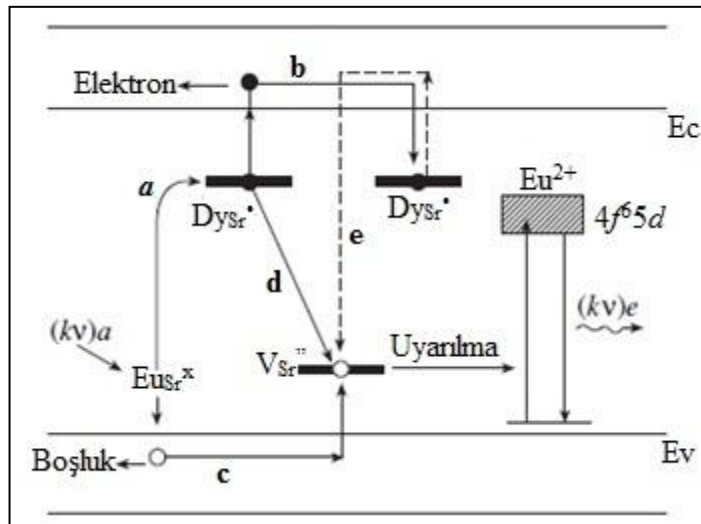
Optik iyonizasyon



Elektronların tuzaklanma prosesi:



Boşlukların tuzaklanma prosesi



Şekil 2.9: Elektron transfer biçimleri: **a,b**; elektron tuzaklaması, **c**; boşluk tuzaklaması, **d**; direkt birleşme, **e**; indirekt birleşme [38].

Elektron tuzaklaması direkt olarak (Şekil 2.9 a pozisyonu) ve indirekt olarak(b pozisyonu) iki türlü oluşabilir. Proseste, direk tuzaklama Eu^{2+} ve Dy^{3+} matris içine gömülü durumda iken, indirekt tuzaklamada bu iyonlar iletim bandındayken oluşur.

Boşluk tuzaklaması prosesinde, boşluklar boşluk tuzakları tarafından valans bandta tuzaklanabilirler. Sürekli ışıma, tuzaklanmış yük taşıyıcılarının birleşiminin termal olarak uyarılması ile meydana gelir. Bununla birlikte bir diğer görüşte $M(\text{Sr,Ca,Ba})\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+},\text{RE}^{3+}(\text{Dy,Nd})$ için ışıma bozunum prosesinin en az bir hızlı ve bir yavaş bozunum prosesi içerdiği'dir. Bunun anlamı tuzaklanmış yük taşıyıcıları için muhtemelen birkaç tane rekombinasyon/birleşim prosesi olduğudur. Elektron tuzağı ve boşluk tuzağı birbirine yakın bir konumda bulunduklarında elektron tuzakları termal olarak uyarılır ve direkt olarak elektron-boşluk birleşme prosesine elektron beslemesi yapar. (Şekil 2.9 d prosesi) Elektron tuzağı ve boşluk tuzağı birbirinden ayrıldığında ise elektron tuzakları indirekt olarak elektron-boşluk birleşme prosesine iletim bandında elektron beslemesi yapar.(Şekil 2.9, e). Sonuç olarak tuzaklanmış yük taşıyıcıları birleşimi Eu^{2+} lüminesans merkezlerinin radyasyonsuz enerji transferiyle uyarılmasına yol açarlar. Işıma ise Eu^{2+} lüminesans merkezlerinin tekrarlı uyarılması sonucunda oluşmaktadır. Elektron ve boşlukların birleşim prosesi şu şekilde formüle edilebilir: [13,37,39]

Tuzaklanmış elektronların serbest bırakılması:



Elektronların ve boşlukların birleşmesi :



2.4.2.3 Uzun süreli ışıma sağlayan SrAl_2O_4 esaslı fosforların kullanım alanları

$\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+},\text{Dy}^{3+}$ fosforu yüksek ışıma şiddeti ve uzun ışıma süresi gibi özelliklerinin yanında sahip olduğu iyi termal ve kimyasal kararlılığıyla pek çok kullanım alanı bulmaktadır. Bunların arasında en yaygın olanları; havaalanları, binalar gibi pek çok yerde kullanım alanına sahip uyarı ve kaçış işaretleridir. Bunun yanında tekstil ve aksesuar ürünleri ile boyalar da önemli kullanım alanları arasında sayılmaktadır. Plazma görüntü panelleri ve LED'ler de kullanımları üzerine pek çok çalışma yapılmıştır. Bunların yanında bazı seramik ürünlerde ve bina ve köprülerde hasar tespit çalışmalarında da kullanılmaktadır. [5,6,7,9,13,20,30,39].

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Bu çalışmada, uzun süreli ışıma sağlayan fosforlardan, çeşitli nadir toprak elementleri ile aktive edilmiş stronsiyum alüminatları ana matrisli fosforların modifiye edilmiş sol-jel prosesiyle sentezi, sentezlenen fosforların literatürdeki mevcut tekniklere kıyasla, daha düşük sıcaklıklarda, daha küçük tane boyutunda, daha yüksek ışıma şiddetinde ve daha uzun ışıma süresinde üretilmesi, üretilen fosfor malzemelerin yapısal ve spektrofotometrik analizlerinin yapılması amaçlanmıştır.

3.1 Numunelerin Hazırlanması

Deneysel çalışmalarda, başlangıç kimyasalları olarak yüksek saflıkta (99,99) stronsiyum nitrat ($\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$), alüminyum nitrat ($\text{Al}(\text{NO}_3)_3$), magzeyum nitrat ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$), baryum asetat ($\text{C}_3\text{H}_6\text{BaO}_4$), kalsiyum asetathidrat ($\text{Ca}(\text{CH}_3\text{CO}_2)\cdot\text{H}_2\text{O}$), evropiyum dioksit(Eu_2O_3), disprozyum dioksit(Dy_2O_3), üre ($\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$), borik asit (H_3BO_3), sitrik asit ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$), potasyum nitrat (KNO_3), lityum karbonat (Li_2CO_3), sodyumkarbonat (Na_2CO_3) tozları kullanılmıştır (Çizelge 3.1). Numuneler, değişen kimyasal kompozisyonlarda, farklı ışıma süresi ve ışıma şiddetinde fosfor eldesi için, ana matris malzemesi olan toprak alkali alüminatna, nadir toprak elementlerinin aktivatör ve ko-aktivatör olarak katılması ile hazırlanmıştır. Genel olarak numuneler için gerekli miktarlar 0,02 mol nihai ürün elde edebilmek için hesaplanmıştır.

Çizelge 3.1 : Deneylerde kullanılan kimyasal tozların mol ağırlıkları.

Bileşim	Mol Ağırlığı (g/mol)
$\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$	211,63
$\text{Al}(\text{NO}_3)_3$	375,14
Eu_2O_3	351,92
Dy_2O_3	373
H_3BO_3	61,83
$\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$	60,07

Çizelge 3.1 : Deneylerde kullanılan kimyasal tozların mol ağırlıkları

Bileşim	Mol Ağırlığı (g/mol)
C₆H₈O₇	210,12
C₃H₆BaO₄	255,42
Ca(CH₃CO₂).H₂O	176,19
Mg(NO₃)₂	256,41
KNO₃	101,11
Li₂CO₃	73,90
Na₂CO₃	84,01

Deneyisel çalışmalarda kullanılmak üzere hazırlanan numuneler için modifiye edilmiş sol-jel prosesi sentez yöntemi olarak seçilmiştir. İlk olarak nihai ürün fosforesans malzeme üretimi için gerekli kimyasal toz miktarları hesaplanmıştır. Nitrat esaslı bileşikler ayrı beher içerisinde suda, oksit esaslı bileşikler ise yine ayrı bir beher içerisinde nitrik asit ve su karışımı içinde 100°C'ye ayarlı farklı elektrik ısıtıcıları üzerinde homojen bir hal alana kadar çözündürülmüştür. İki ayrı beherdeki çözelti formları homojen olarak çözüldükten sonra iki çözelti 100 ml'lik beher içerisine konmuştur. Hazırlanan çözeltiye uygulanacak proses ile sentezlenecek ürünün sentez sıcaklığını düşürmesi açısından ve şelat yapıcı özelliklerinden dolayı üre veya sitrik asit ilavesi yapılmıştır. Üre ve sitrik asit miktarları literatürde yapılmış çalışmalara uygun olarak metal iyonları sayısının 2 katı miktarda çözeltiye ilave edilmiştir [5,8,39]. Sitrik asit ilavesi yapılan çözeltilerde çökelmenin engellenmesi, NO₃⁻ iyonlarının çözeltiye alınması için yaklaşık olarak 20 ml etanol ilave edilmiştir [8]. Çözelti 100°C'ye ayarlı ısıtıcı üzerinde yaklaşık olarak 4-5 saat gibi bir süre sonunda beyaz köpüksü jel formunu almıştır.

Elde edilen jel, önceden 650°C'e ısıtılmış olan Protherm marka fırın içerisine kapaklı platin pota ile şarj edilmiştir. Fırın içerisinde kuvvetli ekzotermik yanma reaksiyonları sonucu 5 dakikadan daha kısa sürede jel formu çok ince tane boyutunda toz formuna dönüşmüştür. 650°C' de elde edilen toz numuneler başlangıç malzemelerinden gelen kalıntı karbon ve organiklerin atımı için tekrar 950°C' de 2 saat kalsine edilmiş ve kontrollü soğumayla oda sıcaklığında fırından alınmıştır.

Deneysel çalışmada belirtilen kalsinasyon ve ısıtma sıcaklıkları jel oluşumundan sonra elde edilen toz numunelere, DTA tekniği kullanılarak belirlenmiştir. Kompozisyonların değişimine bağlı olmaksızın sadece şelat yapıcı maddelerin değişim sıcaklıklarını değiştirdiği gözlemlenmiş ve bu nedenle DTA analizleri sadece belirlenen birkaç örnek numuneye uygulanmıştır. Elde edilen numuneler, XRD ve SEM teknikleri ile faz ve mikroyapısal analiz, spektrofotometre analiz tekniği ile de ışıma şiddeti ve süresi analiz işlemlerine tabi tutulmuştur.

3.2 Numunelerin Termal Karakterizasyonu

Hazırlanan numunelerin tepkime/reaksiyon ve faz dönüşüm sıcaklıklarının saptanması amacıyla DTA termal karakterizasyon tekniği kullanılmıştır. Bu amaçla, Şekil 3.1’de görülen PerkinElmer™ Diamond TG/DTA cihazı kullanılarak; yaklaşık 7-8 mg’lık belirlenen örnek numuneler, platin krezeller içerisinde, 10 K/dakika ısıtma hızı ile 1200 °C’ye kadar ısıtılmıştır.



Şekil 3.1 : PerkinElmer™ Diamond TG/DTA cihazı.

3.3 Numunelerin Faz ve Mikroyapı Karakterizasyonu

Deneyler sonucu elde edilen numunelere, X-ışınları difraksiyonu (XRD) ve elektron mikroskopisi (SEM) yöntemleri uygulanarak; faz analizi ve mikroyapısal karakterizasyon işlemleri gerçekleştirilmiştir.

X-ışınları difraksiyon (XRD) çalışmaları, Şekil 3.2’de görülen Bruker™ AXSD8 Advanced XRD cihazı ile Cu-K_α radyasyonu kullanılarak, 40kV ve 40mA ayarlarında, $2\theta = 10^\circ - 80^\circ$ aralığında gerçekleştirilmiştir. Yapılan incelemeler

sonucu elde edilen fazlar; pik pozisyonları ve şiddetlerine göre, JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) veri dosyaları ile karşılaştırılarak belirlenmiştir.



Şekil 3.2 : Bruker™ AXSD8 Advanced XRD cihazı.

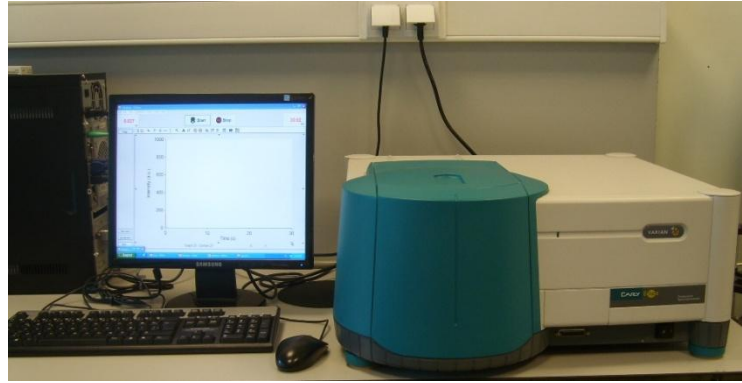
Taramalı elektron mikroskopisi (SEM) çalışmaları, Noran 2100 Freedom enerji dispersif X-ışınları spektrometresi (EDS) bağlı olan JEOL™ JSM 5410 SEM cihazı (Şekil 3.3) ile 10 kV'de gerçekleştirilmiştir. Deney sonucu elde edilen numuneler, SEM analizi öncesi, numunelerin yalıtkan özellikte olmasından dolayı yüzeyin iletken hale getirilmesi amacıyla platin kaplanmıştır.



Şekil 3.3 : JEOL™ JSM 5410 SEM cihazı.

3.4 Numunelerin Işıma Davranışı ve Işıma Ömrü Karakterizasyonu

Elde edilen fosforesans numunelerin ışıma şiddeti ve bozunma ömürleri Varian Fluorescence Spectrometer cihazı (Şekil 3.4) kullanılarak belirlenmiştir. Numunelerin ışıma şiddeti ve uyarılma sonuçları, ışıma şiddeti en yüksek olan numune baz alınarak ayarlanan kurulum değerleri ile elde edilmiştir. Numuneler 200 - 500 nm dalga boyu aralığında uyarılarak, 400 – 900 nm arasındaki ışıma karakteristikleri tespit edilmiştir. Işıma ömür analizleri, bütün numuneler için 30 saniyelik zaman aralığında yapılmıştır.



Şekil 3.4: VARIAN™ Floresans Spektrometre cihazı.

4. DENEYSEL SONUÇLAR

Deneysel çalışmaların sonuçları 3 ana grup numune hazırlayarak gerçekleştirilmiştir.

Evropiyum (Eu) ve dizprozyum (Dy) katkılı, üre ve sitrik asitin şelat yapıcı ve yakıt olarak kullanıldığı SrAl_2O_4 esaslı numuneler

1. Lityum (Li), Sodyum (Na), Potasyum(K) IA grubu alkali elementi ilaveli, Eu ve Dy katkılı, ürenin şelat yapıcı ve yakıt olarak kullanıldığı SrAl_2O_4 esaslı numuneler
2. Magnezyum (Mg), Kalsiyum (Ca), Baryum (Ba) IIA grubu toprak alkali elementi ilaveli, Eu ve Dy katkılı, ürenin şelat yapıcı ve yakıt olarak kullanıldığı SrAl_2O_4 esaslı numuneler.

4.1 Evropiyum ve Dizprozyum katkılı SrAl_2O_4 Esaslı Numuneler

Bu grupta numuneler içerdikleri evropiyum ve dizprozyum oranlarına , şelat ve yakıt olarak ürenin veya sitrik asitin kullanılmasına göre 4 farklı şekilde hazırlanmıştır. Nihai ürün 0.02 mol olacak şekilde hesaplamalar yapılmıştır.

1. Üre ve borik asit katkılı $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi
2. Sitrik asit ve borik asit katkılı $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi
3. Üre ve borik asit katkılı $\text{Sr}_{0,94}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,01}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi
4. Üre ve borik asit katkılı $\text{Sr}_{0,95}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$ numunesi

Belirlenen miktarlarda stronsiyum, alüminyum nitrat ve borik asit bir beher içerisinde su ile, evropiyum ve dizprozyum oksitleri nitrik asit içerisinde çözündürülmüştür. Çözeltiler homojen hal aldıktan sonra tek bir beher içerisinde karıştırılmıştır. Sentezlenecek kompozisyona göre yapıya üre veya sitrik asit şelat yapıcı ve yakıt olarak ilave edilerek, 100°C’ de sabit sıcaklıkta ısıtılmaya bırakılmıştır. 4 saat sonunda çözelti beyaz köpüksü jel formuna dönüşmüştür. Jel formu alan yapı 650°C’ deki fırına platin pota içerisinde şarj edilmiştir ve 5 dakikadan kısa bir süre içerisinde beyaz toz yapısı elde edilmiştir. Yapıdaki kalıntı karbonun ve organiklerin uzaklaştırılması için numune, 950°C’ de 2 saat kalsinasyona maruz bırakılmıştır. 650°C ve 950°C’de yapılan ısı işlemler sonucunda

numunede herhangi bir fosforesans özelliğe rastlanmamıştır. Son olarak numune aktif karbon ile redüktif fırın ortamında 1300°C’de 2 saat ısıtılma maruz bırakılmıştır. Numune fırın ortamında soğutulmaya bırakılmış ve fırından oda sıcaklığında alınmıştır. Sonuç olarak nihai fosforesans malzeme sentezi gerçekleştirilmiştir.

4.1.1 $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4\text{:Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi -üre ve borik asit katkı-

Evropiyum ve disprozyum katkı, ürenin şelat yapıcı ve yakıt olarak kullanıldığı SrAl_2O_4 esaslı numune, kompozisyonca $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4\text{:Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ formunda stokiyometrik olarak hazırlanmıştır. Kullanılan başlangıç malzemeleri Çizelge 4.1’ de verilmiştir.

Çizelge 4.1: $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4\text{:Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ (üre + borik asit katkı) numune sentezi için gerekli başlangıç malzemeleri ve miktarları.

Başlangıç Malzemeleri	Miktarı(gr)
$\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$	3,809
$\text{Al}(\text{NO}_3)_3$	15,005
Eu_2O_3	0,175
Dy_2O_3	0,186
H_3BO_3	0,098
$\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$	7,208

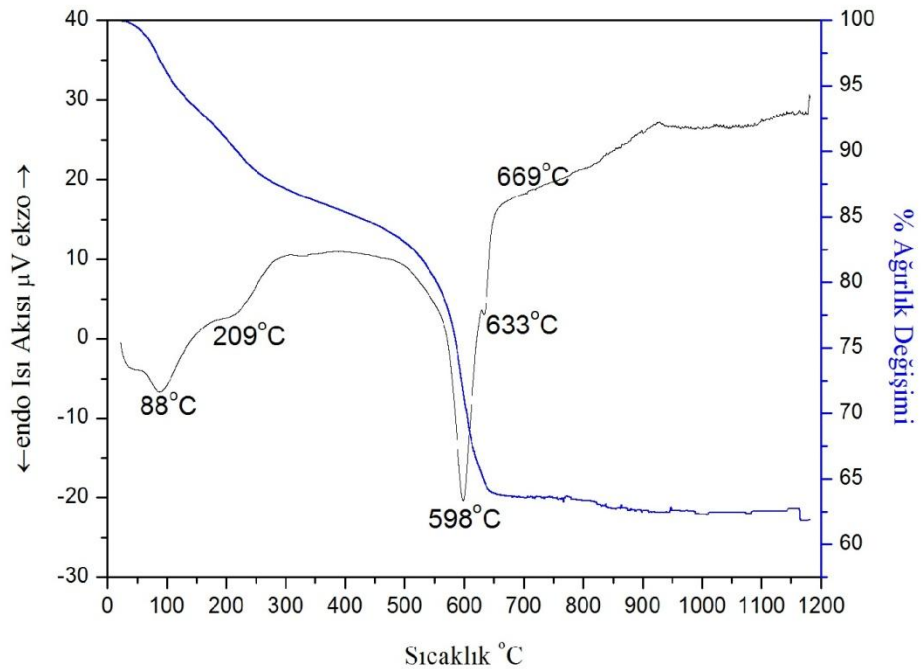
Değişen sıcaklıklarda, 650-950-1300°C, elde edilen toz numuneler ise Şekil 4.1’de görülmektedir.



Şekil 4.1 : 650-950-1300°C’ de elde edilen $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4\text{:Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ (üre + borik asit katkı) toz numuneler.

4.1.1.1 $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi -üre ve borik asit katkılı- termal karakterizasyonu

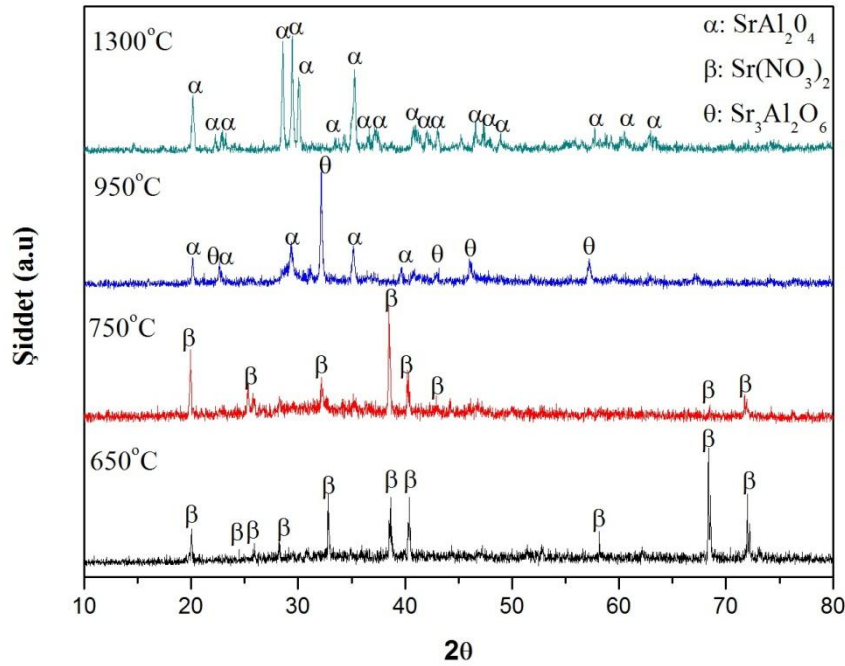
Jel formu elde edildikten sonra üretilen toz numunesinin termal karakterizasyonu için, 10 K/dakika ısıtma hızı ile Argon atmosferinde uygulanan TG/DTA incelemesi sonucunda elde edilen termogram Şekil 4.2’de görülmekte olup; numunede 88°C’ de nem ve 209°C’ de ise kristal suyunun atımından dolayı iki endotermik pik gözlemlenmektedir. 598°C’ de ise yapıdaki ürenin dekompozisyonu sonucu endotermik pik tespit edilmiştir. Bu sıcaklık değerinde dekompozisyon sonucu oluşan CO, CO₂ ve NO gibi gazların yapıdan uzaklaşması sonucu en büyük ağırlık değişiminin olduğu saptanmıştır. Devam eden reaksiyonda 633°C’ de yapıdan yine kalıntı gazların ve organiklerin uzaklaşması sonucu küçük bir endotermik reaksiyon tespit edilmiş ve 669°C’ de reaksiyonun bittiği gözlemlenmiştir. Literatüre uygunluğu ve tespit edilen sıcaklıklar neticesinde de jel → toz dönüşüm sıcaklığı 650°C olarak belirlenmiştir. Yapıdan bütün kalıntı organik ve karbonun yanarak atımı için havaya açık fırın atmosferinde 950 °C’ de ek kalsinasyon işlemi yapılması kararlaştırılmıştır.



Şekil 4.2: Üre ve borik asit katkılı $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi TG/DTA sonucu.

4.1.1.2 $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi - üre ve borik asit katkılı- X-ışınları karakterizasyonu

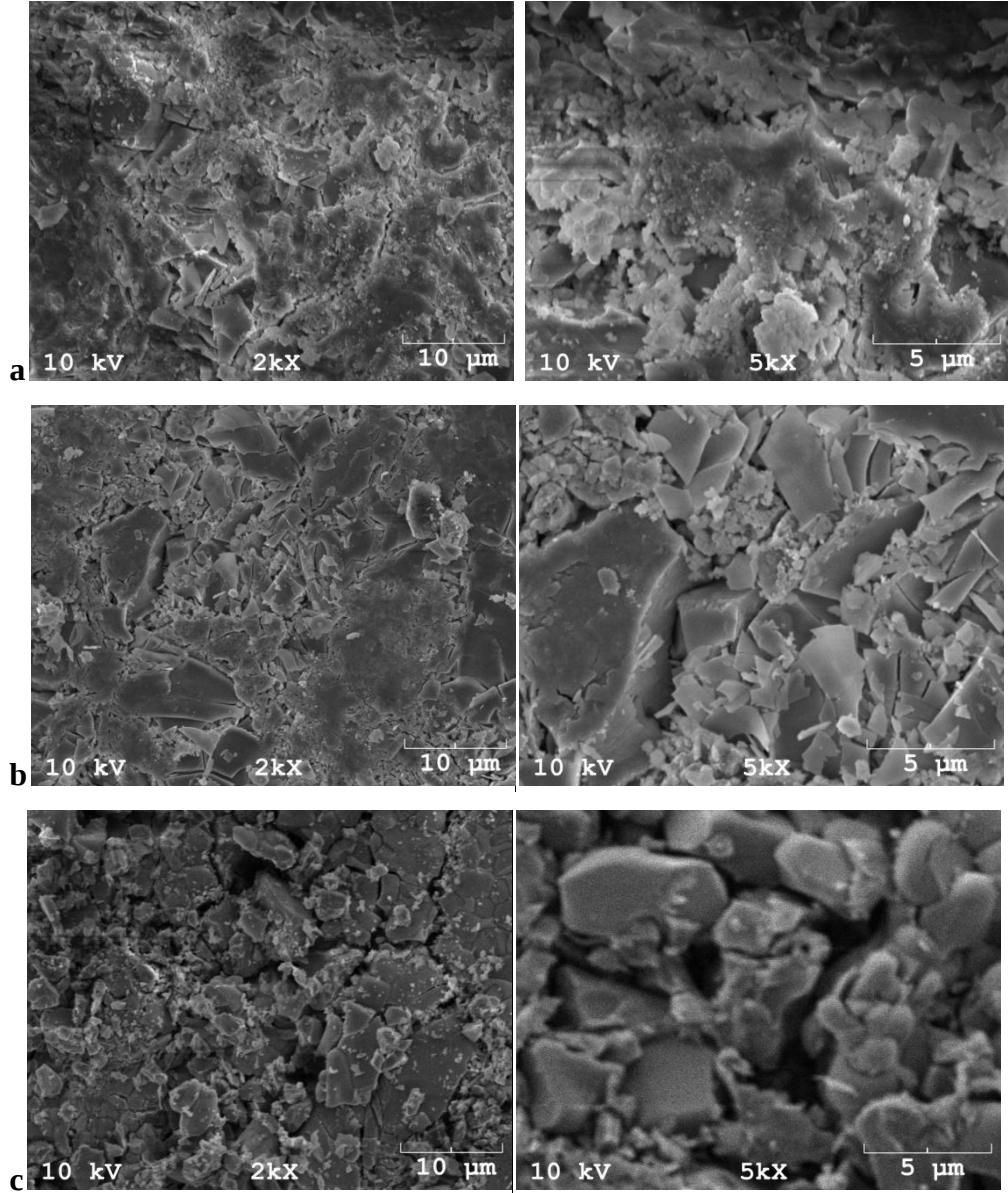
Elde edilen numunenin belirlenen jel $\rightarrow$ toz dönüşüm sıcaklığı ve üzerinde, uygulanan ısı işlemler sonucunda oluşan fazların karakterizasyonu için X-ışınları difraksiyon analiz çalışmaları uygulanmıştır. Şekil 4.3 te $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesinin 650°C ' de yapısının $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ yapısında olduğu gözlemlenmiştir. Bu sıcaklıkta yapıda bulunması beklenen alüminyum nitrat yapılan analiz sonucunda tespit edilememiştir ve alüminyum nitratın yapıda amorf olarak dağıldı düşünülmektedir. Dönüşüm sıcaklığının 750°C ' ye çıkarılması ile de yapının dönüşmediği ve 650°C ' deki yapıyla benzer olduğu görülmüştür. 950°C ' de 2 saat ısı işlem sonucunda ise yapıda karışık SrAl_2O_4 ve $\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ fazları tespit edilmiştir. 1300°C 'de redüktif fırın ortamında yapılan ısı işlem sonucunda elde edilen yapıda ise SrAl_2O_4 ' ün ana yapıyı oluşturduğu tespit edilmiştir.



Şekil 4.3: Üre ve borik asit katkılı $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesinin değişen sıcaklıklardaki XRD sonuçları.

4.1.1.3 $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi - üre ve borik asit katkılı- mikroyapı karakterizasyonu

Şekil 4.4’’te farklı sıcaklıklarda elde edilen toz numunelerin pelet haldeki belirlenen büyütmeleri için elde edilen SEM görüntüleri verilmiş olup; genel yapının düzensiz tanelerden oluştuğu ve tanelerin köşeli olduğu gözlemlenmiştir.



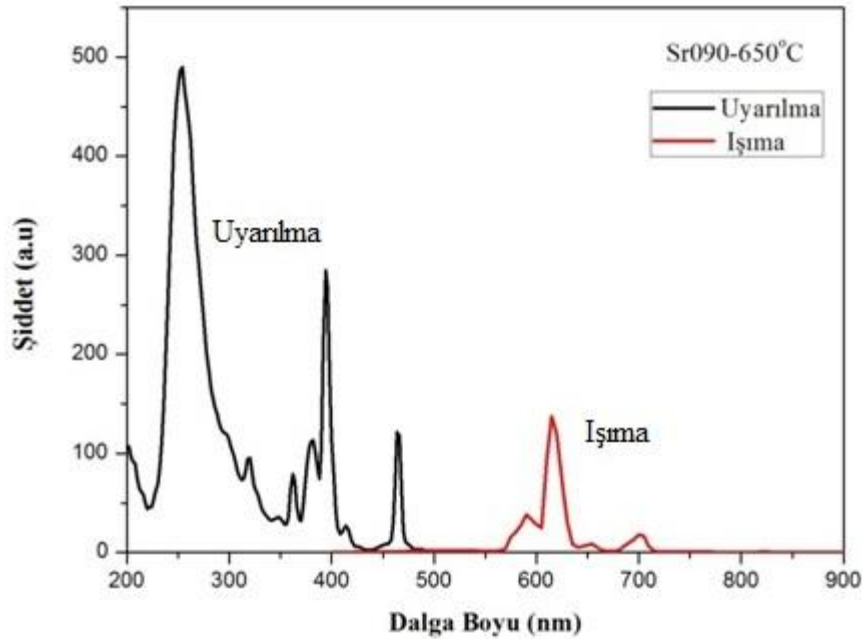
Şekil 4.4: $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesinin SEM fotoğrafları
(a) 650°C, 2kX-5kX (b) 950°C, 2kX-5kX (c) 1300°C, 2kX- 5kX.

Beklenildiği gibi artan sıcaklıklarla birlikte tane yapısında büyüme gözlemlenmiştir. 1300°C’ de alınan SEM görüntüsünün net olmaması, numunenin elektron hapsedmesi ve parlamasından dolayıdır. Modifiye edilmiş sol-jel prosesiyle üretilen numunenin SEM görüntüleri literatürle karşılaştırılmış benzer yapıya rastlanmamıştır [19,24,40].

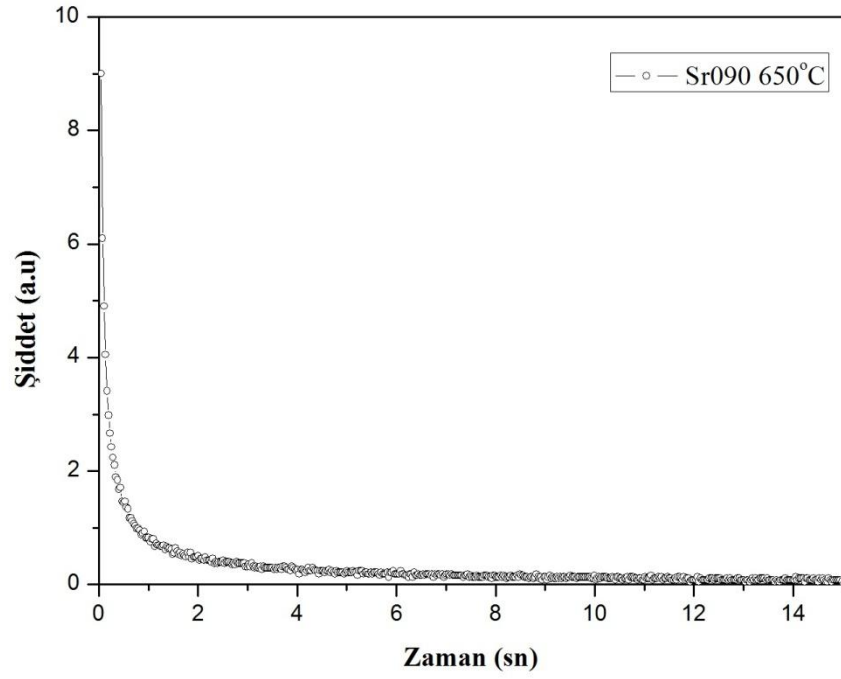
Elde edilen tane boyutu 1-3 μm civarı iken literatürde mikronun 10' da biri oranında tane boyutları eldesi görülmüştür.

4.1.1.4 $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi -üre ve borik asit katkılı- ışıma davranışı ve ışıma ömrü analizi

İşıma şiddeti ve ömrü için numune yüzey alanı belli bir çapa göre hazırlanmıştır. Toz numune pelet hale getirilerek ölçümler için hazır duruma getirilmiştir. Numune 200 ile 500 nm dalga boyu aralığında uyarılmış ve ışıma şiddeti bunun sonucunda 400 ile 900 nm dalga boyu aralığında tespit edilmiştir. İşıma ömrü sonuçları 30 sn'lik zaman dilimi için tespit edilmiştir. $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi için değişen sıcaklıklarda ışıma şiddetleri ve ömrü analizi yapılmıştır. Şekil 4.5' de 650°C' de jel formundan toz formuna dönüşmüş yapının uyarılma ve ışıma eğrileri verilmiştir. Bu sıcaklıkta üretilen toz numunede tespit edilen ışıma değerleri çok düşüktür ve istenen ışıma tespit edilememiştir. Şekil 4.6' dan görüleceği gibi bu numunede herhangi bir ışıma aömrü tespit edilememiştir

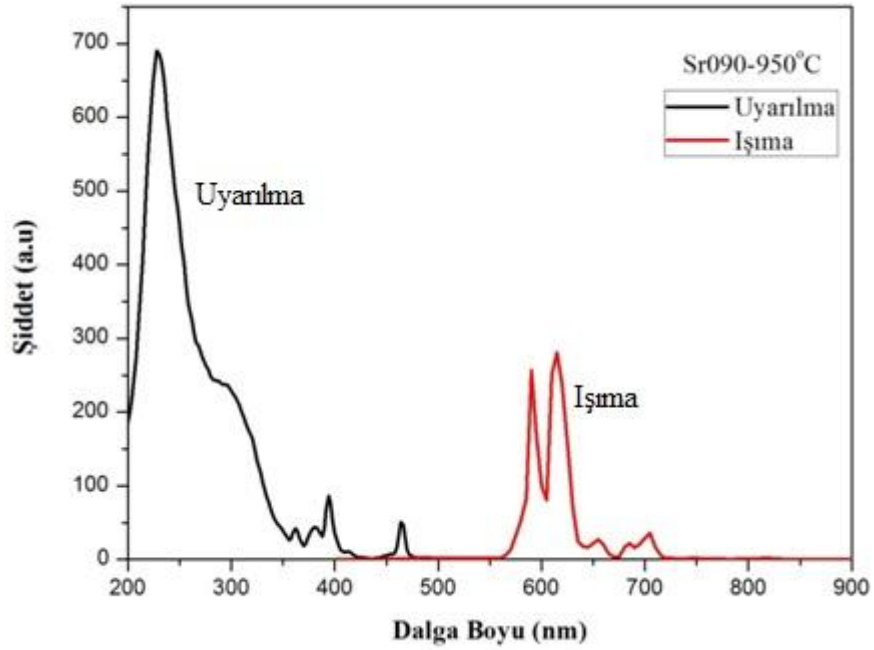


Şekil 4.5: $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi uyarılma – ışıma grafiği (650°C).

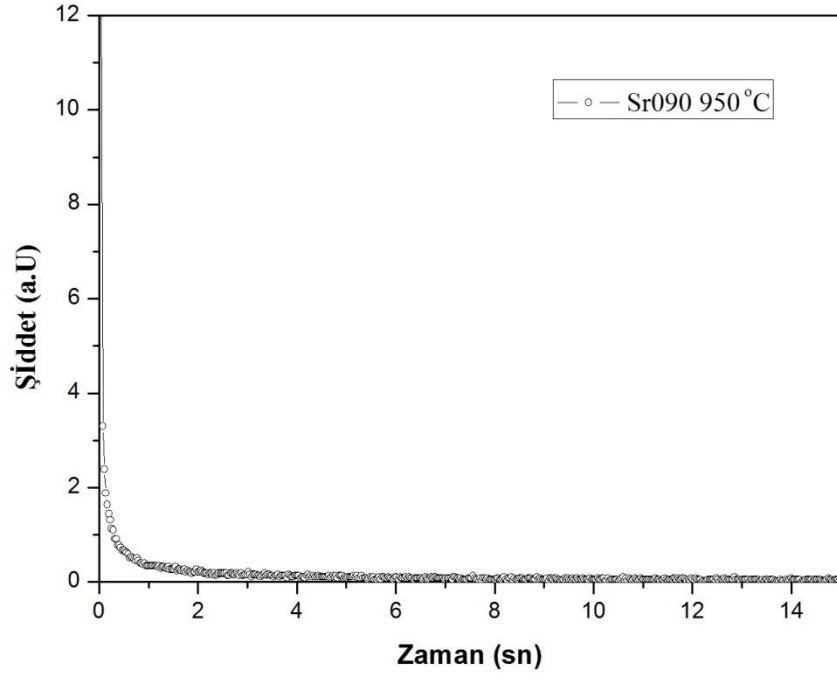


Şekil 4.6: $\text{Sr}_{0.90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0.05}, \text{Dy}_{0.05}$ numunesi ışıma ömrü grafiği (650°C).

950°C ' de numunede görünür bölgenin kızılötesi kısmında çok düşük absorpsiyon neticesinde insan gözünün algılayamayacağı şiddette ışıma tespit edilmiştir (Şekil 4.7). Bu numunede de herhangi bir ışıma ömrü gözlenmemiş ve bunun neticesinde de parlama tespit edilememiştir.

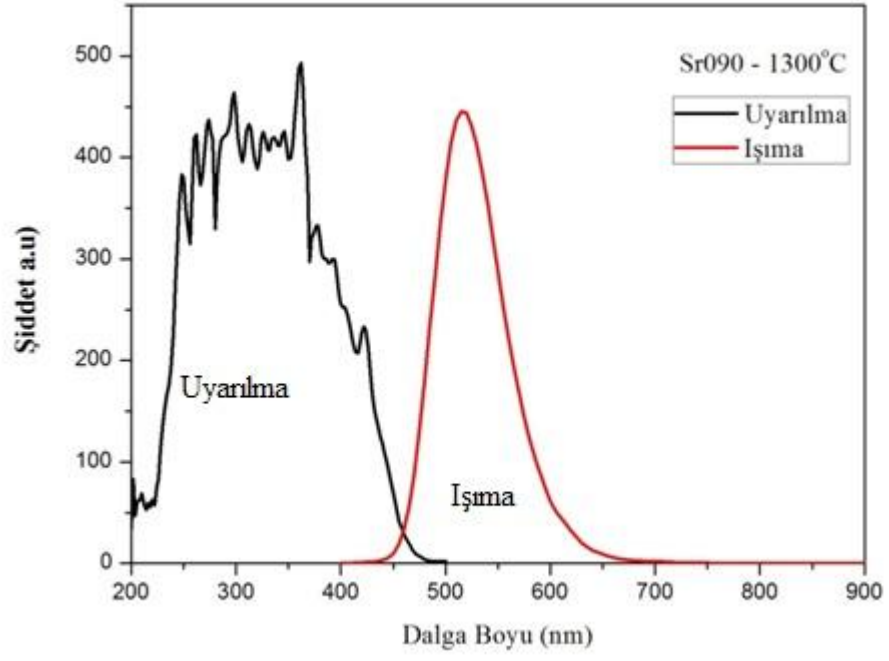


Şekil 4.7: $\text{Sr}_{0.90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0.05}, \text{Dy}_{0.05}$ numunesi uyarılma – ışıma grafiği (950°C).

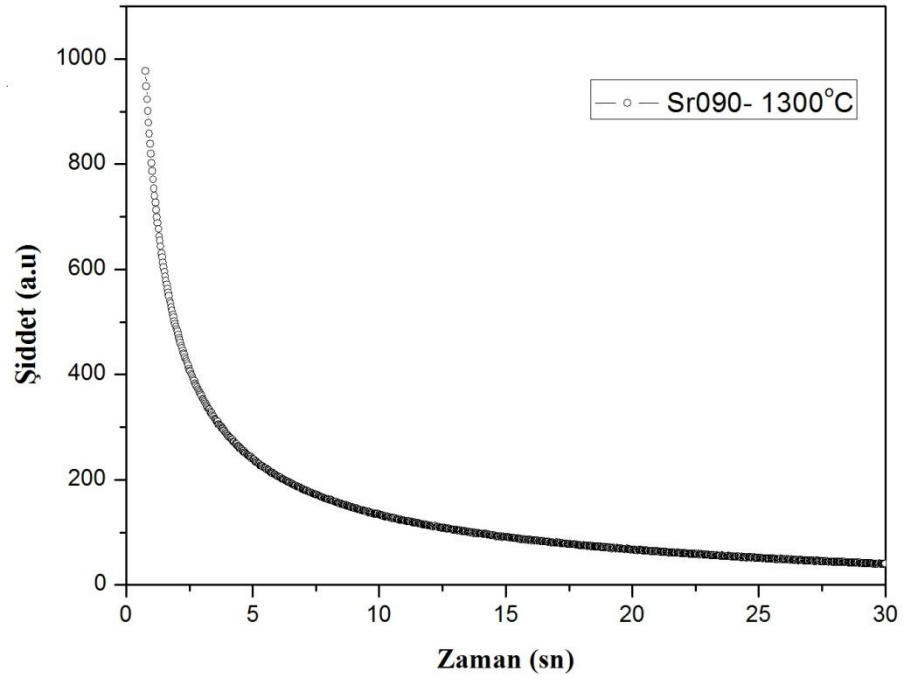


Şekil 4.8: $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi ışıma ömrü grafiği (950°C).

1300°C ' de numunenin 360 nm ' de uyarılmasıyla görünür bölgenin yeşil kısmında 513 nm ' de ışıma yaptığı gözlemlenmiştir (Şekil 4.9). Bu sonuç yapının ana bileşimin SrAl_2O_4 olduğunu göstermekte ve literatüre uymaktadır. 1300°C 'de sentezlenen numunede ışıma ömrünün oldukça iyi olduğu Şekli 4.10' da görülmekte olup, nihai fosforesans malzemenin ışığı absorblaması ve belirlenen süre içinde ışımaya devam ettiği saptanmıştır.



Şekil 4.9: $\text{Sr}_{0.90}\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0.05},\text{Dy}_{0.05}$ numunesi uyarılma – ışıma grafiği (1300°C).



Şekil 4.10: $\text{Sr}_{0.90}\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0.05},\text{Dy}_{0.05}$ numunesi ışıma ömrü grafiği (1300°C).

4.1.2 $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4\text{:Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi -sitrik asit ve borik asit katkılı-

Evropiyum ve disprozyum katkılı, sitrik asitin şelat yapıcı ve yakıt olarak kullanıldığı SrAl_2O_4 esaslı numune, kompozisyonca $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4\text{:Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ formunda stokiyometrik olarak hazırlanmıştır. Kullanılan başlangıç malzemeleri çizelge 4.2’ de verilmiştir.

Çizelge 4.2: $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4\text{:Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ (Sitrik asit + borik asit katkılı) numune sentezi için gerekli başlangıç malzemeleri ve miktarları.

Başlangıç Malzemeleri	Miktar (gr)
$\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$	3,809
$\text{Al}(\text{NO}_3)_3$	15,005
Eu_2O_3	0,175
Dy_2O_3	0,186
H_3BO_3	0,098
$\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$	25,210

Değişen sıcaklıklarda, 650-950-1300°C, elde edilen toz numuneler ise Şekil 4.11’de görülmektedir

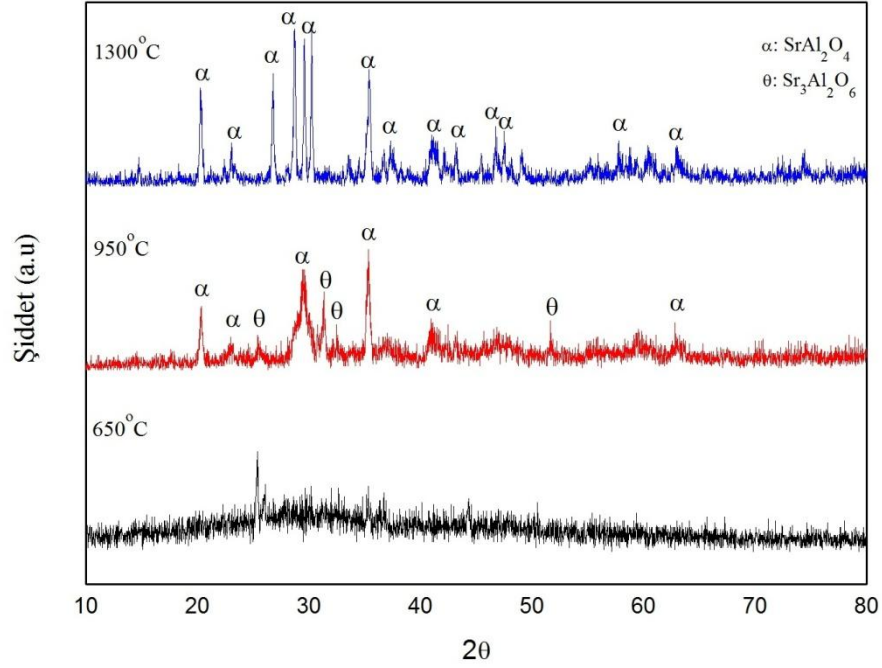


Şekil 4.11: 650-950-1300°C’ de elde edilen $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4\text{:Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ (Sitrik asit + borik asit katkılı) toz numuneler

4.1.2.1 $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4\text{:Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi -sitrik ve borik asit katkılı- X-ışınları karakterizasyonu

Elde edilen numunenin belirlenen jel → toz dönüşüm sıcaklığı ve üzerinde, uygulanan ısı işlemler sonucunda oluşan fazların karakterizasyonu için X-ışınları difraksiyon analiz çalışmaları uygulanmıştır. Şekil 4.12’de $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4\text{:Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesinin 650°C’ de yapısının amorf olduğu tespit edilmiştir. Bunun sonucunda

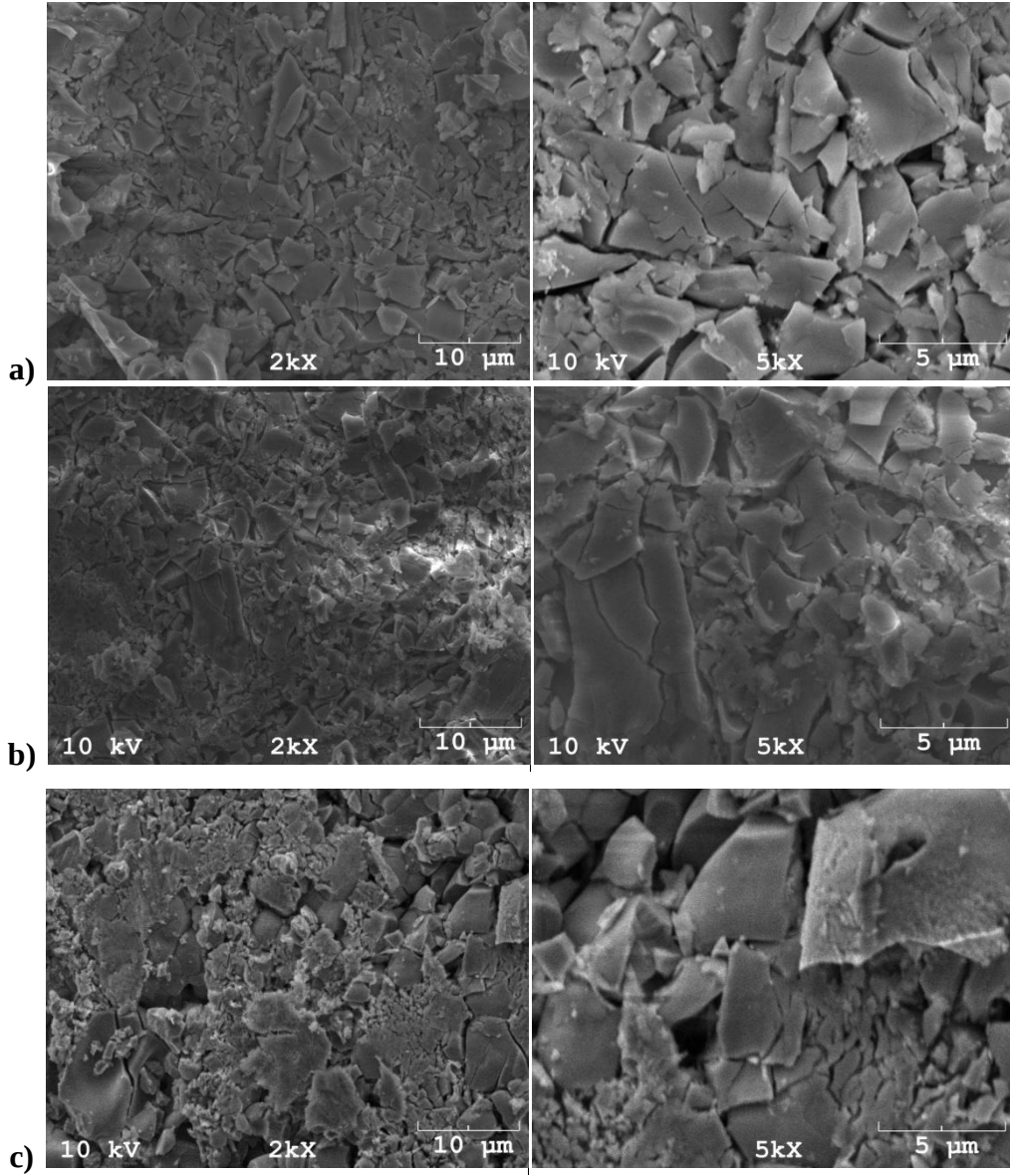
herhangi bir faza rastlanamamıştır. 950 °C’ de 2 saat ısıtılma sonucunda ise yapıda karışık SrAl_2O_4 ve $\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ fazları tespit edilmiştir. Bu sıcaklıkta da yapının tam kristalin bir hal yerine amorf olduğu, dönüşümlerin tam olarak gerçekleşmediği görülmektedir. 1300°C’de redüktif fırın ortamında yapılan ısıtılma sonucunda ise elde edilen yapıda SrAl_2O_4 ’ ün ana yapıyı oluşturduğu tespit edilmiştir.



Şekil 4.12: Sitrik ve borik asit katkılı $\text{Sr}_{0.90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0.05}, \text{Dy}_{0.05}$ numunesini değişen sıcaklıklardaki XRD sonuçları.

4.1.2.2 $\text{Sr}_{0.90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0.05}, \text{Dy}_{0.05}$ numunesi -sitrik ve borik asit katkılı- mikroyapısal karakterizasyonu

Şekil 4.13’te farklı sıcaklıklarda elde edilen toz numunelerin pelet haldeki SEM görüntüleri verilmiş olup; genel yapının düzensiz tanelerden oluştuğu ve tanelerin köşeli olduğu gözlemlenmiştir. SEM fotoğraflarından sitrik asit katkılı numunelerde daha yüksek ısıtılma sıcaklıklarına çıkılması gerekliliği üre ve borik asit katkılı $\text{Sr}_{0.90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0.05}, \text{Dy}_{0.05}$ numunesi ile karşılaştırıldığında söylenebilir.



Şekil 4.13: Sitrik ve borik asit katkılı $\text{Sr}_{0.90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0.05}, \text{Dy}_{0.05}$ numunesinin değişen sıcaklıklardaki, SEM fotoğrafları a) 650°C b) 950°C c) 1300°C

4.1.3 $\text{Sr}_{0,94}\text{Al}_2\text{O}_4\text{:Eu}_{0,01}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi -üre ve borik asit katkı-

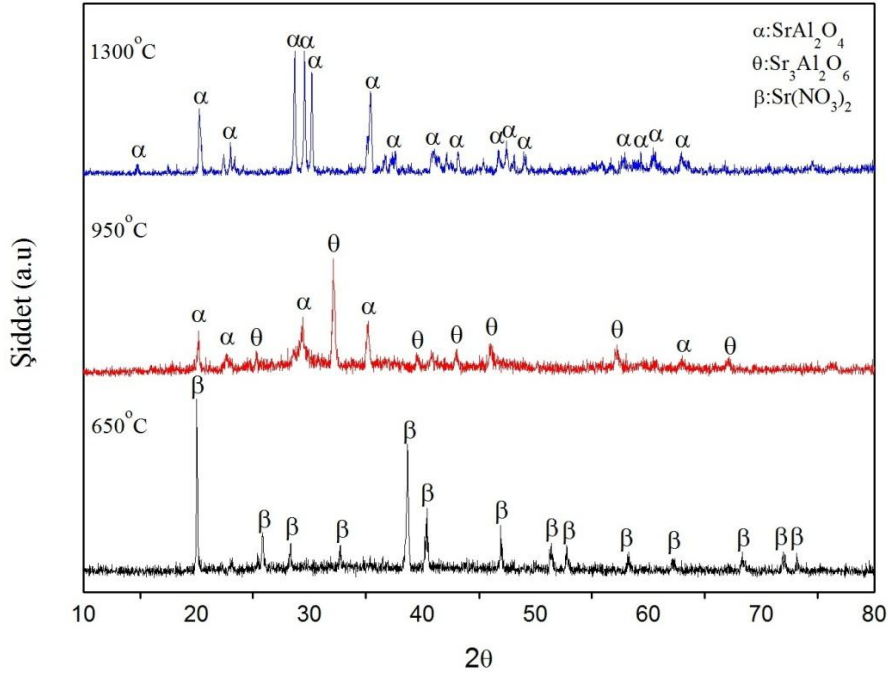
Evropiyum ve disprozyum katkılı, ürenin şelat yapıcı ve yakıt olarak kullanıldığı SrAl_2O_4 esaslı numune, kompozisyonca $\text{Sr}_{0,94}\text{Al}_2\text{O}_4\text{:Eu}_{0,01}, \text{Dy}_{0,05}$ formunda stokiyometrik olarak hazırlanmıştır. Değişen evropiyum oranına göre sonuçlar belirlenmiştir. Kullanılan başlangıç malzemeleri Çizelge 4.3’ te verilmiştir.

Çizelge 4.3: $\text{Sr}_{0,94}\text{Al}_2\text{O}_4\text{:Eu}_{0,01}, \text{Dy}_{0,05}$ (üre + borik asit katkılı) numune sentezi için gerekli başlangıç malzemeleri ve miktarları.

Başlangıç Malzemeleri	Miktarı(gr)
$\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$	3,978
$\text{Al}(\text{NO}_3)_3$	15,005
Eu_2O_3	0,035
Dy_2O_3	0,186
H_3BO_3	0,098
$\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$	7,208

4.1.3.1 $\text{Sr}_{0,94}\text{Al}_2\text{O}_4\text{:Eu}_{0,01}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi -üre ve borik asit katkılı- X-ışınları karakterizasyonu

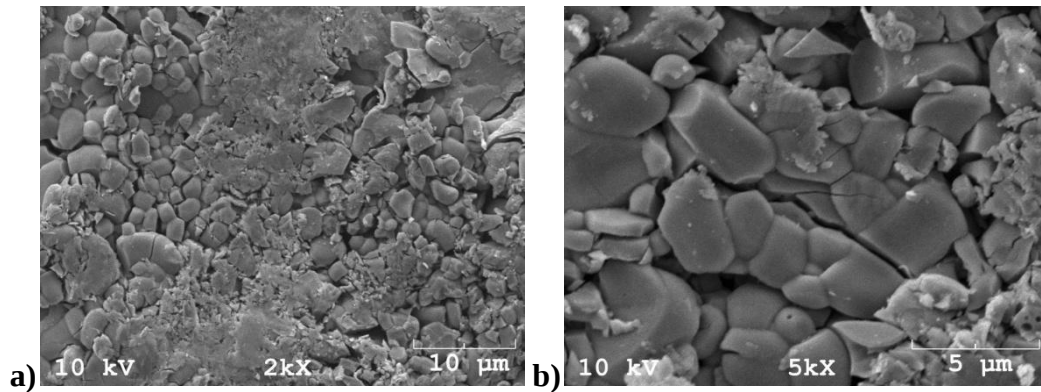
Şekil 4.14’ te $\text{Sr}_{0,94}\text{Al}_2\text{O}_4\text{:Eu}_{0,01}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesinin 650°C ’ de $\text{Sr}(\text{NO}_3)_3$ yapısında olduğu gözlemlenmiştir. 950°C ’ de 2 saat ısıtılma işlemi sonucunda ise yapıda karışık SrAl_2O_4 ve $\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ fazları tespit edilmiştir. 1300°C ’de redüktif fırın ortamında yapılan ısıtılma işlemi sonucunda elde edilen yapıda ise SrAl_2O_4 ’ ün ana yapıyı oluşturduğu tespit edilmiştir. Değişen evropiyum miktarının 1300°C ’ de oluşan piklerin yerini değiştirmediği ve değişen katkı miktarının yapının son haline etkisi olmadığı görülmüştür.



Şekil 4.14: Üre ve borik asit katkılı $\text{Sr}_{0.94}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0.01}, \text{Dy}_{0.05}$ numunesinin değişen sıcaklıklardaki XRD sonuçları

4.1.3.2 $\text{Sr}_{0.94}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0.01}, \text{Dy}_{0.05}$ numunesi -üre ve borik asit katkılı- Mikroyapı karakterizasyonu

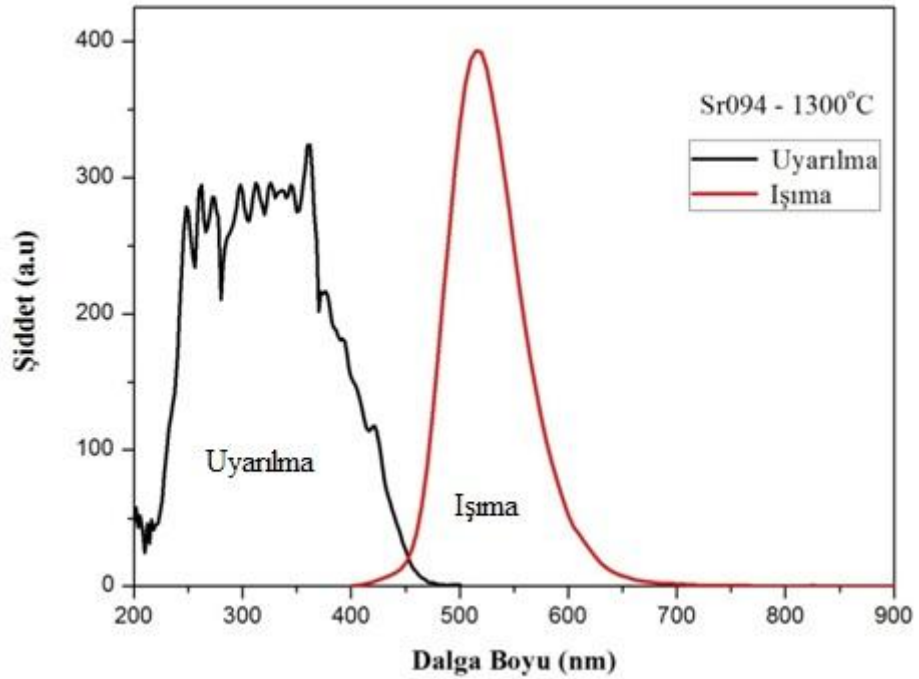
Şekil 4.15’ te 1300°C ’ de elde edilmiş olan $\text{Sr}_{0.94}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0.01}, \text{Dy}_{0.05}$ numunesinin mikroyapı fotoğrafları, toz haldeki numunenin peletlenmiş halinden alınmıştır. Yapı irili ufaklı tanelerin heterojen ve düzensiz şekilde dağılımından oluşmaktadır. Yapıda bu sıcaklıkta tane boyutunun yaklaşık olarak $1\text{-}3\text{ }\mu\text{m}$ olduğu görülmektedir.



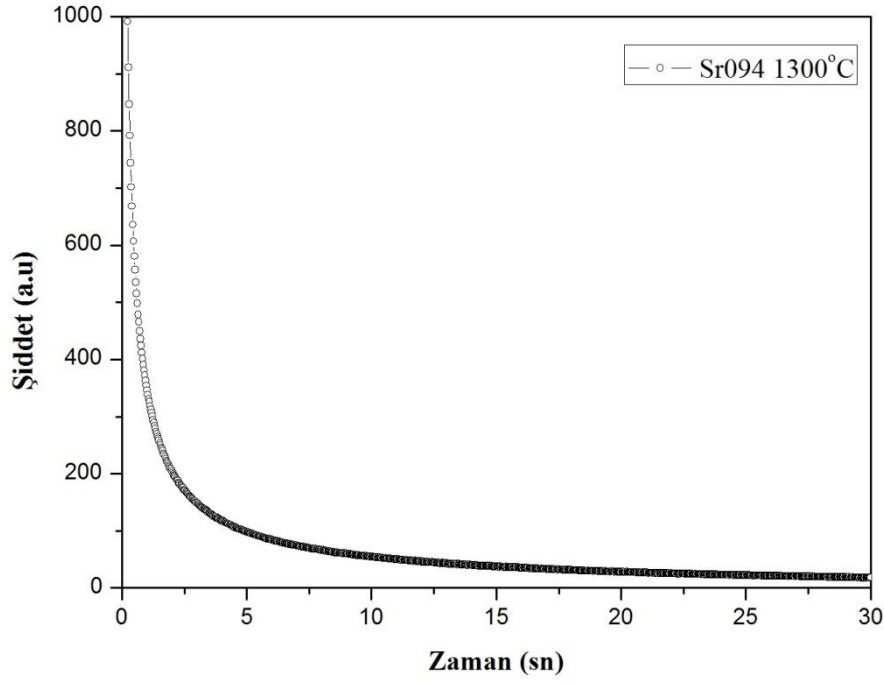
Şekil 4.15: 1300°C ’ de elde edilen $\text{Sr}_{0.94}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0.01}, \text{Dy}_{0.05}$ numunesinin mikroyapı fotoğrafları a) 2kX, b) 5kX.

4.1.3.3 $\text{Sr}_{0,94}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,01}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi -üre ve borik asit katkı- ışıma davranışı ve ışıma ömrü analizi

1300°C’de elde edilen nihai ürün $\text{Sr}_{0,94}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,01}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi 200 ve 500 nm dalga boyu aralığında uyarılmış ve ışıma şiddeti bunun sonucunda 400 ve 900 nm dalga boyu aralığında tespit edilmiştir. Şekil 4.16’da 360 nm dalga boyunda uyarılan numunenin 510 nm dalga boyunda görünür bölgenin yeşil renginde parladığı tespit edilmiştir. Azalan evropiyum miktarıyla ışıma şiddetinde düşüşün olduğu saptanmıştır. Şekil 4.17’de numunenin ışıma ömrü davranışı görülmektedir. Azalan evropiyum oranıyla birlikte ışıma ömründe azalma tespit edilmiştir. Bu sonuç Eu^{2+} iyonlarının luminesans merkezleri olarak görev yapmasının bir kanıtı olduğu söylenebilir.



Şekil 4.16: $\text{Sr}_{0,94}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,01}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi uyarılma – ışıma grafiği (1300°C).



Şekil 4.17: $\text{Sr}_{0,94}\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0,01}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi ışıma ömrü grafiği (1300°C).

4.1.4 $\text{Sr}_{0,95}\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0,05}$ numunesi -üre ve borik asit katkılı-

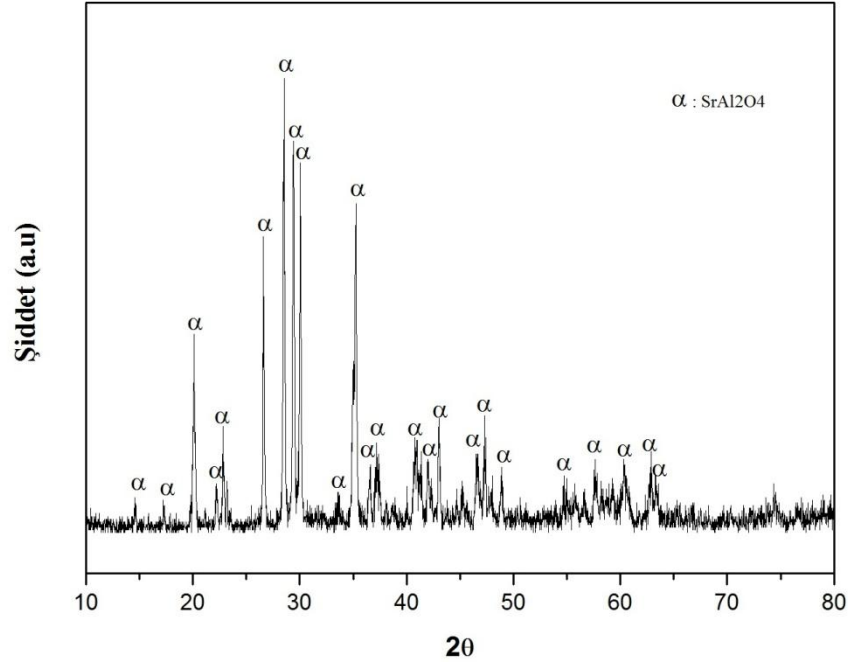
Evropiyum katkılı, ürenin şelat yapıcı ve yakıt olarak kullanıldığı SrAl_2O_4 esaslı numune, kompozisyonca $\text{Sr}_{0,95}\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0,05}$ formunda stokiometrik olarak hazırlanmıştır. Disprozyum yokluğunda yapıda ki davranışlar incelenmiş ve sonuçlar elde edilmiştir.. Kullanılan başlangıç malzemeleri Çizelge 4.4’ te verilmiştir

Çizelge 4.4: $\text{Sr}_{0,95}\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0,05}$ (üre + borik asit katkılı) numune sentezi için gerekli başlangıç malzemeleri ve miktarları.

Başlangıç Malzemeleri	Miktar (gr)
$\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$	4,021
$\text{Al}(\text{NO}_3)_3$	15,005
Eu_2O_3	0,175
Dy_2O_3	-
H_3BO_3	0,098
$\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$	7,208

4.1.4.1 $\text{Sr}_{0,95}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$ numunesi -üre ve borik asit katkılı- X-ışınları karakterizasyonu

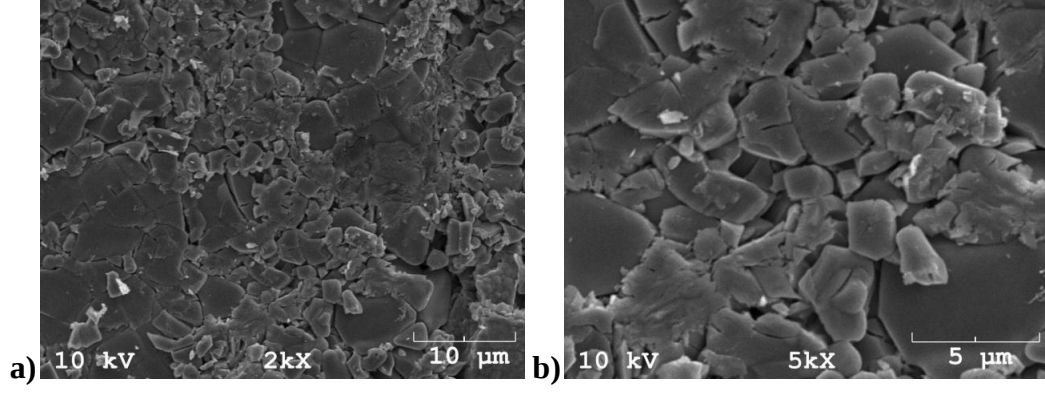
Şekil 4.18' de 1300°C ' de elde edilen nihai ürüne yapılan XRD analizinde yapının SrAl_2O_4 yapısında olduğu tespit edilmiştir. XRD grafiğinden yapının tam olarak kristallenmediği söylenebilir. Nihai numunenin parlamamasının bir sonucu olarak bu tespit de gösterilebilir.



Şekil 4.18: $\text{Sr}_{0,95}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$ numunesinin 1300°C 'deki XRD sonucu.

4.1.4.2 $\text{Sr}_{0,95}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$ numunesi -üre ve borik asit katkılı- mikroyapı karakterizasyonu

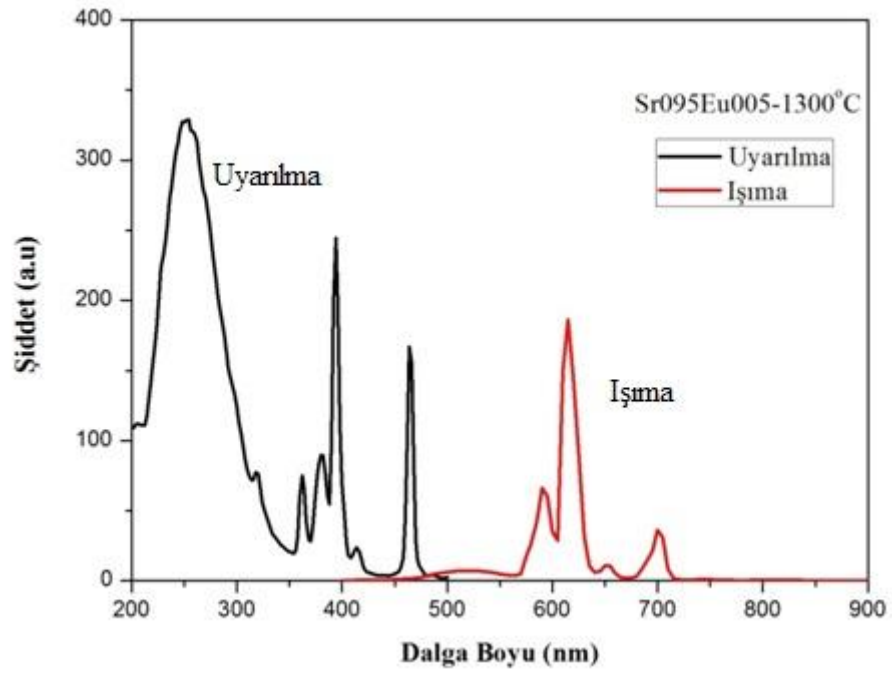
$\text{Sr}_{0,95}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$ numunesinden elde edilen mikroyapı fotoğrafları, 1300°C ' de elde edilen nihai toz yapısının peletlenmiş halinden elde edilmiştir (Şekil 4.19). Yapıda bu sıcaklıkta tane boyutunun yaklaşık olarak ortalama $2\text{-}3\ \mu\text{m}$ olduğu ve tanelerin düzensiz şekilde dağıldığı görülmektedir.



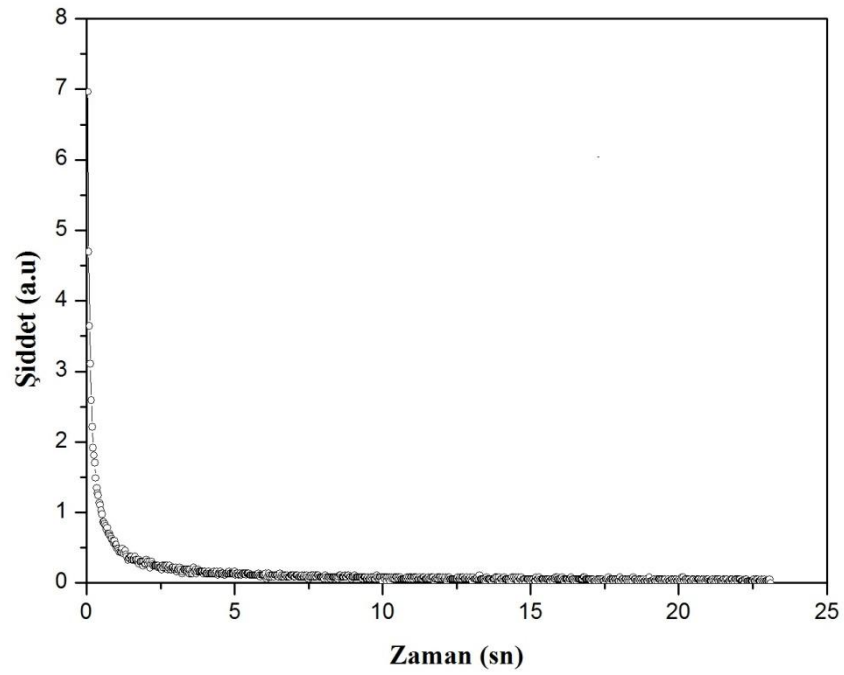
Şekil 4.19: $\text{Sr}_{0.95}\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0.05}$ numunesinin 1300°C ' de mikroyapı fotoğrafı.

4.1.4.3 $\text{Sr}_{0.95}\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0.05}$ numunesi -üre ve borik asit katkı- ışıma davranışı ve ışıma ömrü analizi

1300°C 'de elde edilen nihai ürün $\text{Sr}_{0.95}\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0.05}$ numunesi 200 ve 500 nm dalga boyu aralığında uyarılmış ve ışıma şiddeti bunun sonucunda 400 ve 900 nm dalga boyu aralığında tespit edilmiştir. Şekil 4.20'de numunenin ışık absorpsiyonun ve ışıma şiddetinin oldukça düşük olduğu görülmektedir. Numunenin görünür bölgenin kızılötesi aralığında yaklaşık olarak 615 nm civarında ışıma yaptığı tespit edilmiştir. Yapının bu sıcaklıkta tamamen SrAl_2O_4 fazından oluşmasına rağmen parlamamasının nedeni olarak fotofiziksel oluşumda Eu^{2+} iyonlarını tuzaklama görevinde bulunan Dy^{3+} iyonlarının yokluğundan kaynaklandığı söylenebilir. Dy^{3+} iyonlarının tuzaklama görevinde olması yapının ışıma ömrünü uzatan etken olduğu için Şekil 4.21'de görüldüğü gibi bu iyonların yokluğunda yapıda ışıma ömrü tespit edilememiştir.



Şekil 4.20: $\text{Sr}_{0.95}\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0.05}$ numunesi uyarılma – ışıma grafiğı (1300°C).



Şekil 4.21 : $\text{Sr}_{0.95}\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0.05}$ numunesi ışıma ömrü grafiğı (1300°C).

4.2 Li, Na ve K İlaveli IA Grubu Alkali Elementleri Eu, Dy Katkılı SrAl_2O_4 Esaslı Numuneler

Bu grup numuneler; lityum, sodyum ve potasyum elementlerinin herbiri farklı kompozisyonlar oluşturacak şekilde stronsiyum aluminat ana matrisine evropiyum ve disporziyum ile birlikte katılmıştır. Şelat yapıcı ve yakıt olarak üre kullanılmıştır. Nihai ürün 0.02 mol olacak şekilde hesaplamalar yapılmıştır. Hazırlanan numuneler aşağıda verilmiştir:

1. Li ilaveli, Eu ve Dy katkılı, şelat yapıcı ve yakıt olarak ürenin kullanıldığı $\text{Sr}_{0,80}(\text{Li}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi
2. Na ilaveli, Eu ve Dy katkılı, şelat yapıcı ve yakıt olarak ürenin kullanıldığı $\text{Sr}_{0,80}(\text{Na}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi
3. K ilaveli, Eu ve Dy katkılı, şelat yapıcı ve yakıt olarak ürenin kullanıldığı $\text{Sr}_{0,80}(\text{K}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi

Belirlenen miktarlarda stronsiyum nitrat, alüminyum nitrat ve borik asit bir beher içerisinde su ile çözündürülmüştür. Lityum karbonat (Li_2CO_3), sodyum karbonat (Na_2CO_3) ve potasyum nitrat (KNO_3) suda çözündürülerek stronsiyum ve alüminyum nitrat çözeltisi bulunan behere eklenmiştir. Evropiyum ve disprozyum oksitleri nitrik asit içerisinde çözündürülmüştür. Çözeltiler homojen hal aldıktan sonra tek bir beher içerisine konmuşlardır. Son olarak üre şelat yapıcı ve yakıt olarak ilave edilmiş ve 100°C ' de sabit sıcaklıkta ısıtılmaya bırakılmıştır. 4 saat sonunda çözelti beyaz köpüksü jel formuna dönüşmüştür. Jel formu alan yapı 650°C ' deki fırına platin pota içerisinde şarj edilmiştir ve 5 dakikadan kısa bir süre içerisinde beyaz toz yapısı elde edilmiştir. Yapıdaki kalıntı karbonun ve organiklerin uzaklaştırılması için numune, 950°C ' de 2 saat ısıtılma maruz bırakılmıştır. 650°C ve 950°C 'de yapılan ısıtılma işlemleri sonucunda numunede herhangi bir fosforesans özelliğe rastlanmamıştır. Son olarak numune aktif karbon redüktif fırın ortamında 1300°C 'de 2 saat ısıtılma maruz bırakılmıştır. Numune fırın ortamında soğutulmaya bırakılmış ve fırından oda sıcaklığında alınmıştır. Sonuç olarak nihai fosforesans malzeme sentezi gerçekleştirilmiştir.

4.2.1 $\text{Sr}_{0,80}(\text{Li}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi

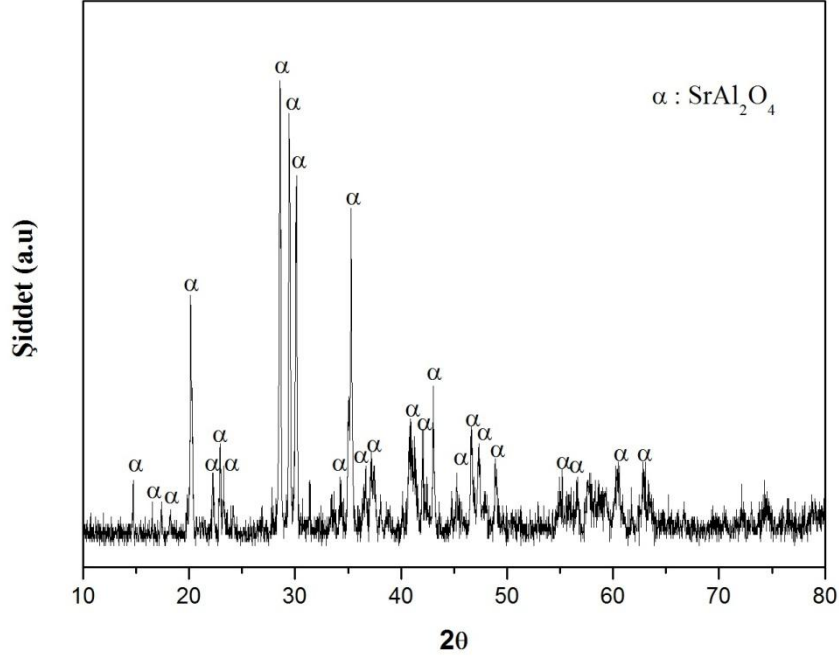
Evropiyum ve disprozyum katkılı, lityum ilaveli, ürenin şelat yapıcı ve yakıt olarak kullanıldığı SrAl_2O_4 esaslı numune, kompozisyonca $\text{Sr}_{0,90}(\text{Li}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ formunda stokiometrik olarak hazırlanmıştır. Kullanılan başlangıç malzemeleri Çizelge 4.5’ de verilmiştir.

Çizelge 4.5: $\text{Sr}_{0,80}(\text{Li}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi sentezi için gerekli başlangıç malzemeleri ve miktarları.

Başlangıç Malzemeleri	Miktar (gr)
$\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$	3,386
$\text{Al}(\text{NO}_3)_3$	15,005
Eu_2O_3	0,175
Dy_2O_3	0,186
Li_2CO_3	0,073
H_3BO_3	0,098
$\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$	7,208

4.2.1.1 $\text{Sr}_{0,80}(\text{Li}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi X- ışınları karakterizasyonu

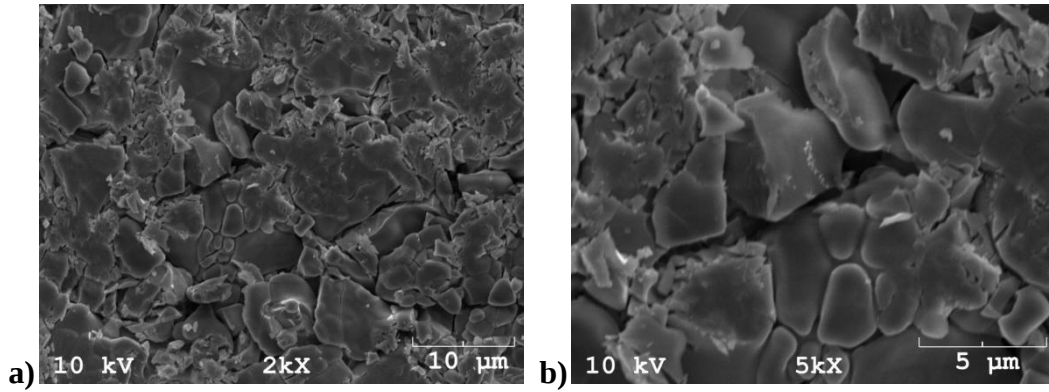
1300°C’ de elde edilen nihai ürüne yapılan XRD analizinde, yapının SrAl_2O_4 yapısında olduğu tespit edilmiştir. XRD grafiğinden yapıda Li ihtiva eden başka bir faz tespit edilememiştir (Şekil 4.22). Bu sonuç Li^+ iyonlarının Eu^{+2} iyonları gibi yapının içinde Sr^{2+} iyonlarının yerine oturduğunun göstergesi olduğu söylenebilir.



Şekil 4.22: $\text{Sr}_{0,80}(\text{Li}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0,05},\text{Dy}_{0,05}$ numunesinin XRD sonucu (1300°C).

4.2.1.2 $\text{Sr}_{0,80}\text{Li}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0,05},\text{Dy}_{0,05}$ Numunesi Mikroyapı Karakterizasyonu

Şekil 4.23 ‘teki mikroyapı fotoğrafları 1300°C ’ de elde edilen nihai ürün fosforesans toz malzemenin pelet halinden elde edilmiştir..

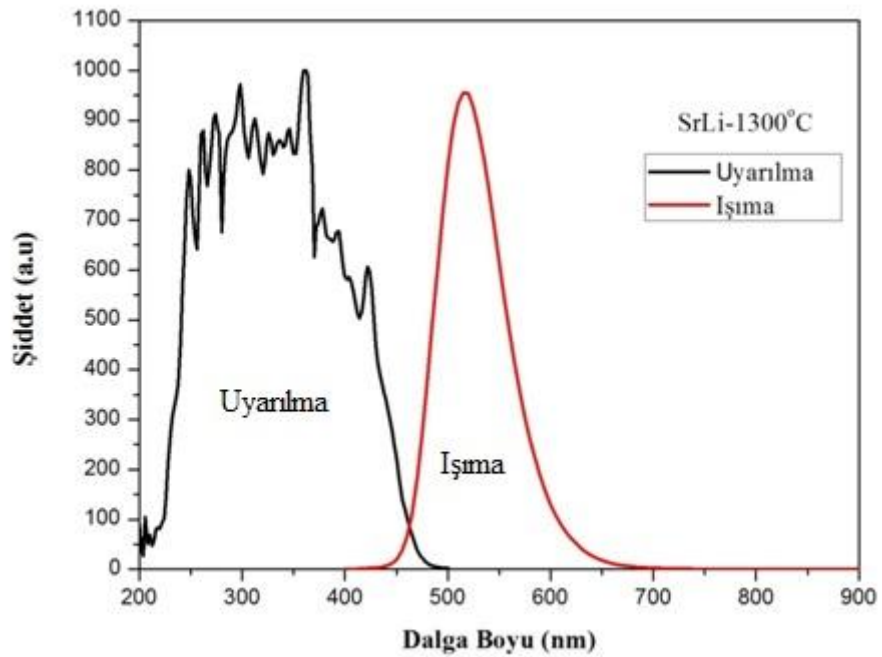


Şekil 4.23: $\text{Sr}_{0,80}(\text{Li}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0,05},\text{Dy}_{0,05}$ numunesinin mikroyapı fotoğrafı (1300°C).

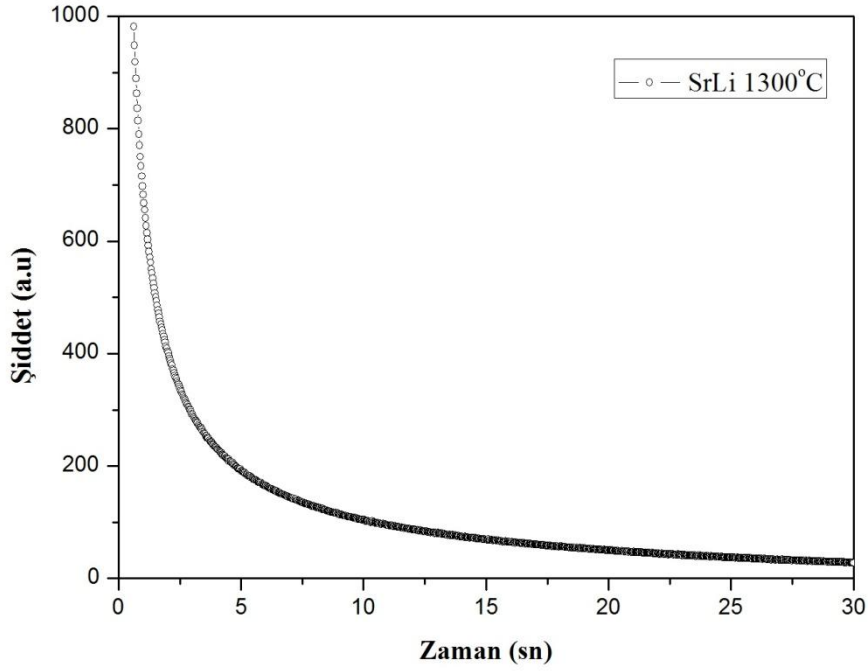
Mikroyapının düzensiz tanelerden oluştuğu gözükmetedir. Bazı yerlerde tanelerin birbine aglomere olduğuda tespit edilmiştir. Tane boyutu ortalama $1\text{-}3\text{ }\mu\text{m}$ civarındadır.

4.2.1.3 $\text{Sr}_{0,80}\text{Li}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi ışıma davranışı ve ışıma ömrü analizi

1300°C’ de 2 saat redüksiyon sonucunda elde edilen nihai fosforesans malzemenin uyarılma ve neticesindeki ışıma davranışı Şekil 4.24’te görülmektedir. Li^+ katkısıyla ışıma şiddetinin arttığı ve ışığı absorblama davranışının geliştiği tespit edilmiştir. 360 nm de en yüksek uyarılma değerine ulaşan numune görünür bölgenin 510 nm dalga boyunda yeşil renkte parlama davranışı göstermiştir. Işıma ömür analizinin 30 saniyelik zaman diliminde alınmıştır ve belirlenen sürede ışıma davranışının sürekli olduğu gözlemlenmiştir (Şekil 4.25).



Şekil 4.24: $\text{Sr}_{0,80}\text{Li}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi uyarılma – ışıma grafiği.



Şekil 4.25: $\text{Sr}_{0,80}\text{Li}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi ışıma ömrü grafiği.

4.2.2 $\text{Sr}_{0,80}(\text{Na}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi

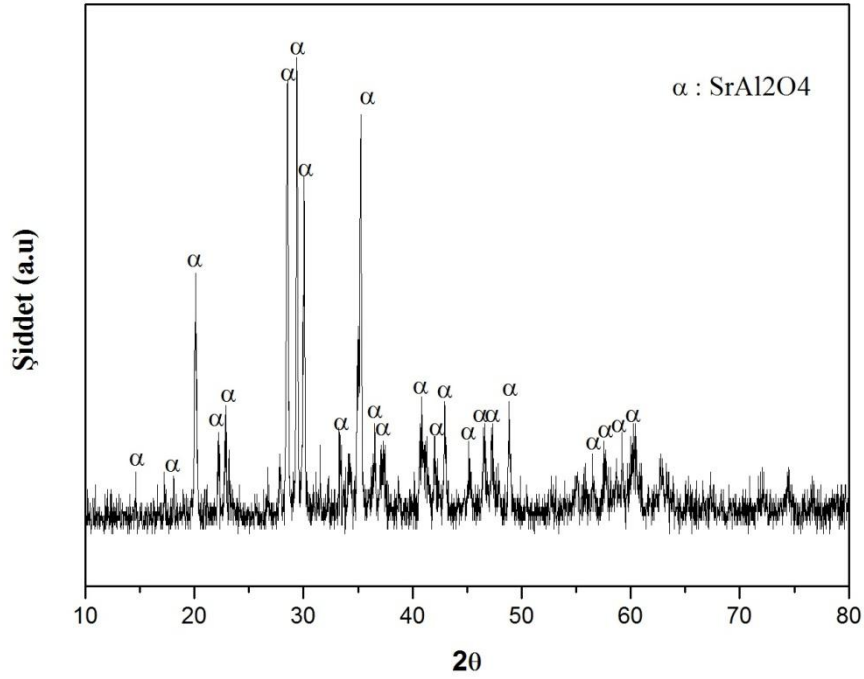
Evropiyum ve disprozyum katkılı, sodyum ilaveli, ürenin şelat yapıcı ve yakıt olarak kullanıldığı SrAl_2O_4 esaslı numune, kompozisyonca $\text{Sr}_{0,90}(\text{Na}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ formunda stokiometrik olarak hazırlanmıştır. Kullanılan başlangıç malzemeleri çizelge 4.6’ da verilmiştir

Çizelge 4.6: $\text{Sr}_{0,80}(\text{Na}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi sentezi için gerekli başlangıç malzemeleri ve miktarları.

Başlangıç Malzemeleri	Miktarı(gr)
$\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$	3,386
$\text{Al}(\text{NO}_3)_3$	15,005
Eu_2O_3	0,175
Dy_2O_3	0,186
Na_2CO_3	0,084
H_3BO_3	0,098
$\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$	7,208

4.2.2.1 $\text{Sr}_{0,80}(\text{Na}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi X- ışınları karakterizasyonu

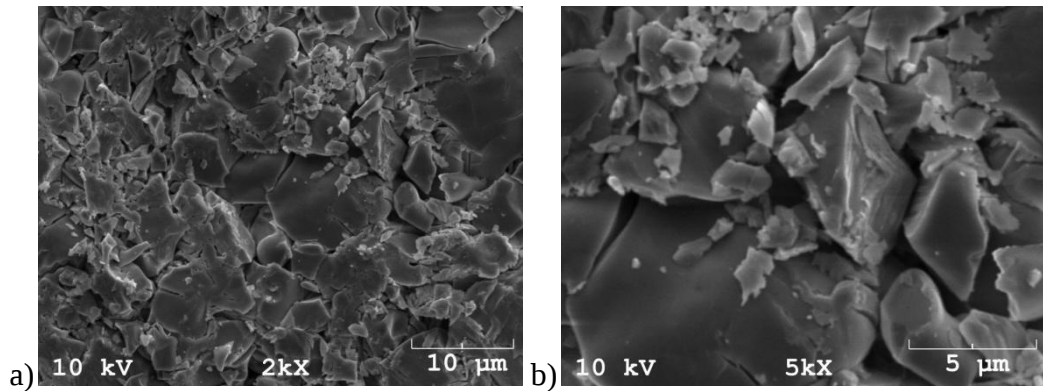
1300°C’ de elde edilen nihai ürüne yapılan XRD analizinde, yapının SrAl_2O_4 yapısında olduğu tespit edilmiştir. XRD grafiğinden yapıda Na ihtiva eden başka bir faz tespit edilememiştir (Şekil 4.26).. Bu sonuç Na^+ iyonlarının Eu^{+2} iyonları gibi yapının içinde Sr^{2+} iyonlarının yerine oturduğunun göstergesinin olduğu söylenebilir.



Şekil 4.26: $\text{Sr}_{0,80}(\text{Na}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesinin XRD sonuçları.

4.2.2.2 $\text{Sr}_{0,80} \text{Na}_{0,10} \text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ Numunesi Mikroyapı Karakterizasyonu

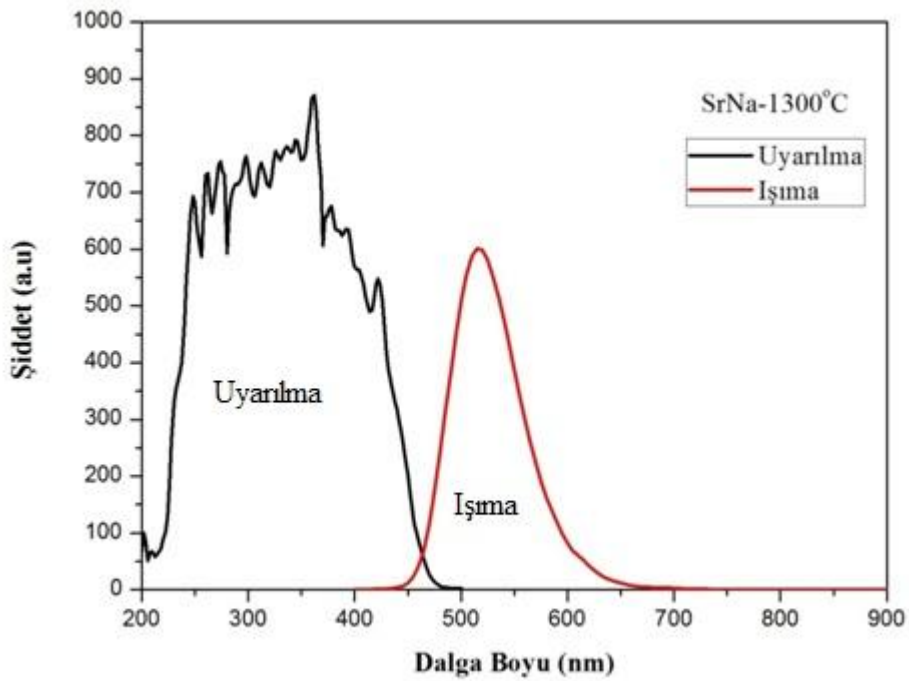
Şekil 4.27’ de 1300°C’ de elde edilen nihai ürün fosforesans toz malzemenin mikroyapı fotoğrafları pelet halinden alınmıştır. Mikroyapının düzensiz ve köşeli tanelerden oluştuğu görülmektedir. Tane boyutu ortalama 1-3 μm civarındadır



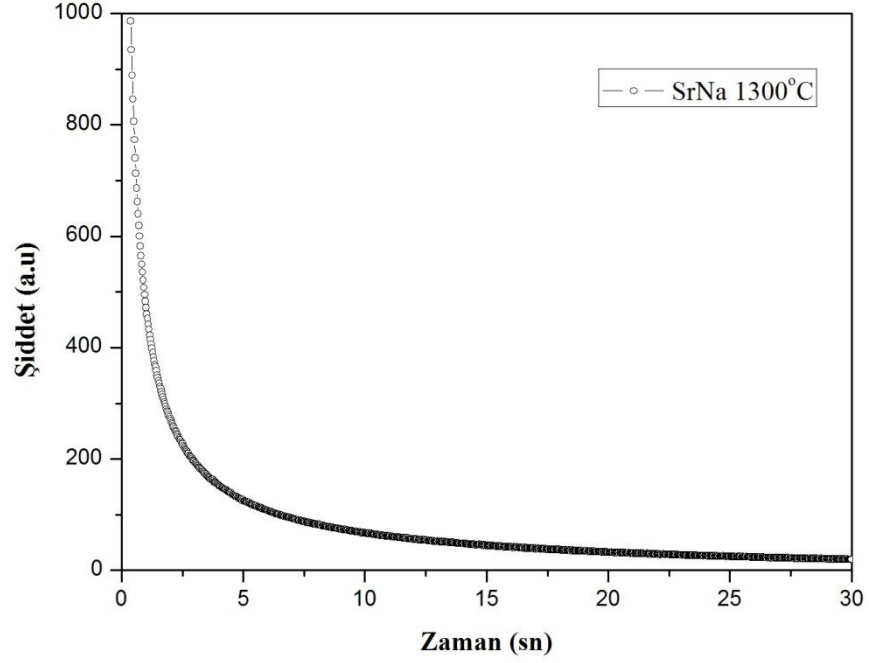
Şekil 4.27: $\text{Sr}_{0,80}(\text{Na}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesinin mikroyapı fotoğrafı.

4.2.2.3 $\text{Sr}_{0,80}\text{Na}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi ışıma davranışı ve ışıma ömrü analizi

$\text{Sr}_{0,80}\text{Na}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesinin uyarılma ve ışıma davranışı Şekil 4.28’de görülmektedir. 360 nm dalga boyunda en yüksek uyarılma davranışı gösteren numune 510 nm dalga boyunda yeşil renkte parlama göstermiştir. Yapılan Na^+ katkısıyla yapının ışık absorpsiyon bant aralığının genişlediği görülmektedir. Fosforesans malzemenin ışıma ömrü davranışı 30 saniyelik zaman diliminde incelenmiştir ve ışımasının x- eksenine paralel bir doğrultuda ışımaya devam ettiği gözlemlenmiştir (Şekil 4.29).



Şekil 4.28: $\text{Sr}_{0,80}\text{Na}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi uyarılma – ışıma grafiği.



Şekil 4.29: $\text{Sr}_{0,80}\text{Na}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0,05},\text{Dy}_{0,05}$ numunesi ışıma ömrü grafiği.

4.2.3 $\text{Sr}_{0,80}(\text{K}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0,05},\text{Dy}_{0,05}$ numunesi

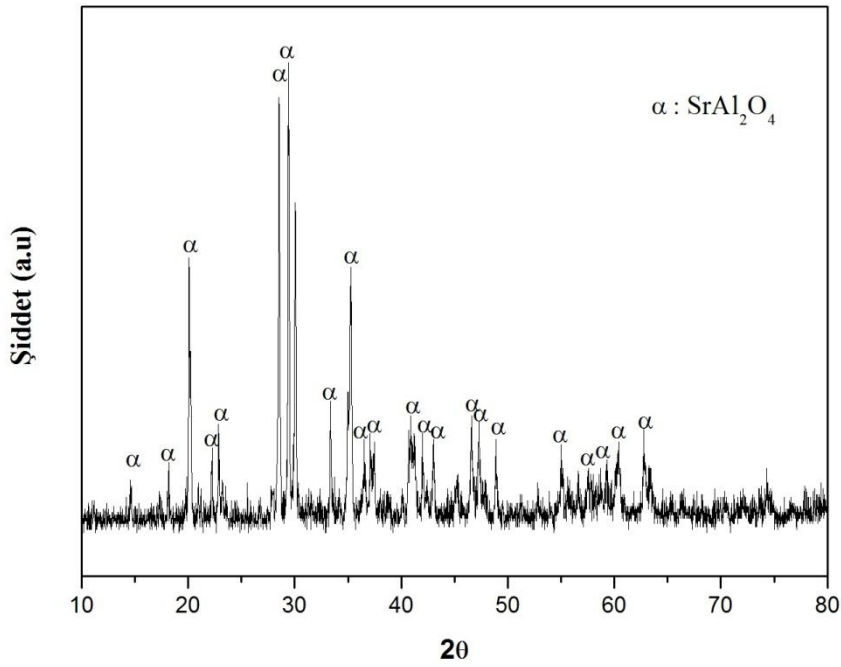
Evropiyum ve disprozyum katkılı, potasyum ilaveli, ürenin şelat yapıcı ve yakıt olarak kullanıldığı SrAl_2O_4 esaslı numune, kompozisyonca $\text{Sr}_{0,90}(\text{K}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0,05},\text{Dy}_{0,05}$ formunda stokiometrik olarak hazırlanmıştır. Kullanılan başlangıç malzemeleri Çizelge 4.7’ de verilmiştir

Çizelge 4.7: $\text{Sr}_{0,80}(\text{K}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0,05},\text{Dy}_{0,05}$ numunesi sentezi için gerekli başlangıç malzemeleri ve miktarları

Başlangıç Malzemeleri	Miktarı(gr)
$\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$	3,386
$\text{Al}(\text{NO}_3)_3$	15,005
Eu_2O_3	0,175
Dy_2O_3	0,186
KNO_3	0,201
H_3BO_3	0,098
$\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$	7,208

4.2.3.1 $\text{Sr}_{0,80}(\text{K}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi X- ışınları karakterizasyonu

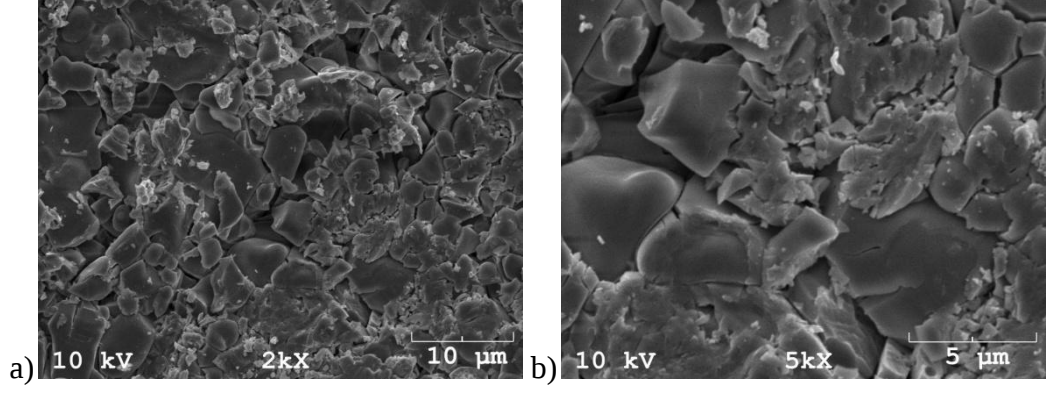
1300°C’ de 2 saat redüksiyon sonucunda elde edilen fosforesans $\text{Sr}_{0,80}(\text{K}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ toz numunesinden elde edilen XRD analizi sonucunda yapının SrAl_2O_4 faz yapısında olduğu tespit edilmiştir (Şekil 4.30). Yapılan K^+ katkısıyla pik şiddetlerinde artış olduğu söylenebilir. Yapıda tek faz olarak SrAl_2O_4 fazının tespiti neticesinde K^+ iyonlarının kristal kafes içerisinde Sr^{2+} iyonlarının yerini aldığı düşünülebilir.



Şekil 4.30: $\text{Sr}_{0,80}(\text{K}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesinin XRD sonuçları.

4.2.3.2 $\text{Sr}_{0,80}\text{K}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi mikroyapı karakterizasyonu

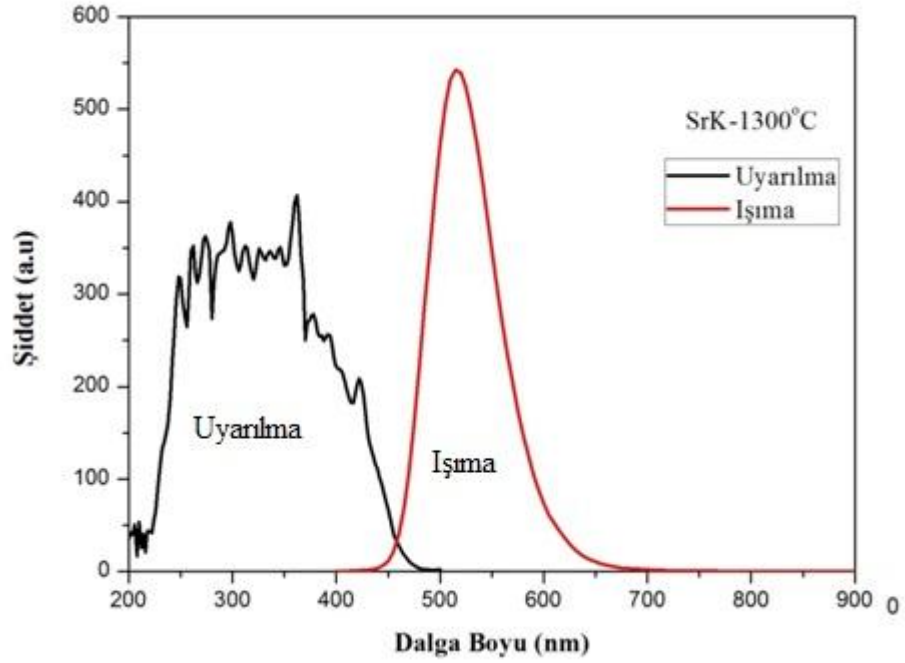
Şekil 4.31’de 1300°C’de elde edilen fosforesans karakterdeki $\text{Sr}_{0,80}\text{K}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ toz numunesinin pelet hale getirilmesi sonucu alınan mikroyapı fotoğrafı görülmektedir. Yüksek sıcaklıktaki ısıtılma işlemi sonucunda tanelerde büyüme olduğu söylenebilir. Elde edilen morfoloji düzensiz köşeli tanelerden oluşmakta ve ortalama tane boyutu 2-5µm civarındadır.



Şekil 4.31: $\text{Sr}_{0,90}(\text{K}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesinin mikroyapı fotoğrafı.

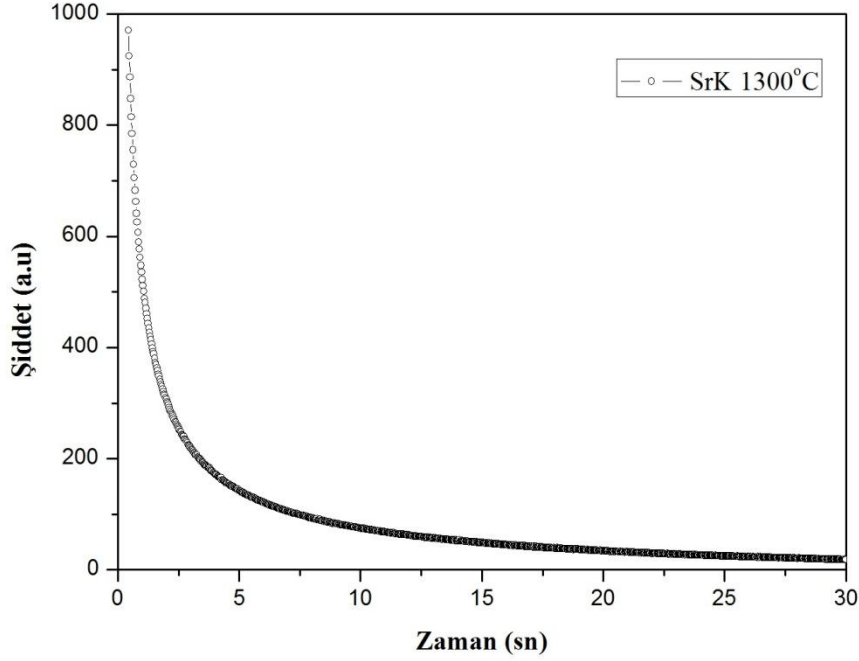
4.2.3.3 $\text{Sr}_{0,80}\text{K}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi ışıma davranışı ve ışıma ömrü analizi

Fosforesans özellik gösteren K^+ katkılı numunenin 360 nm dalga boyunda uyarılması sonucu 510 nm dalga boyunda yeşil renkte parlama yaptığı tespit edilmiştir (Şekil 4.32).



Şekil 4.32 : $\text{Sr}_{0,80}\text{K}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi uyarılma – ışıma grafiği.

Işıma ömrü analizi 30 saniyelik zaman diliminde gerçekleştirilmiştir. Sonuç olarak bu zaman diliminde numunenin ışıma ömrünün sürekli davranış gösterdiği tespit görülmüştür (Şekil 4.33).



Şekil 4.33: $\text{Sr}_{0,80}\text{K}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi ışıma ömrü grafiği

4.3 Mg, Ca ve Ba (IIA) Toprak Alkali Elementleri İlaveli, Eu, Dy Katkılı SrAl_2O_4 Esaslı Numuneler

Bu grup numuneler; magnezyum, kalsiyum ve baryum elementlerinin herbiri farklı kompozisyonlar oluşturacak şekilde stronsiyum aluminat ana matrisine evropiyum ve disporziyum ile birlikte katılmıştır. Şelat yapıcı ve yakıt olarak üre kullanılmıştır. Nihai ürün 0.02 mol olacak şekilde hesaplamalar yapılmıştır. Hazırlanan numuneler aşağıda verilmiştir:

1. Mg ilaveli, Eu ve Dy katkılı, şelat yapıcı ve yakıt olarak ürenin kullanıldığı $\text{Sr}_{0,80}(\text{Mg}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi
2. Ca ilaveli, Eu ve Dy katkılı, şelat yapıcı ve yakıt olarak ürenin kullanıldığı $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ca}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi
3. Ba ilaveli, Eu ve Dy katkılı, şelat yapıcı ve yakıt olarak ürenin kullanıldığı $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ba}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi

Belirlenen miktarlarda stronsiyum, alüminyum nitrat ve borik asit bir beher içerisinde su ile çözündürülmüştür. Baryum asetat ($\text{C}_3\text{H}_6\text{BaO}_4$), kalsiyum asetat ($\text{Ca}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) ve magnezyum nitrat ($\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$) suda çözündürülerek stronsiyum ve alüminyum nitrat çözeltisi bulunan behere eklenmiştir. Evropiyum ve disprozyum oksitleri nitrik asit içerisinde çözündürülmüştür. Çözeltiler homojen hal aldıktan sonra tek bir beher içerisine konmuşlardır. Son olarak üre şelat yapıcı ve

yakıt olarak ilave edilmiştir ve 100°C’ de sabit sıcaklıkta ısıtılmaya bırakılmıştır. 4 saat sonunda çözelti beyaz köpüksü jel formuna dönüşmüştür. Jel formu alan yapı 650°C’ deki fırına platin pota içerisinde şarj edilmiştir ve 5 dakikadan kısa bir süre içerisinde beyaz toz yapısı elde edilmiştir. Yapıdaki kalıntı karbonun ve organiklerin uzaklaştırılması için numune, 950°C’ de 2 saat ısıtılma maruz bırakılmıştır. 650°C ve 950°C’de yapılan ısıtılma işlemleri sonucunda numunede gözle yapılan muayenede herhangi bir fosforesans özelliğe rastlanmamıştır. Son olarak numune aktif karbon redüktif fırın ortamında 1300°C’de 2 saat ısıtılma maruz bırakılmıştır. Numune fırın ortamında soğutulmaya bırakılmış ve fırından oda sıcaklığında alınmıştır. Sonuç olarak nihai fosforesans malzeme sentezi gerçekleştirilmiştir.

4.3.1 $\text{Sr}_{0,80}\text{Mg}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi

Evropiyum ve disprozyum katkılı, magnezyum ilaveli, ürenin şelat yapıcı ve yakıt olarak kullanıldığı SrAl_2O_4 esaslı numune, kompozisyonca $\text{Sr}_{0,80}(\text{Mg}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ formunda stokiometrik olarak hazırlanmıştır. Kullanılan başlangıç malzemeleri Çizelge 4.8’ de verilmiştir

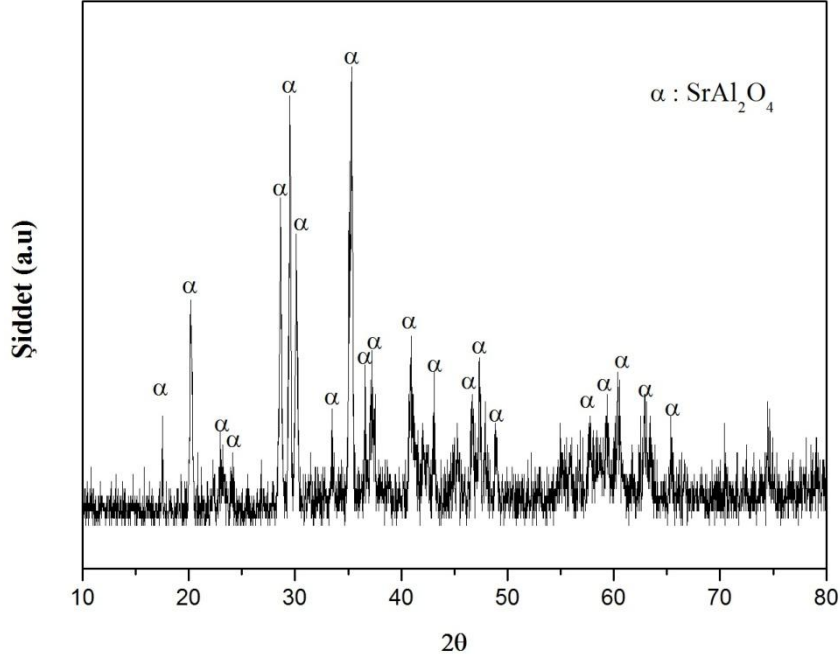
Çizelge 4.8: $\text{Sr}_{0,80}(\text{Mg}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi sentezi için gerekli başlangıç malzemeleri ve miktarları

Başlangıç Malzemeleri	Miktar (gr)
$\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$	3,386
$\text{Al}(\text{NO}_3)_3$	15,005
Eu_2O_3	0,175
Dy_2O_3	0,186
$\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$	0,641
H_3BO_3	0,098
$\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$	7,208

4.3.1.1 $\text{Sr}_{0,80}\text{Mg}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi X- ışınları karakterizasyonu

1300°C’ de 2 saat redüksiyon sonucunda elde edilen fosforesans $\text{Sr}_{0,80}(\text{Mg}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ toz numunesinden elde edilen XRD analizi sonucunda yapının SrAl_2O_4 faz yapısında olduğu tespit edilmiştir (Şekil 4.34). Yapılan Mg^{2+} katkısıyla pik şiddetlerinde artış olduğu söylenebilir. Yapıda tek faz olarak SrAl_2O_4 fazının tespiti

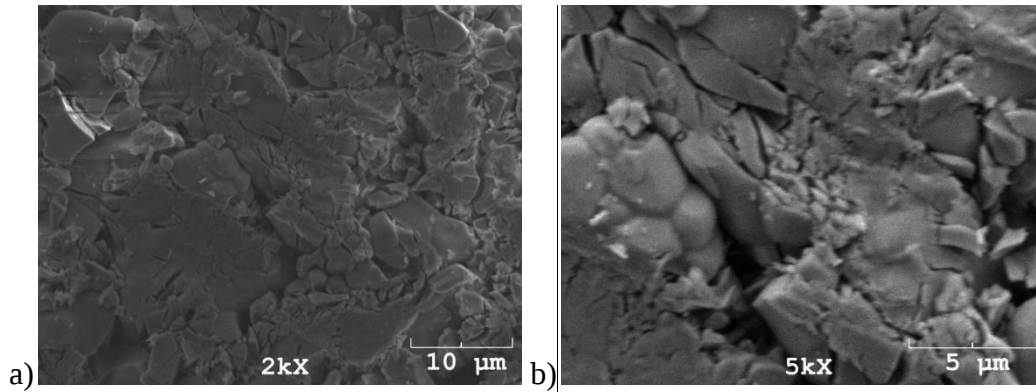
neticesinde Mg^{2+} iyonlarının kristal kafes içerisinde Sr^{2+} iyonlarının yerini aldığı düşünülebilir. XRD grafiğinden de görüldüğü gibi arka planın çok gürültülü olduğu ve amorf yapıda olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 4.34: $Sr_{0.80}(Mg_{0.10})Al_2O_4: Eu_{0.05}, Dy_{0.05}$ numunesinin XRD sonuçları

4.3.1.2 $Sr_{0.80}Mg_{0.10}Al_2O_4: Eu_{0.05}, Dy_{0.05}$ numunesi mikroyapı karakterizasyonu

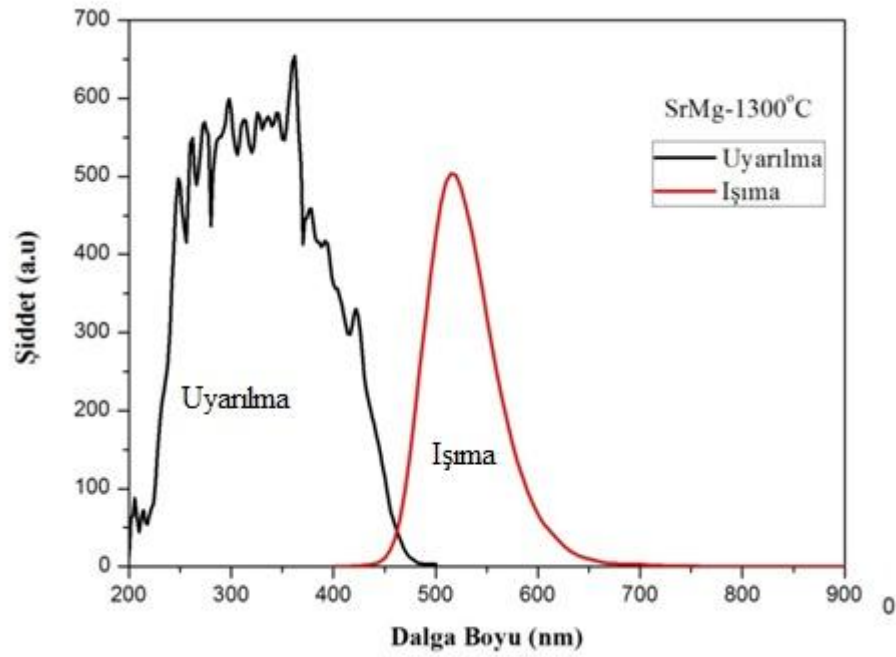
Nihai fosforesans $Sr_{0.80}Mg_{0.10}Al_2O_4: Eu_{0.05}, Dy_{0.05}$ numunesinden 2kX ve 5kX büyütmelerde alınan mikroyapı fotoğraflarından yapının düzensiz tanelerden oluştuğu ve tane boyutunun yallaşık olarak 1-3 μm arasında değiştiği görülmektedir. Yüksek sıcaklık katı faz sinterlemesinden dolayı yapıda taneciklerin aglomere olma eğiliminde olduğu da görülmektedir (Şekil 4.35).



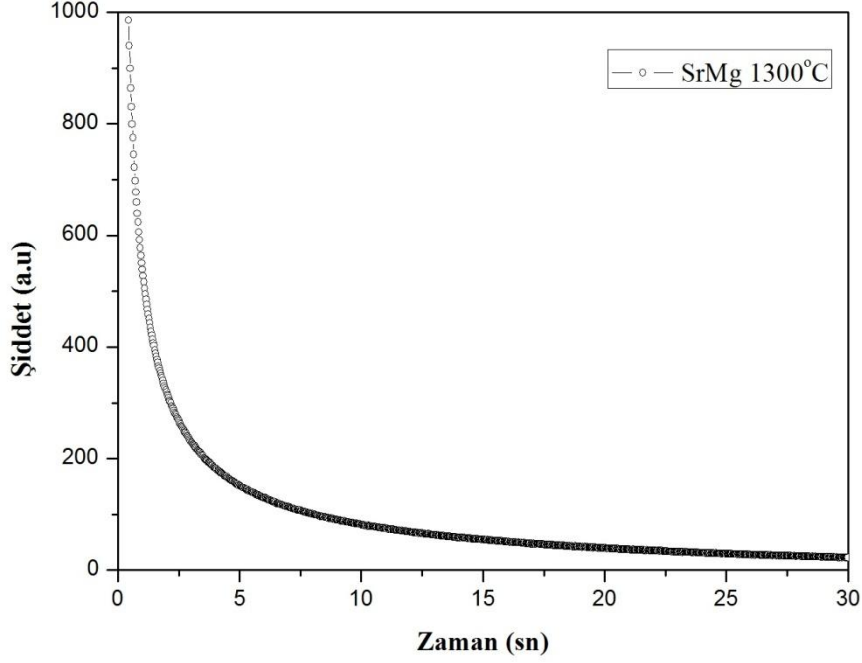
Şekil 4.35: $Sr_{0.80}(Mg_{0.10})Al_2O_4: Eu_{0.05}, Dy_{0.05}$ numunesinin mikroyapı fotoğrafı.

4.3.1.3 $\text{Sr}_{0,80}\text{Mg}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi ışıma davranışı ve ışıma ömrü analizi

Mg^{2+} katkılı stronsiyum aluminat fosforesans malzemesinde ışık absorpsiyon band aralığının oldukça geniş ve en yüksek uyarılma şiddet değerinin 360 nm dalga boyunda olduğu, bunun neticesinde 510 nm dalga boyunda numunenin yeşil renkte parladığı tespit edilmiştir (Şekil 4.36). Ömür analizleri 30 saniyelik zaman diliminde gerçekleştirilmiş ve bu süre içerisinde yapının tamamen bozunuma uğramadan ışımaya devam ettiği tespit edilmiştir (Şekil 4.37).



Şekil 4.36: $\text{Sr}_{0,80}\text{Mg}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi uyarılma – ışıma grafiği.



Şekil 4.37: $\text{Sr}_{0,80}\text{Mg}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi ışıma ömrü grafiği.

4.3.2 $\text{Sr}_{0,80}\text{Ca}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi

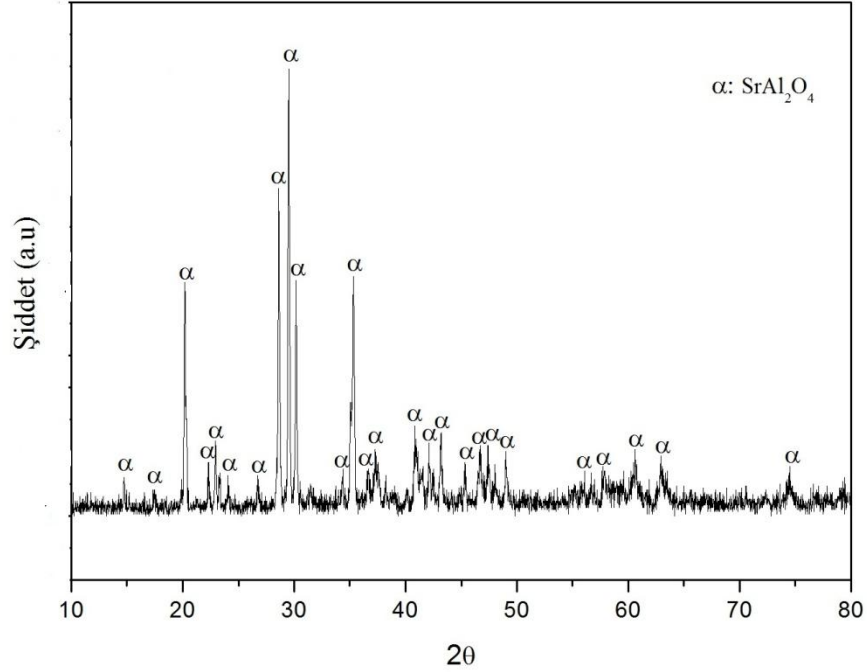
Evropiyum ve disprozyum katkılı, kalsiyum ilaveli, ürenin şelat yapıcı ve yakıt olarak kullanıldığı SrAl_2O_4 esaslı numune, kompozisyonca $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ca}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ formunda stokiometrik olarak hazırlanmıştır. Kullanılan başlangıç malzemeleri Çizelge 4.9’ de verilmiştir

Çizelge 4.9: $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ca}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi sentezi için gerekli başlangıç malzemeleri ve miktarları

Başlangıç Malzemeleri	Miktar (gr)
$\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$	3,386
$\text{Al}(\text{NO}_3)_3$	15,005
Eu_2O_3	0,175
Dy_2O_3	0,186
$\text{Ca}(\text{CH}_3\text{CO}_2) \cdot \text{H}_2\text{O}$	0,352
H_3BO_3	0,098
$\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$	7,208

4.3.2.1 $\text{Sr}_{0,80}\text{Ca}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi X- ışınları karakterizasyonu

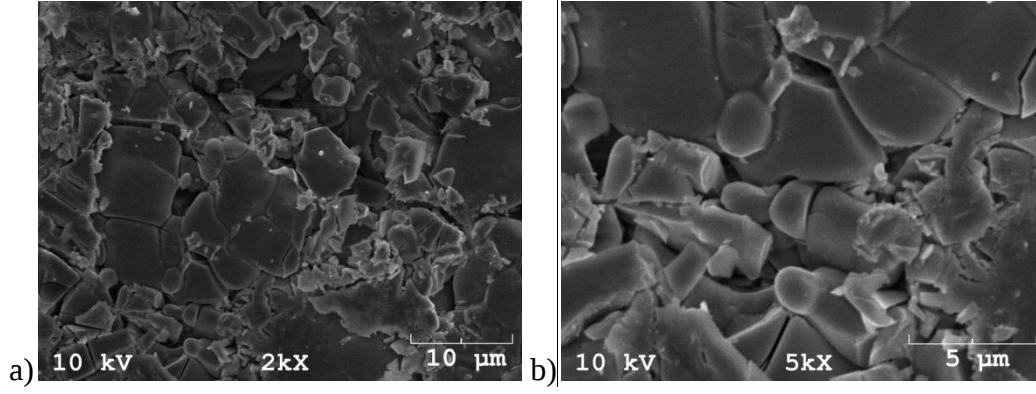
1300°C’ de 2 saat redüksiyon sonucunda elde edilen fosforesans $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ca}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ toz numunesinden elde edilen XRD analizi sonucunda yapının SrAl_2O_4 faz yapısında olduğu tespit edilmiştir. Yapıda tek faz olarak SrAl_2O_4 fazının tespiti neticesinde Ca^{2+} iyonlarının kristal kafes içerisinde Sr^{2+} iyonlarının yerini aldığı düşünülebilir (Şekil 4.38).



Şekil 4.38: $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ca}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesinin XRD sonuçları.

4.3.2.2 $\text{Sr}_{0,80}\text{Ca}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi mikroyapı karakterizasyonu

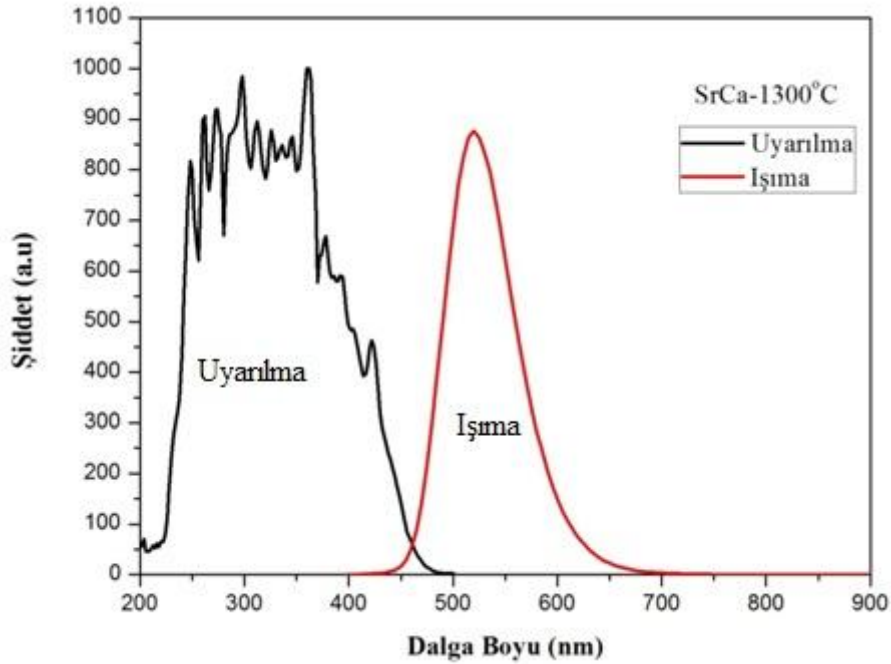
$\text{Sr}_{0,80}\text{Ca}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesinin 1300°C’de ki mikroyapı fotoğrafları 2kX ve 5 kX büyütmelemede pelet hale getirilmiş fosforesans özelliği gösteren toz numunedan elde edilmiştir (Şekil 4.39). Yapının düzensiz ve şekilsiz tanelerden oluştuğu görülmektedir. Tanelerin yüksek sıcaklık sinterlemesinden dolayı birbirine aglomere olduğu gözlemlenmiştir. Tanelerin yaklaşık olarak 1-3 μm boyutunda olduğu tespit edilmiştir.



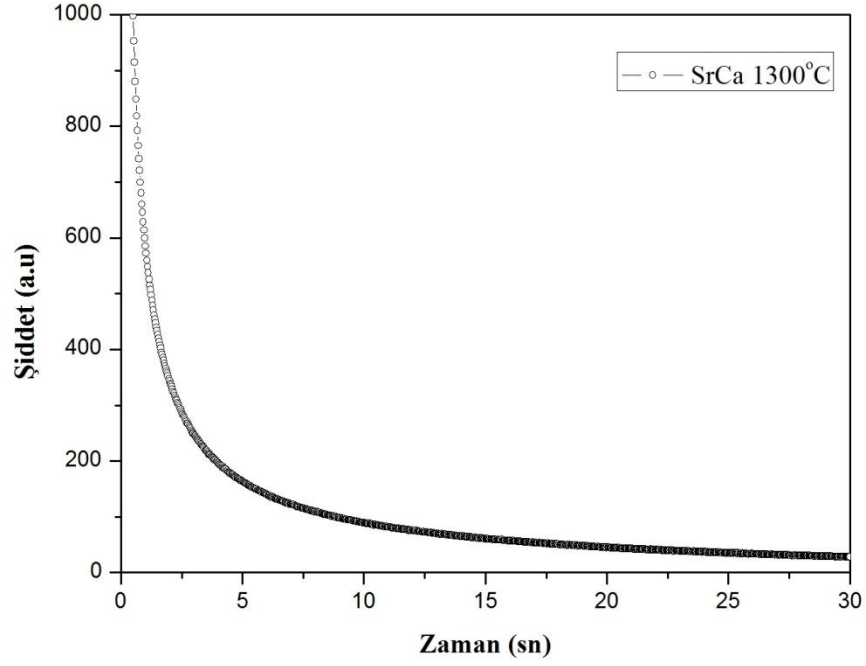
Şekil 4.39: $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ca}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesinin mikroyapı fotoğrafı.

4.3.2.3 $\text{Sr}_{0,80}\text{Ca}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi ışıma davranışı ve ışıma ömrü analizi

360 nm dalga boyunda en yüksek pik değerinde uyarılan fosforesans karakterdeki $\text{Sr}_{0,80}\text{Ca}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi 515 nm dalga boyunda mavi-yeşil renk aralığında ışıma yapmıştır. Yapılan Ca^{2+} iyonu katkısının ışıma şiddetini olumlu yönde etkilediği Şekil 4.40’da görülmektedir. Uyarılan numunenin 30 saniyelik zaman diliminde alınan ışıma ömrü sonucunda ise numunenin bu süre zarfında ışımaya devam ettiği ve bu durumun sürdürülebilir olduğu tespit edilmiştir (Şekil 4.41).



Şekil 4.40: $\text{Sr}_{0,80}\text{Ca}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi uyarılma – ışıma grafiği.



Şekil 4.41: $\text{Sr}_{0,80}\text{Ca}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi ışıma ömrü grafiği.

4.3.3 $\text{Sr}_{0,80}\text{Ba}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi

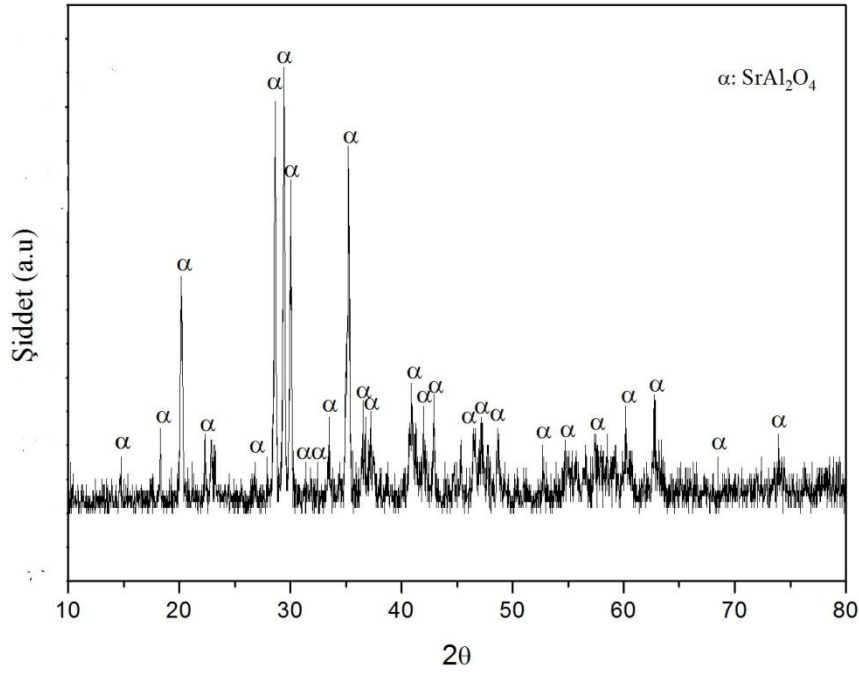
Evropiyum ve disprozyum katkılı, baryum ilaveli, ürenin şelat yapıcı ve yakıt olarak kullanıldığı SrAl_2O_4 esaslı numune, kompozisyonca $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ba}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ formunda stokiometrik olarak hazırlanmıştır. Kullanılan başlangıç malzemeleri Çizelge 4.10’ da verilmiştir

Çizelge 4.10: $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ba}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi sentezi için gerekli başlangıç malzemeleri ve miktarları.

Başlangıç Malzemeleri	Miktar (gr)
$\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$	3,386
$\text{Al}(\text{NO}_3)_3$	15,005
Eu_2O_3	0,175
Dy_2O_3	0,186
$\text{C}_3\text{H}_6\text{BaO}_4$	0,512
H_3BO_3	0,098
$\text{CH}_4\text{N}_2\text{O}$	7,208

4.3.3.1 $\text{Sr}_{0,80}\text{Ba}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi X- ışınları karakterizasyonu

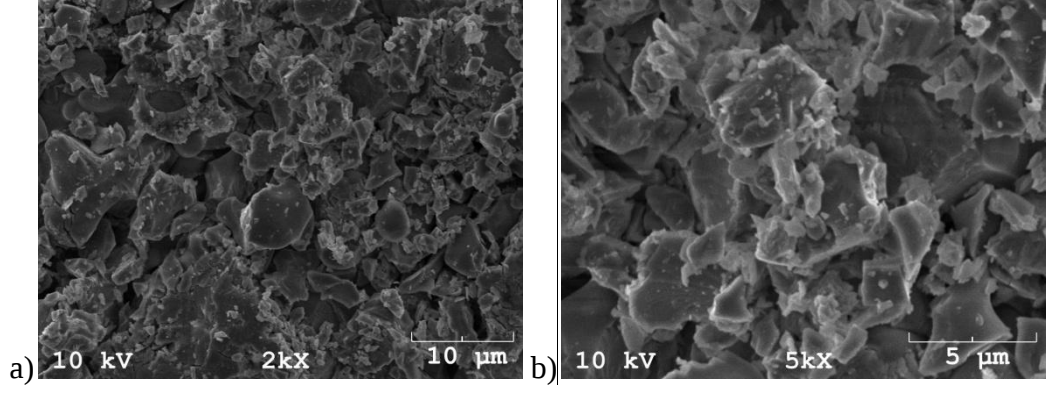
Fosforesans $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ba}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ toz numunesinden elde edilen XRD analizi sonucunda yapının SrAl_2O_4 faz yapısında olduğu tespit edilmiştir (Şekil 4.42). Yapıda SrAl_2O_4 fazı ana yapıyı oluşturmaktadır. Bunun sonucunda Ba^{2+} iyonlarının kristal kafes içerisinde Sr^{2+} iyonlarının yerini aldığı düşünülebilir. Pik şiddetlerinin katkıyla beraber yüksek değerlere çıktığı tespit edilmiştir.



Şekil 4.42: $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ba}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesinin XRD sonuçları.

4.3.3.2 $\text{Sr}_{0,80}\text{Ba}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi mikroyapı karakterizasyonu

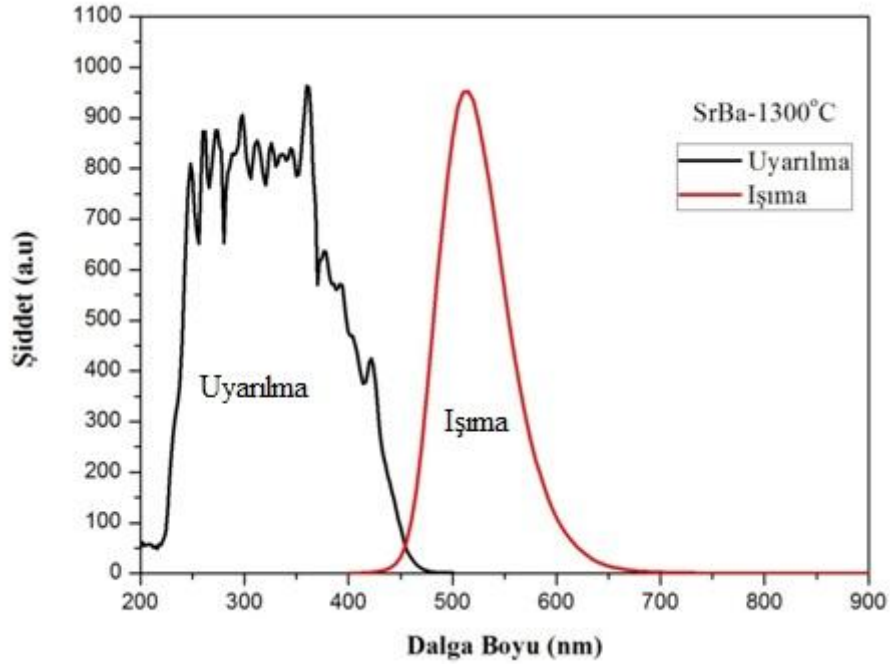
1300°C’ de 2 saat redüksiyon sonucunda elde edilen fosforesans $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ba}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ pelet toz numunesinden elde edilen mikroyapı fotoğraflarından, yapıda küçük ve büyük tanelerin düzensiz şekilde dağıldığı görülmektedir. Tane boyutu 1-2 µm mertebesinde olup taneler köşeli yapıya sahiptir (Şekil 4.43).



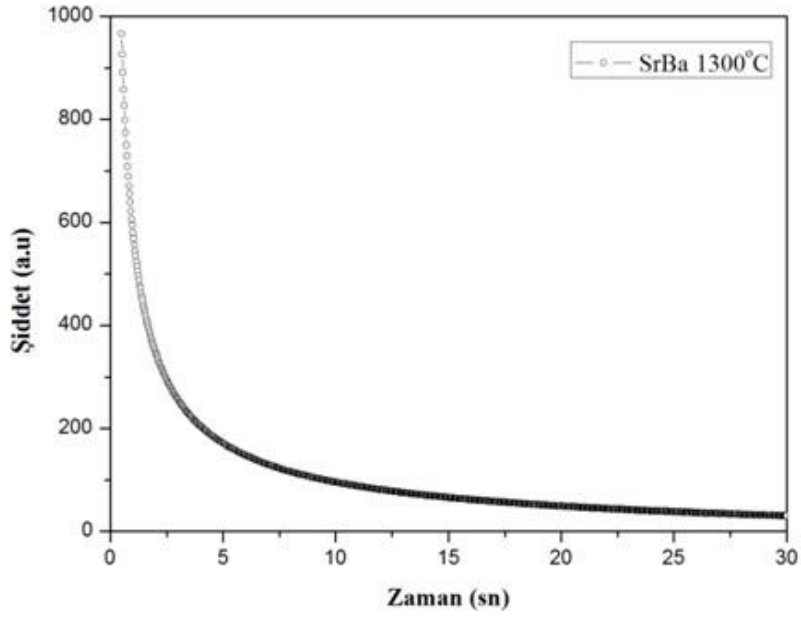
Şekil 4.43: $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ba}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesinin mikroyapı fotoğrafı.

4.3.3.3 $\text{Sr}_{0,80} \text{Ba}_{0,10} \text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi ışıma davranışı ve ışıma ömrü analizi

$\text{SrAl}_2\text{O}_4: \text{Eu}, \text{Dy}$ ana matrisine yapılan Ba^{2+} iyonu katkısıyla fosforesans ışıma şiddetinin oldukça yüksek değerlere çıktığı ve 360 nm dalga boyunda uyarılması sonucunda 510 nm dalga boyunda yüksek şiddette yeşil renkte parladığı tespit edilmiştir (Şekil 4.44). Uyarılma eğrisinden ışık absorpsiyon band aralığının geniş ve yüksek olduğu görülmekte bunun sonucunda 30 saniye süreyle yapılan ışıma ömrü analizinde numunenin ışımalarının bu süre içinde sürekli olduğu görülmektedir (Şekil 4.45).



Şekil 4.44: $\text{Sr}_{0,80} \text{Ba}_{0,10} \text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi uyarılma – ışıma grafiği.



Şekil 4.45: $\text{Sr}_{0,80}\text{Ba}_{0,10}\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0,05},\text{Dy}_{0,05}$ numunesi ışıma ömrü grafiği.

5. SONUÇLAR VE İRDELEMELER

Deneysel çalışmaların sonuçları 3 ana grup altındaki numuneler üzerine elde edilmiştir. Gruplar aşağıda verilmiştir.

1. Evropiyum (Eu) ve dizprozyum (Dy) katkılı, üre ve sitrik asitin şelat yapıcı ve yakıt olarak kullanıldığı SrAl_2O_4 esaslı numuneler:
 - Üre ve borik asit katkılı $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4$: Eu_{0,05}, Dy_{0,05} numunesi
 - Sitrik asit ve borik asit katkılı $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4$: Eu_{0,05}, Dy_{0,05} numunesi
 - Üre ve borik asit katkılı $\text{Sr}_{0,94}\text{Al}_2\text{O}_4$: Eu_{0,01}, Dy_{0,05} numunesi.
 - Üre ve borik asit katkılı $\text{Sr}_{0,95}\text{Al}_2\text{O}_4$: Eu_{0,05} numunesi
2. Lityum, Sodyum, Potasyum IA grubu alkali elementi ilaveli, Eu ve Dy katkılı, ürenin şelat yapıcı ve yakıt olarak kullanıldığı SrAl_2O_4 esaslı numuneler:
 - Li ilaveli, Eu ve Dy katkılı, şelat yapıcı ve yakıt olarak ürenin kullanıldığı $\text{Sr}_{0,80}(\text{Li}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4$: Eu_{0,05}, Dy_{0,05} numunesi
 - Na ilaveli, Eu ve Dy katkılı, şelat yapıcı ve yakıt olarak ürenin kullanıldığı $\text{Sr}_{0,80}(\text{Na}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4$: Eu_{0,05}, Dy_{0,05} numunesi
 - K ilaveli, Eu ve Dy katkılı, şelat yapıcı ve yakıt olarak ürenin kullanıldığı $\text{Sr}_{0,80}(\text{K}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4$: Eu_{0,05}, Dy_{0,05} numunesi
3. Magnezyum, Kalsiyum, Baryum IIA grubu toprak alkali elementi ilaveli, Eu ve Dy katkılı, ürenin şelat yapıcı ve yakıt olarak kullanıldığı SrAl_2O_4 esaslı numuneler:
 - Mg ilaveli, Eu ve Dy katkılı, şelat yapıcı ve yakıt olarak ürenin kullanıldığı $\text{Sr}_{0,80}(\text{Mg}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4$: Eu_{0,05}, Dy_{0,05} numunesi
 - Ca ilaveli, Eu ve Dy katkılı, şelat yapıcı ve yakıt olarak ürenin kullanıldığı $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ca}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4$: Eu_{0,05}, Dy_{0,05} numunesi
 - Ba ilaveli, Eu ve Dy katkılı, şelat yapıcı ve yakıt olarak ürenin kullanıldığı $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ba}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4$: Eu_{0,05}, Dy_{0,05} numunesi.

5.1 Termal ve Yapısal Analiz Sonuçları

5.1.1 Evropiyum ve Disprozyum katkılı SrAl_2O_4 esaslı numuneler

Bu grupta numuneler içerdikleri evropiyum ve disprozyum oranlarına , şelat ve yakıt olarak ürenin veya sitrik asitin kullanılmasına göre 4 farklı Şekilde hazırlanmıştır. Nihai ürün 0.02 mol olacak Şekilde hesaplamalar yapılmıştır.

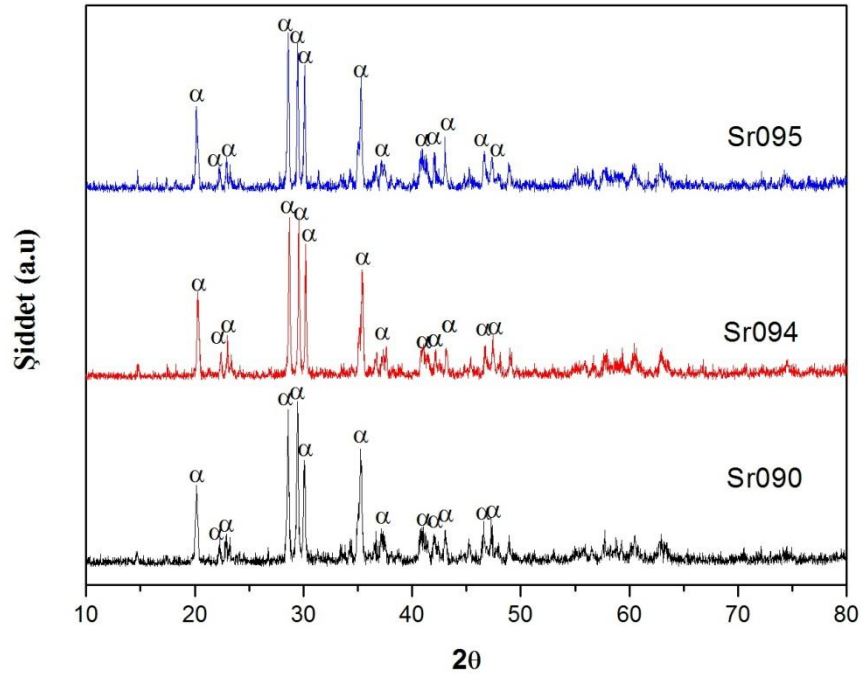
1. Üre ve borik asit katkılı $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi
2. Sitrik asit ve borik asit katkılı $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi
3. Üre ve borik asit katkılı $\text{Sr}_{0,94}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,01}$, $\text{Dy}_{0,05}$ numunesi
4. Üre ve borik asit katkılı $\text{Sr}_{0,95}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}$ numunesi

Evropiyum ve disprozyum katkılı, şelat ve yakıt olarak ürenin kullanıldığı $\text{Sr}_{(0,90)}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}^{2+}$, $\text{Dy}_{0,05}^{2+}$ numunesinin TG/DTA verileri sonucuna göre üretilen jel numuneden toz numuneye dönüşüm sıcaklığı olarak 650°C , yapıda kalan kalıntı organiklerin yanarak yapıdan tamamen uzaklaşması içinde 950°C , 1300°C 'de redüksiyon sıcaklığı olarak literatür bilgilerinden yararlanılarak seçilmiştir [5,7,8,9,19,21,40]. 650°C , 950°C ve 1300°C 'de alınan XRD sonuçlarından da elde edilen veriler neticesinde, 650°C 'de yapının $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ fazından oluştuğu, bu sıcaklıkta beklenen $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ fazının ise yapıda amorf olarak dağıldığından gözlemlenemediği tespit edilmiştir. 950°C 'de ise yapının $\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ ve SrAl_2O_4 karışık faz yapılarından oluştuğu, 1300°C ise yapının tek kristalin SrAl_2O_4 yapısında olduğu görülmüştür. Bu veriler seçilen sıcaklık değerlerinin doğru olduğunu göstermiştir. Elde edilen SEM görüntülerinden (Şekil 4.4) artan sıcaklıklarla yapıda tane yapısının oluştuğu ve yüksek sıcaklıklarda tane büyümesi olduğu, oluşan dzüensiz tanelerin ise boyutlarının $1\text{-}3\mu\text{m}$ arasında değiştiği tespit edilmiştir. Elde edilen nihai ürün olan fosforesans toz malzemenin yeşilimsi renkte olduğu gözlemlenmiştir (Şekil 4.1).

Evropiyum ve disprozyum katkılı, şelat ve yakıt olarak sitrik asitin kullanıldığı, $\text{Sr}_{(0,90)}\text{Al}_2\text{O}_4$: $\text{Eu}_{0,05}^{2+}$, $\text{Dy}_{0,05}^{3+}$ numunesi için, bir önceki numunede belirlenen dönüşüm ve ısıtım işlem sıcaklıkları kullanılmıştır. Belirlenen sıcaklıklarda alınan XRD sonuçlarından 650°C 'de yapının tamamen amorf olduğu 950°C 'de ise SrAl_2O_4 ve $\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ fazlarının yapıyı oluşturduğu ama yapının tam olarak dönüşemediği ve amorf yapıya daha yakın olduğu, 1300°C 'de ise yapıyı oluşturan fazın SrAl_2O_4 olduğu tespit edilmiştir (Şekil 4.12) XRD sonuçlarını destekler şekilde SEM

fotoğraflarında da artan sıcaklıklarla beraber yapıda taneler morfolojiye tam olarak dönüşüm gerçekleşmediği (Şekil 4.13) ve tanelerde büyümenin çok küçük oranlarda olduğu gözlemlenmiştir. Elde edilen nihai ürün olan fosforesans toz malzemenin grimsi renkte olduğu tespit edilmiştir (Şekil 4.11). Bu sonuçlar neticesinde sitrik ve borik asit katkılanmış numunede daha yüksek dönüşüm ve ısı işlem sıcaklıklarına ihtiyaç olduğuna ve sitrik asit yerine sentezlenen diğer numunelerde ürenin şelat yapıcı ve yakıt olarak kullanılmasına karar verilmiştir.

Evropiyum ve disprozyum katkılı, şelat ve yakıt olarak ürenin kullanıldığı $\text{Sr}_{(0,94)}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,01}^{2+}, \text{Dy}_{0,05}^{3+}$ numunesinde evropiyum oranının azalmasıyla birlikte kristal yapıda hiçbir değişikliğin olmadığı karşılaştırılmalı XRD analiz sonuçlarıyla tespit edilmiştir (Şekil 5.1). Nihai yapının SrAl_2O_4 fazından oluştuğu belirlenmiştir. Elde edilen SEM mikroyapı fotoğraflarından ise irili ufaklı, 1-3 μm boyutundaki tanelerin heterojen ve düzensiz şekilde dağılımıyla yapının oluştuğu gözlemlenmiştir.



Şekil 5.1: $\text{Sr}_{(0,90)}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}^{2+}, \text{Dy}_{0,05}^{3+}$ ve $\text{Sr}_{(0,94)}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,01}^{2+}, \text{Dy}_{0,05}^{3+}$ $\text{Sr}_{(0,95)}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}^{2+}$ numuneleri karşılaştırmalı XRD sonuçları (1300°C).

$\text{Sr}_{(0,95)}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}^{2+}$ (üre + borik asit) numunesinin XRD analiz sonucundan (Şekil 4.19) kristalin yapının tam olarak 1300°C'de elde edilemediği ve bu sıcaklıkta yapının SrAl_2O_4 fazının yapıyı oluşturduğu tespit edilmiştir.

5.1.2 Li, Na ve K (IA) alkali elementleri ilaveli Eu, Dy katkılı SrAl_2O_4 esash numuneler

Bu grup numuneler; lityum, sodyum ve potasyum elementlerinin herbiri farklı kompozisyonlar oluşturacak şekilde stronsiyum aluminat ana matrisine evropiyum ve disporziyum ile birlikte katılmıştır. Şelat yapıcı ve yakıt olarak üre kullanılmıştır. Hazırlanan numuneler aşağıda verilmiştir:

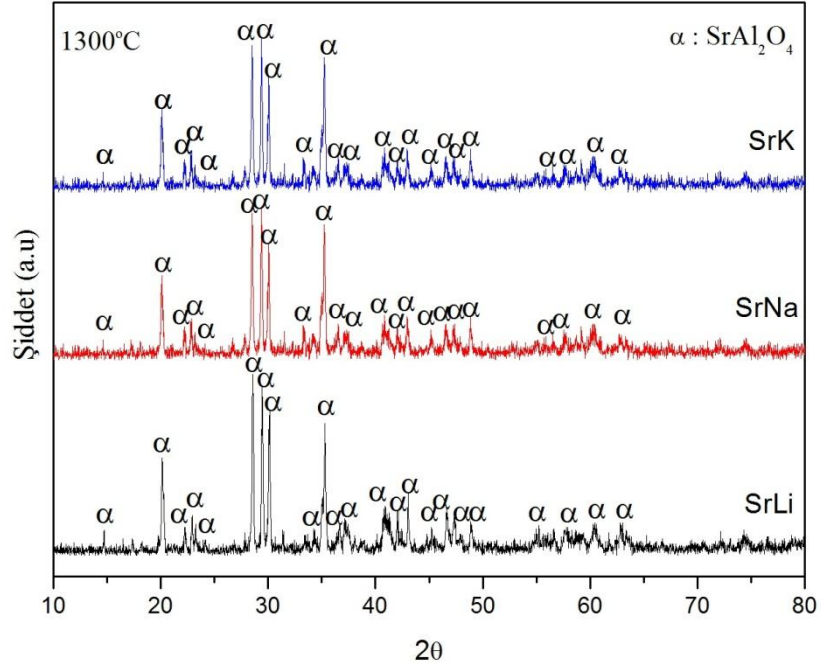
1. Li ilaveli, Eu ve Dy katkılı, şelat yapıcı ve yakıt olarak ürenin kullanıldığı $\text{Sr}_{0,80}(\text{Li}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi
2. Na ilaveli, Eu ve Dy katkılı, şelat yapıcı ve yakıt olarak ürenin kullanıldığı $\text{Sr}_{0,80}(\text{Na}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi
3. K ilaveli, Eu ve Dy katkılı, şelat yapıcı ve yakıt olarak ürenin kullanıldığı $\text{Sr}_{0,80}(\text{K}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi

Alkali elementleriyle katkılanırılan yapılar da XRD sonuçlarından kristal yapının değişmediği ve son nihai ürün olan fosforesans malzemenin SrAl_2O_4 fazından oluştuğu tespit edilmiştir (Şekil 5.2).

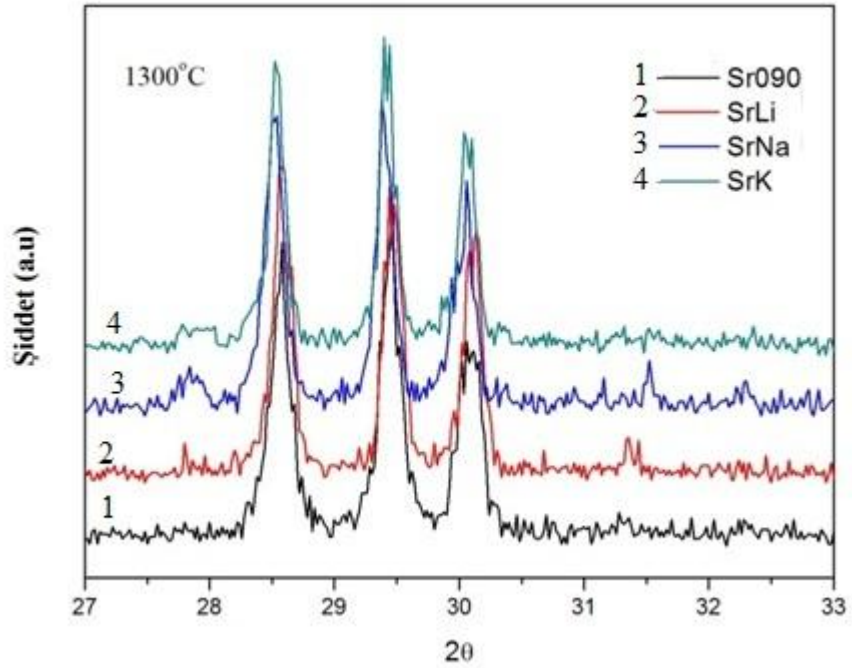
Şekil 5.2’ de görüldüğü gibi SrAl_2O_4 fazı dışında faz tespit edilememesinin nedeninin, Li^+ , Na^+ ve K^+ iyonlarının SrAl_2O_4 kristal kafesinde Sr^{2+} iyonlarının yerine geçmesinin olduğu sonucuna varılmıştır. Bragg kanuna göre kafes parametresi d mesafesinin, yerdeğiştiren iyonların yarıçaplarına bağlı olarak değişmesi neticesinde de θ açısının ters orantılı olarak değiştiği ve sonuç olarak XRD piklerinin katkılanırılmamış olan $\text{Sr}_{(0,90)}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}^{2+}, \text{Dy}_{0,05}^{2+}$ numunesi XRD piklerine göre ötelendiği tespit edilmiştir (Şekil 5.3). Elde edilen bu sonuçta iyonların kristal kafes içerisine girdiğini göstermektedir.

$$n \cdot \theta = 2d \cdot \sin \theta \quad \text{Bragg Kanunu} \quad (5.1)$$

Bragg kanununa göre λ ; elektron demeti dalga boyunu, d; atom düzlemleri arası mesafeyi, θ ; difraksiyon açısını, n; difraksiyon derecesini ifade etmektedir [41].



Şekil 5.2: $\text{Sr}_{0,80}(\text{Li}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$, $\text{Sr}_{0,80}(\text{Na}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$, $\text{Sr}_{0,80}(\text{K}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numuneleri karşılaştırmalı XRD sonuçları.



Şekil 5.3: $\text{Sr}_{0,80}(\text{Li}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$, $\text{Sr}_{0,80}(\text{Na}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$, $\text{Sr}_{0,80}(\text{K}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$, $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numuneleri karşılaştırmalı XRD sonuçları.

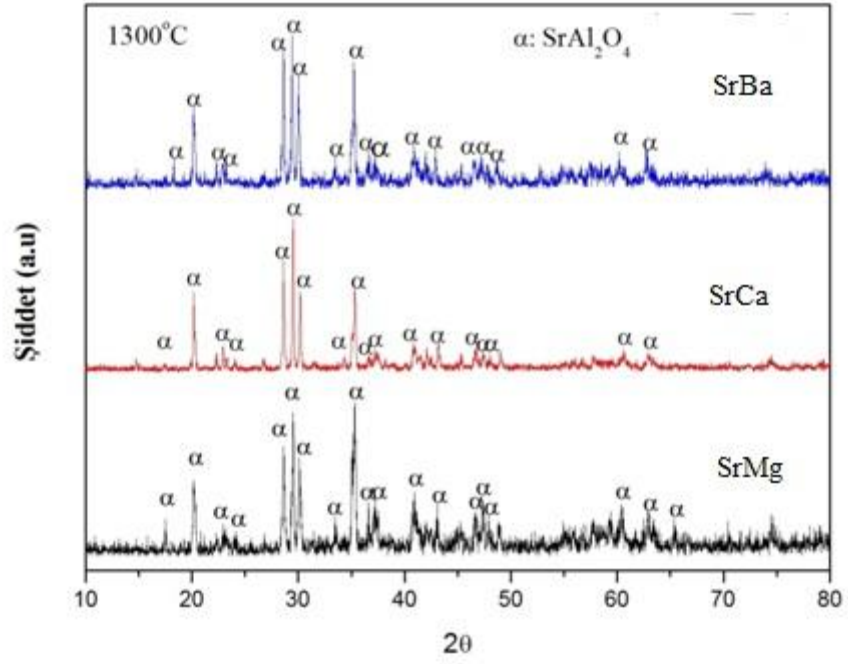
1300°C’ de IA grubu alkali elementleri Li, Na ve K ilaveli Eu, Dy katkılı SrAl_2O_4 esaslı numunelerinden elde edilen SEM mikroyapı fotoğraflarından tanelerin düzensiz şekilde yapıya dağıldığı, tanelerin bazı bölgelerde aglomere olduğu ve tane boyutunun ortalama 1-4 μm olduğu tespit edilmiştir (Şekil 4.23, Şekil 4.27, Şekil 4.31).

5.1.3 Mg, Ca ve Ba (IIA) toprak alkali elementleri ilaveli, Eu, Dy katkılı SrAl_2O_4 esaslı numuneler

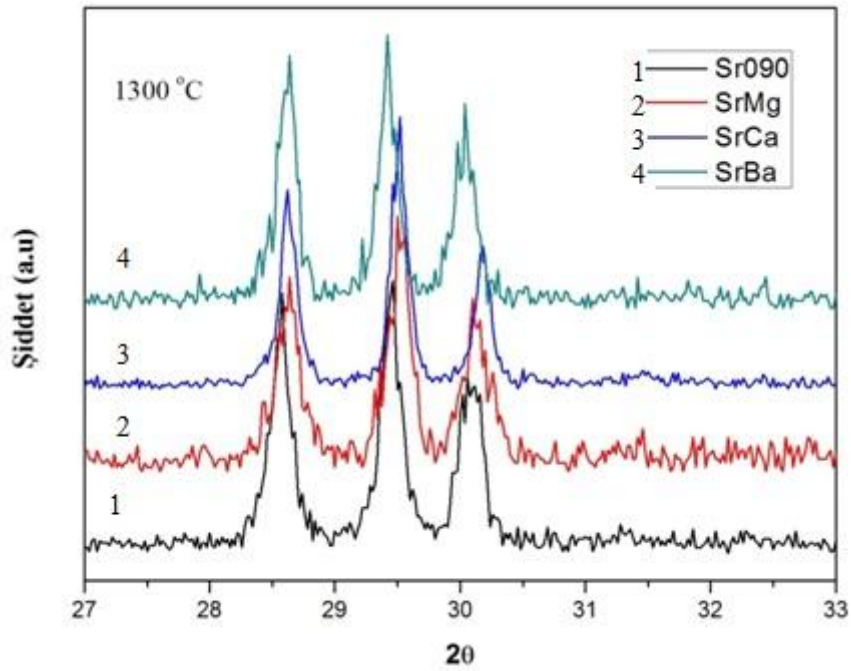
Bu grup numuneler; magnezyum, kalsiyum ve baryum elementlerinin herbiri farklı kompozisyonlar oluşturacak şekilde stronsiyum aluminat ana matrisine evropiyum ve disporziyum ile birlikte katılmıştır. Şelat yapıcı ve yakıt olarak üre kullanılmıştır. Hazırlanan numuneler aşağıda verilmiştir:

1. Mg ilaveli, Eu ve Dy katkılı, şelat yapıcı ve yakıt olarak ürenin kullanıldığı $\text{Sr}_{0,80}(\text{Mg}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi
2. Ca ilaveli, Eu ve Dy katkılı, şelat yapıcı ve yakıt olarak ürenin kullanıldığı $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ca}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi
3. Ba ilaveli, Eu ve Dy katkılı, şelat yapıcı ve yakıt olarak ürenin kullanıldığı $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ba}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesi

Şekil 5.4’ te görüldüğü gibi SrAl_2O_4 fazı dışında faz tespit edilememesi sonucuna dayanarak, Mg^{2+} , Na^{2+} ve K^{2+} iyonlarının SrAl_2O_4 kristal kafesinde Sr^{2+} iyonlarının yerine geçtiği tespit edilmiştir. Sonuç olarak XRD piklerinin katkılandırılmamış olan $\text{Sr}_{(0,90)}\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}^{2+}, \text{Dy}_{0,05}^{2+}$ numunesi XRD piklerine göre ötelendiği tespit edilmiştir (Şekil 5.5). Elde edilen bu sonuç iyonların kristal kafes içerisine girdiğini göstermektedir.



Şekil 5.4 $\text{Sr}_{0,80}(\text{Mg}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$, $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ca}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$, $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ba}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numuneleri karşılaştırmalı XRD sonuçları.



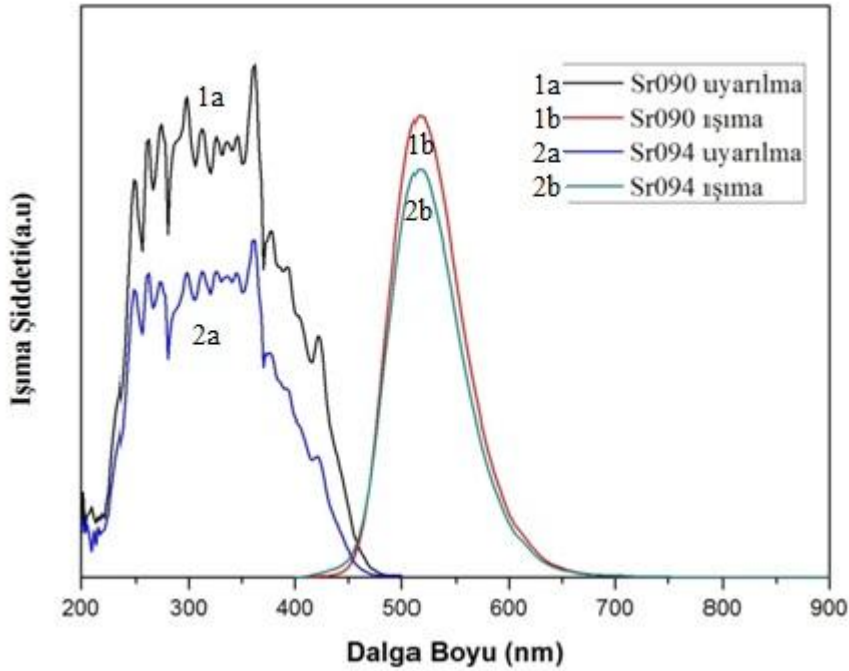
Şekil 5.5: $\text{Sr}_{0,80}(\text{Mg}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$, $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ca}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$, $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ba}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$, $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numuneleri karşılaştırmalı XRD sonuçları (1300°C).

5.2 Işıma Davranışı ve Işıma Ömrü Analiz Sonuçları

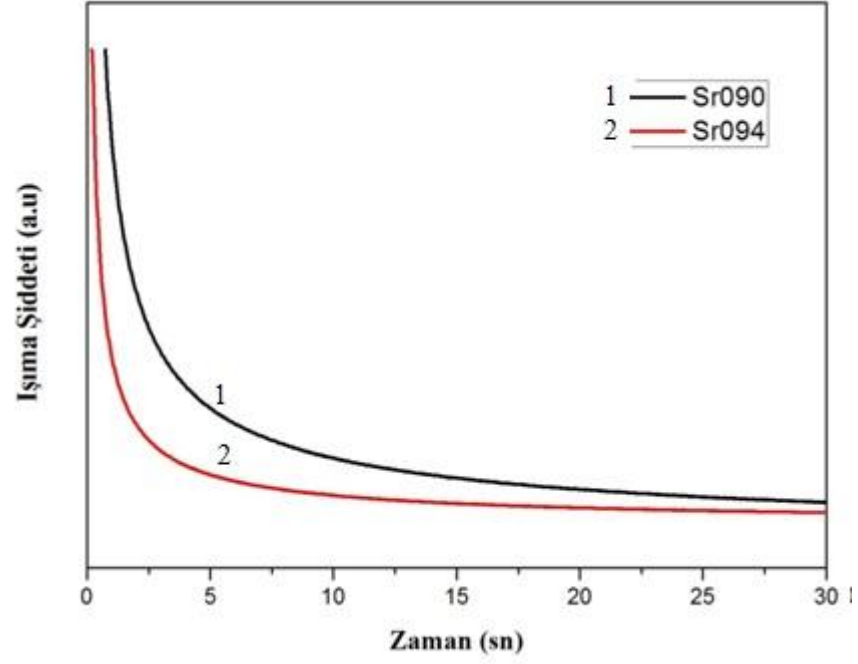
Farklı katkılandırmalarla 3 farklı grupta hazırlanan numuneler için spektrofotometrik ölçümler sonucunda numunelerin hangi dalga boyunda ne kadar şiddette parladığı ve belirlenen süre zarfında ömürlerinin ne kadar olduğu tespit edilmiştir.

5.2.1 Evropiyum ve Disprozyum katkılı SrAl_2O_4 esaslı numuneler

Ölçümler fosforesans özellik gösteren 1300°C ' de elde edilen numunelerden alınmıştır. Azalan evropiyum miktarı ile ışıma şiddetinin azaldığı gözlemlenmiştir. Fosforesans malzemelerde Eu^{2+} iyonları lüminesans merkezlerini oluşturduğu için azalan evropiyum oranıyla Şekil 5.6' dan da görüleceği üzere ışıma şiddetinin orantılı olarak azaldığı $\text{Sr}_{(0,90)}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}^{2+}, \text{Dy}_{0,05}^{3+}$ ve $\text{Sr}_{(0,94)}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,01}^{2+}, \text{Dy}_{0,05}^{3+}$ numunelerinin karşılaştırmalı ışıma şiddeti-dalga boyu grafiğinden tespit edilmiştir. Değişen evropiyum miktarının ışıma dalga boyunda büyük bir etkisi olmadığı görülmüştür. Her iki numunenin ışıma ömrü analizleri karşılaştırıldığında azalan evropiyum oranıyla birlikte, 30 sn'lik zaman diliminde alınan bozunum eğrilerinden (Şekil 5.7) $\text{Sr}_{(0,94)}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,01}^{2+}, \text{Dy}_{0,05}^{3+}$ numunesinin $\text{Sr}_{(0,90)}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}^{2+}, \text{Dy}_{0,05}^{3+}$ numunesine göre daha çabuk bir bozunum eğilimi gösterdiği tespit edilmiştir.



Şekil 5.6 : $\text{Sr}_{(0,90)}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}^{2+}, \text{Dy}_{0,05}^{3+}$ ve $\text{Sr}_{(0,94)}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,01}^{2+}, \text{Dy}_{0,05}^{3+}$ numunelerinin karşılaştırmalı uyarılma-ışıma şiddeti-dalga boyu grafiği.

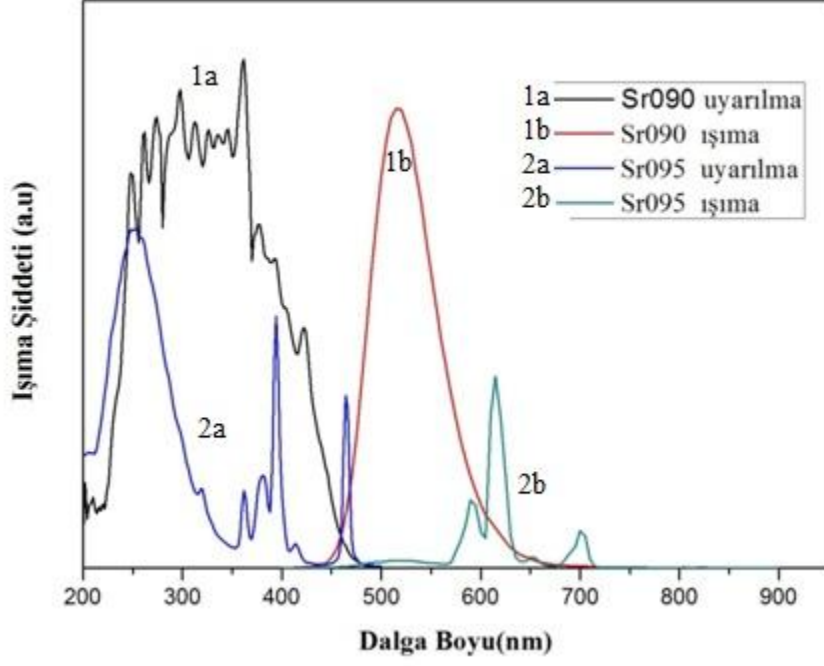


Şekil 5.7: $\text{Sr}_{(0,90)}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}^{2+}, \text{Dy}_{0,05}^{3+}$ ve $\text{Sr}_{(0,94)}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,01}^{2+}, \text{Dy}_{0,05}^{3+}$ numunelerinin karşılaştırmalı ışıma ömrü grafiği.

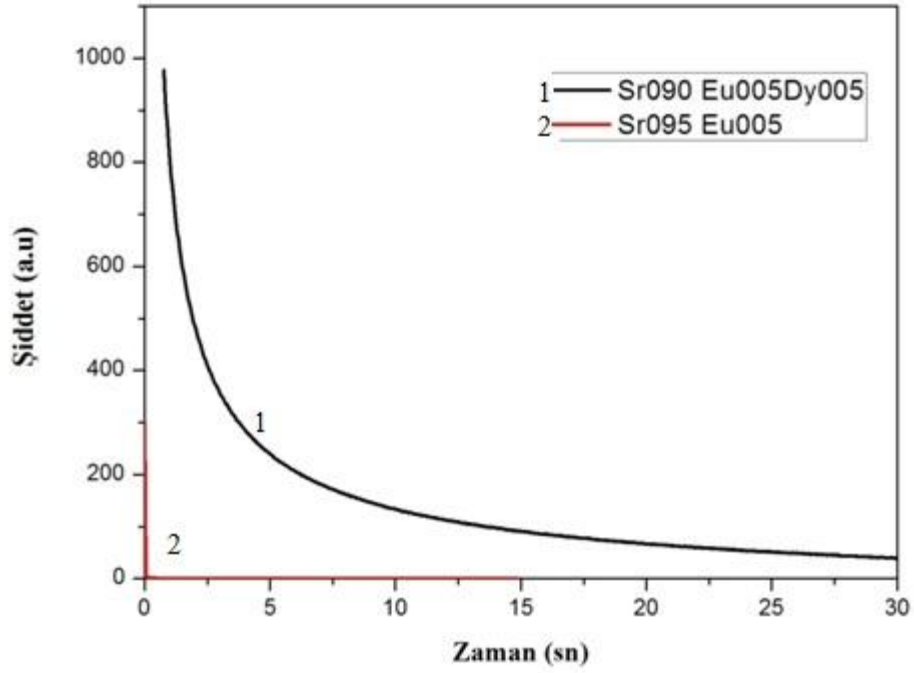
$\text{Sr}_{(0,90)}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}^{2+}, \text{Dy}_{0,05}^{3+}$ ve $\text{Sr}_{(0,94)}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,01}^{2+}, \text{Dy}_{0,05}^{3+}$ numuneleri, bu kompozisyonlara benzer şekilde literatürde elde edilmiş fosforlara yakın bir ışıma davranışı göstermiştir [5,6,7,14,20,28,31,39].

$\text{Sr}_{(0,95)}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}^{2+}$ ve $\text{Sr}_{(0,90)}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}^{2+}, \text{Dy}_{0,05}^{3+}$ numunelerinin karşılaştırmalı ışıma şiddeti – dalga boyu grafiği Şekil 5.8’ de verilmiştir. Literatürdeki bilgilerin aksine deneysel olarak elde edilen $\text{Sr}_{(0,95)}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}$ numunesinde görünür bölgenin 515-525 nm aralığında parlama tespit edilememiştir [5,15,19,30,37]. Dy katkısız $\text{Sr}_{(0,95)}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}^{2+}$ numunesinde, insan gözünün algılayabileceği şiddette parlama tespit edilememiştir.

Dy^{3+} iyonun yapıda bulunmamasından dolayı $\text{Sr}_{(0,95)}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}^{2+}$ numunesinde herhangi bir ışıma ömrü de tespit edilememiş ve literatürle uyumlu bir sonuç elde edilmiştir[5,19,37]. Fosforesans özellik gösteren mazlemelerde Dy^{3+} iyonunun ışıma ömrüne direk etki ettiği sonucuna varılmıştır (Şekil 5.9).



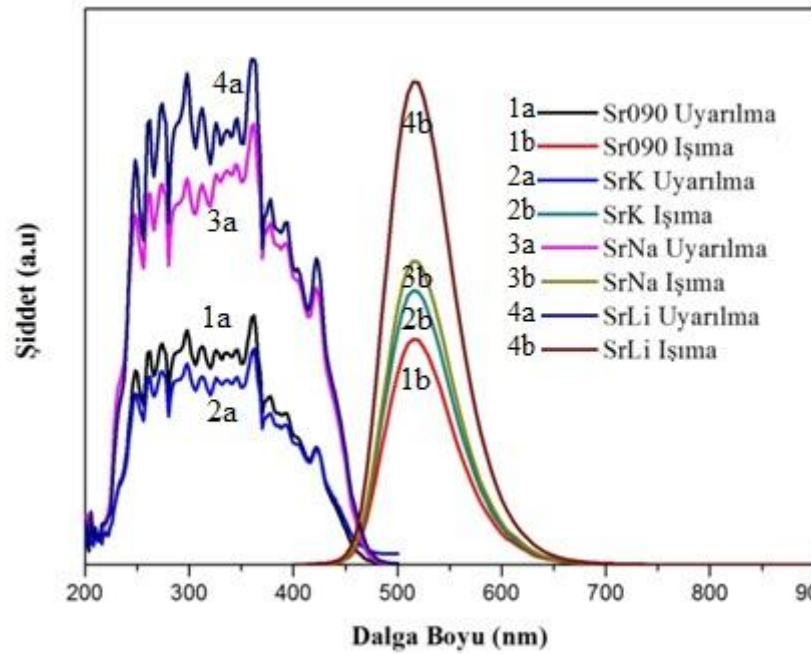
Şekil 5.8: $\text{Sr}_{(0.95)}\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0.05}^{2+}$ ve $\text{Sr}_{(0.90)}\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0.05}^{2+}, \text{Dy}_{0.05}^{3+}$ numunelerinin karşılaştırmalı ışıma şiddeti – uyarılma- dalga boyu grafiği.



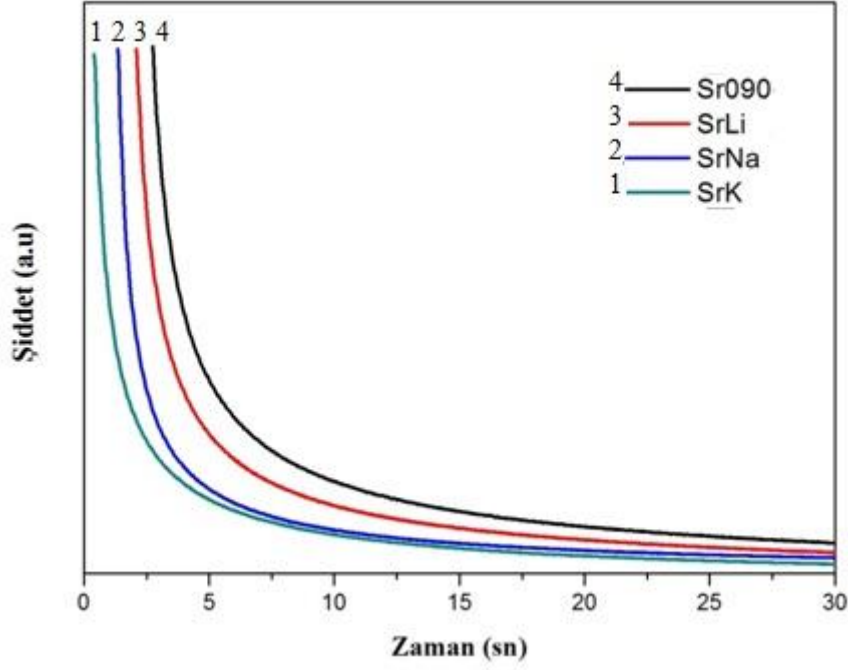
Şekil 5.9: $\text{Sr}_{(0.95)}\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0.05}^{2+}$ ve $\text{Sr}_{(0.90)}\text{Al}_2\text{O}_4:\text{Eu}_{0.05}^{2+}, \text{Dy}_{0.05}^{3+}$ numunelerinin karşılaştırmalı ışıma ömrü davranışı grafiği.

5.2.2 Li, Na ve K (IA) grubu alkali elementleri ilaveli Eu, Dy katkılı SrAl₂O₄ esaslı numuneler

Ölçümler fosforesans özellik gösteren 1300°C’ de elde edilen numunelerden alınmıştır. IA grubu elementlerinden Li, Na ve K ile katkılanırılan SrAl₂O₄:Eu,Dy yapısının ışıma şiddetinin periyodik cetvelde yukardan aşağı inildikçe artan atomik çap oranıyla birlikte azaldığı, katkılanırılmamış Sr_(0,90)Al₂O₄: Eu_{0,05}²⁺, Dy_{0,05}³⁺ numunesiyle yapılan karşılaştırma sonucunda ise katkılı numunelerin ışıma şiddetinin daha yüksek olduğu şekil 5.10’ dan tespit edilmiştir. Katkı elementlerinin uyarılma band aralığını genişlettikleri ve uyarılma şiddetlerini artırdıkları gözlemlenmiştir. Fosforesans özellik gösteren numunelerde ışıma 510-515 nm aralığında gerçekleşmiştir. Sr_(0,90)Al₂O₄: Eu_{0,05}²⁺, Dy_{0,05}³⁺ numunesiyle yapılan karşılaştırmalı ışıma bozunum eğrilerinden (Şekil 5.11) ise yapılan katkıların ışıma ömrünü düşürdüğü tespit edilmiştir. IA grubu alkali elementleri Li, Na ve K ilaveli Eu, Dy katkılı SrAl₂O₄ esaslı numuneler içinde en iyi ışıma verimi Li⁺ iyonu katkısı numunede elde edilmiştir. Bunu sırasıyla Na⁺ ve K⁺ iyonu ilaveli numuneler izlemiştir.



Şekil 5.10: Sr_{0,80}(Li_{0,10})Al₂O₄: Eu_{0,05}, Dy_{0,05}, Sr_{0,80}(Na_{0,10})Al₂O₄: Eu_{0,05}, Dy_{0,05}, Sr_{0,80}(K_{0,10})Al₂O₄: Eu_{0,05}, Dy_{0,05}, Sr_{0,90}Al₂O₄: Eu_{0,05}, Dy_{0,05} numunelerinin karşılaştırmalı ışıma şiddeti –uyarılma-dalga boyu grafiği.

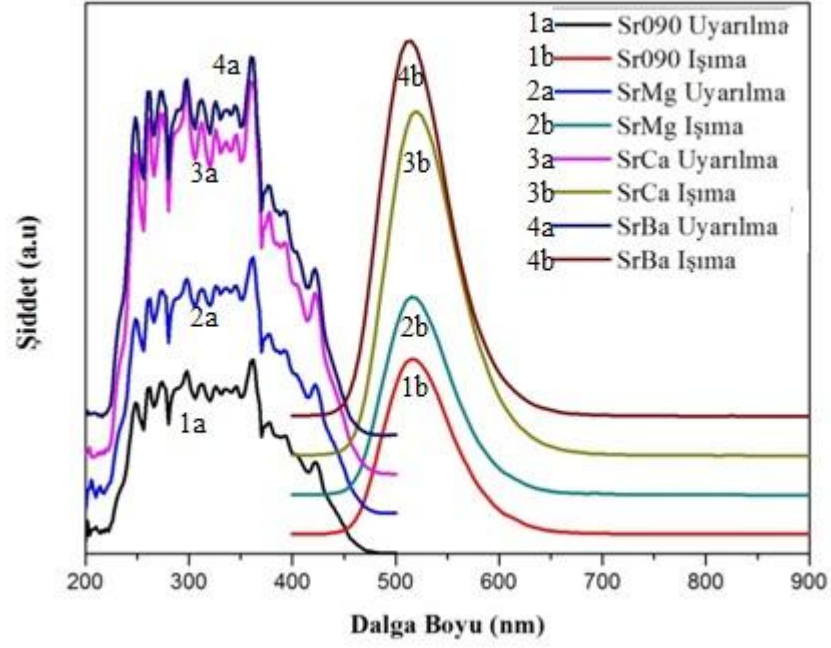


Şekil 5.11: $\text{Sr}_{0,80}(\text{Li}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$, $\text{Sr}_{0,80}(\text{Na}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$, $\text{Sr}_{0,80}(\text{K}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$, $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunelerinin karşılaştırmalı ışıma ömrü davranışı grafiği.

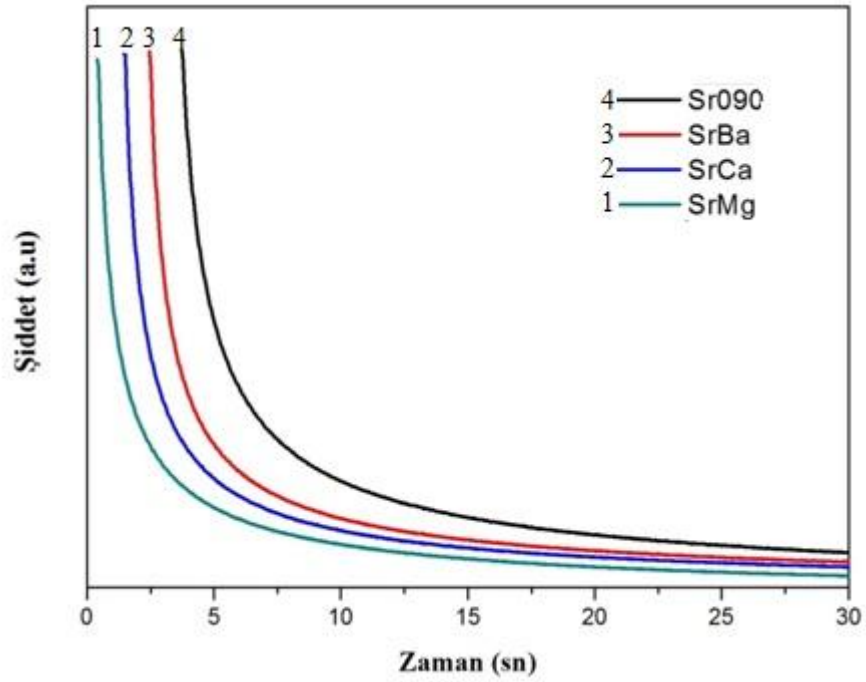
5.2.3 Mg, Ca ve Na (IIA) toprak alkali elementleri ilaveli Eu, Dy katkılı SrAl_2O_4 esaslı numuneler

Ölçümler, 1300°C ' de elde edilen fosforesans özellik gösteren numunelerden alınmıştır. magnezyum, kalsiyum ve baryum (IIA) elementlerinin ek katkılandırılması ile $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu,Dy}$ yapısının ışıma şiddetinin periyodik cetvelde yukarıdan aşağı inildikçe artan atomik çap oranıyla birlikte arttığı ve en yüksek ışıma şiddetini baryum katkılı numunenin gösterdiği tespit edilmiştir. Bu grup elementleri katkısız $\text{Sr}_{(0,90)}\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}^{2+}, \text{Dy}_{0,05}^{3+}$ numunesine göre daha iyi ışıma davranışı göstermişlerdir (Şekil 5.12). Yapılan katkılar neticesinde numunelerin 510-515 nm aralığında ışıdıkları gözlemlenmiştir.

30 saniyelik süre aralığında tespit edilen ışıma ömrü bozunum eğrilerinden katkılı numunelerin katkısız $\text{Sr}_{(0,90)}\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}^{2+}, \text{Dy}_{0,05}^{3+}$ numunesine göre daha düşük verimde ışıma ömrü gösterdiği tespit edilmiştir (Şekil 5.13). Katkılı numuneler içinde en iyi ışıma bozunum davranışı, $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ba}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesinde tespit edilmiş ve bunu sırasıyla $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ca}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$, $\text{Sr}_{0,80}(\text{Mg}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numuneleri izlemiştir.



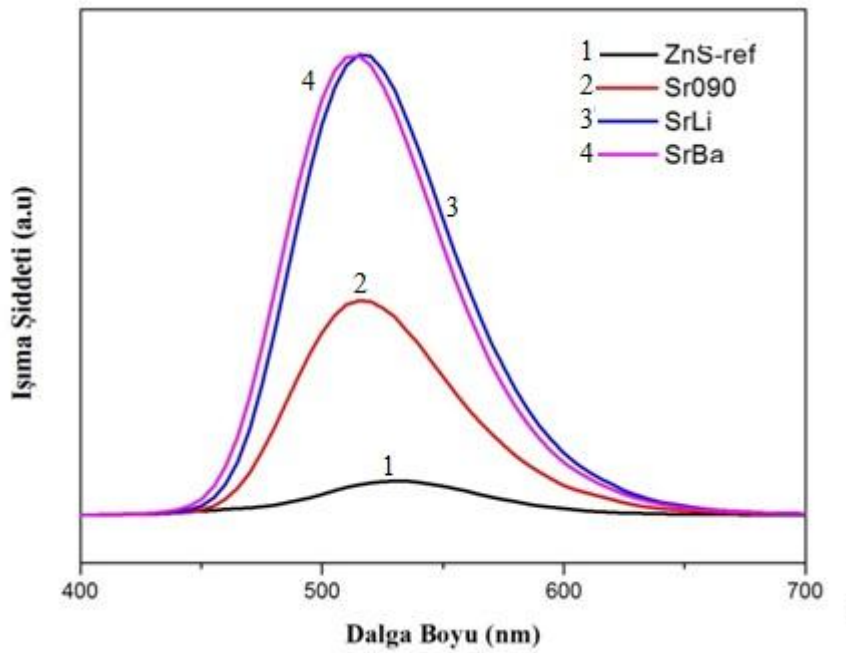
Şekil 5.12: $\text{Sr}_{0,80}(\text{Mg}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$, $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ca}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$, $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ba}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$, $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunelerinin karşılaştırmalı ışıma şiddeti –uyarılma-dalga boyu grafiği



Şekil 5.13: $\text{Sr}_{0,80}(\text{Mg}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$, $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ca}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$, $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ba}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$, $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunelerinin karşılaştırmalı ışıma ömrü davranışı grafiği

5.2.4 Ticari ZnS esaslı fosfor ile karşılaştırmalı ışıma şiddeti analizi

Üretilen fosforesans malzemelerde her bir grup için en iyi parlayan malzemeler; 1. grup için, $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$, 2. grup için $\text{Sr}_{0,80}(\text{Li}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ ve 3. grup için $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ba}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ olarak tespit edilmiştir. Ticari ZnS esaslı fosfor malzeme ile yapılan karşılaştırma ise şekil 5.14'te bulunmaktadır. Grafiğe göre deneysel çalışmalar sonucunda elde edilen fosforların ışıma şiddetleri ticari malzemeninkine göre oldukça üstündür.



Şekil 5.14: $\text{Sr}_{0,80}(\text{Li}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$, $\text{Sr}_{0,80}(\text{Ba}_{0,10})\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$, $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4: \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$, ZnS esaslı ticari fosfor numunelerinin karşılaştırmalı ışıma ömrü davranışı grafiği.

6. GENEL SONUÇLAR

Deneyisel çalışmaların sonuçları 3 ana grup altındaki numuneler üzerine elde edilmiştir. Gruplar aşağıda verilmiştir.

1. Evropiyum (Eu) ve dizprozyum (Dy) katkılı, üre ve sitrik asitin şelat yapıcı ve yakıt olarak kullanıldığı SrAl_2O_4 esaslı numuneler
2. Lityum, Sodyum, Potasyum (IA) alkali elementi ilaveli, Eu ve Dy katkılı, ürenin şelat yapıcı ve yakıt olarak kullanıldığı SrAl_2O_4 esaslı numuneler
3. Magnezyum, Kalsiyum, Baryum (IIA) toprak alkali elementi ilaveli, Eu ve Dy katkılı, ürenin şelat yapıcı ve yakıt olarak kullanıldığı SrAl_2O_4 esaslı numuneler.

Yapılan termal, yapısal ve spektrofotometrik analizler sonucunda elde edilen veriler aşağıda sıralanmıştır.

- 1) $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesine uygulanan termal analiz sonucunda dönüşüm sıcaklığı 650°C , yapıdaki kalıntı organiklerin giderilmesi için gerekli sıcaklık 950°C ve redüksiyon sıcaklığı 1300°C olarak belirlenmiştir. Belirlenen bu sıcaklıklar bütün numunelere uygulanmıştır.
- 2) Ürenin, sitrik asit yerine şelat yapıcı ve yakıt olarak kullanılmasının daha verimli olduğu gözlemlenmiş ve bütün analizi yapılan numunelerde bu amaçla üre kullanılmıştır.
- 3) 650°C ve 950°C ' de fosforesans malzeme elde edilememiş, nihai ürün olan fosforesans malzeme karbonun redüktant olarak kullanıldığı fırın atmosferinde 1300°C ' de 2 saat sonunda elde edilmiştir.
- 4) Nihai ürün olan fosforesans malzemede XRD analizleri sonucu ana yapıyı SrAl_2O_4 fazının oluşturduğu saptanmıştır.
- 5) Azalan evropiyum oranının ana kristal yapısını değiştirmedeği tespit edilmiş ve yine ana fazın SrAl_2O_4 olduğu saptanmıştır.
- 6) Yapılan alkali ve toprak alkali element katkılarının kafes yapısında bozunuma yol açtığı XRD analizlerinde karakteristik SrAl_2O_4 piklerinin katkı

elementlerinin deęişen ap oranlarına gre telendięi tespit edilmiřtir. Yine nihai fosforesans malzeme ana faz yapısının SrAl_2O_4 fazından oluřtuęu saptanmıřtır. Bu veriler ıřıęında katkı elementlerinin kristal kafes yapısına girdięi ispatlanmıřtır.

- 7) Elde edilen SEM mikroyapı fotoęraflarından nihai rn olan fosforesans malzemelerin ana yapısının dzensiz ve řekilsiz tanelerden oluřtuęu gzlemlenmiřtir. Ortalam tane boyutunun ise 1-3 μm aralıęında deęiřtięi , literatrle karřılařtırıldıęında ise daha byk taneler elde edildięi tespit edilmiřtir.
- 8) Azalan evropiyum oranıyla birlikte ıřıma řiddetinin ve ıřıma mrnn dřtę, $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ ve $\text{Sr}_{0,94}\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,01}, \text{Dy}_{0,05}$ numunelerine yapılan spektrofotometrik analizlerle ispat edilmiřtir.
- 9) Dy^{3+} iyonunun SrAl_2O_4 ana yapısına katılmadıęında hibir ıřıma řiddetinin ve mrnn olmadığı gzlemlenmiřtir. Dy^{3+} iyonlarının yapıda tuzak grevi grerek ıřıma řiddetine ve mrne doęrudan etkisi olduęu saptanmıřtır.
- 10) Alkali elementi katkılarıyla fosforesans malzemenin ıřıma řiddetinin katkısız $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesine gre arttıęı, ıřıma mr veriminin ise azaldıęı tespit edilmiřtir. Katkı elementlerinin olumlu etkisinin aynı grupta yukarıdan ařaęı inildike azaldıęı gzlemlenmiřtir.
- 11) Toprak alkali elementleri katkısıyla da fosforesans malzemenin ıřıma řiddetinin katkısız $\text{Sr}_{0,90}\text{Al}_2\text{O}_4 : \text{Eu}_{0,05}, \text{Dy}_{0,05}$ numunesine gre arttıęı, ıřıma mr veriminin ise azaldıęı tespit edilmiřtir. Katkı elementlerinin olumlu etkisinin aynı grupta yukarıdan ařaęı inildike arttıęı gzlemlenmiřtir.
- 12) DeneySEL alıřmalar sonucu elde edilen fosforesans malzemelerin ıřıma řiddeti-dalga boyu grafiklerinden geniř uyarılma alanlarının, UV ve grlebilir blgede olduęu tespit edilmiřtir. Bunun neticesinde malzemelerin gn ıřıęında uyarılabileceęi saptanmıřtır
- 13) retilen SrAl_2O_4 esaslı fosforesans malzemelerden en yksek řiddette parlayan numunelerin ticari ZnS esaslı fosforesans malzemesinden yaklařık olarak 16 kat daha yksek řiddette ıřıdıęı tespit edilmiřtir.

KAYNAKLAR

- [1] M. Yen, W., Shionoya, S., and Yamamoto, H., 2006. *Phosphor Handbook*, Second Edition, CRC Press, Boca Raton, pp. 3-8.
- [2] Url-1 <<http://www.electrochem.org/dllinterface/wtr/wtr09/wtr09-p042-045.pdf>>, alındığı tarih 22 Ocak 2010.
- [3] Kitai, A., 2008. *Luminescent Materials and Applications*, John Wiley&Sons,Ltd, Canada.
- [4] M. Yen, W., Shionoya, S., and Yamamoto,H., 2006. *Phosphor Handbook* Second Edition, CRC Press, Boca Raton, pp. 254-258.
- [5] Murayama,Y., Takenuchi,N., Aoki,Y., Matsuwaza, T., 1995. Phosphorescent phosphor, *United States Patent*, No: 5,424,006 dated 13.06.1995.
- [6] Clabau,F., Rocquefelte, X., Jobic, S., 2005, Mechanism of phosphorescence appropriate for the long-lasting phosphors Eu^{2+} -doped SrAl_2O_4 with codopants Dy^{3+} and B^{3+} , *Chem. Mater.*, **17**, 3904-3912
- [7] Qiu, Z., Zhou, Y., Lu M., 2007. Combustion synthesis of long-persistent luminescent $\text{MAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+}$, R^{3+} (M = Sr, Ba, Ca, R = Dy, Nd and La) nanoparticles and luminescence mechanism research, *Acta Materialia*, **55**, 2615–2620.
- [8] Ping, H., Cai-E, C., and Sen, W., 2009. Synthesis and characterization of $\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{O}_6:\text{Eu}^{2+}$, Dy^{3+} phosphors prepared by sol-gel-combustion processing, *Chinese Physics B*, Vol.18 no.10.
- [9] Zhang, R., Han,G., Zhang, L., Yang, B., 2009. Gel combustion synthesis and luminescence properties of nanoparticles of monoclinic $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+}$, Dy^{3+} , *Materials Chemistry and Physics*, pp. 255–259.
- [10] Albani, J.R.,2007. *Principles and Applications of Fluorescence Spectroscopy*, Blackwell publishing,France.
- [11] Kasap, S., Capper,P., 2006. *Elektronic and photonic materials*,Springer, New York.
- [12] Han, S.D., Singh, K., Cho,T., 2008. Preparation and characterization of long persistence strontium aluminate phosphor, *Journal of Luminescence*, **128**, 301-305.
- [13] Uluç, A.V., 2008. Synthesis and characterization of phosphorescent strontium aluminate, *Msc Thesis*, Sabancı Üniversitesi, İstanbul.
- [14] Kamiyanagi, Y., Kitaura, M., Kaneyoshi, M., 2007. Temperature dependence of long –lasting afterglow in $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}$, Dy phosphor, *Journal of Luminescence*, **122**, 509-511.

- [15] Liu,Z., Li, Y., Xiong, Y., 2004. Electroluminescence of $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+}$ phosphor, *Microelectronics Journal*, **35**, 375-377.
- [16] Url-2 <<http://www.olympusmicro.com/primer/java/jablonski/jabintro/html>>, alındığı tarih 12 Ocak 2010.
- [17] B. Valeur, J.C. Brochon, 2001. *New Trends in Fluorescence Spectroscopy*, Springer, Germany, pp. 18-19.
- [18] M. Yen, W., Shionoya, S., and Yamamoto,H., 2006. *Phosphor Handbook* Second Edition, CRC Press, Boca Raton, pp. 381-386.
- [19] Xindong, L., Minjuan, Z., Renqin, W., 2008. Roles of Eu^{2+} , Dy^{3+} ions in persistent luminescence of strontium aluminates phosphors, *Glass Physics and Chemistry*, Vol.23, no.5.
- [20] Tang, Z., Zhang, F., Zhang, Z., 2000. Luminescent properties of $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}$, Dy material prepared by the gel method, *Journal of The European Ceramic Society*, **20**, 2129-2132.
- [21] Escribano, P., Marchala, M., Luisa Sanjua, M., 2005. Low-temperature synthesis of SrAl_2O_4 by a modified sol-gel route: XRD and Raman characterization, *Journal of Solid State Chemistry*, **178**, 1978-1987.
- [22] Chander, H., Haranath, D., Shanker, V., 2004. Synthesis of nanocrystals of long persisting phosphor by modified combustion technique, *Journal of Crystal Growth*, **271**, 307-312.
- [23] Song, H., Chen, D., Tang, W., 2008. Synthesis of $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+}$, Dy^{3+} , Gd^{3+} phosphor by combustion method and its phosphorescence properties, *Elsevier-Displays*, **29**, 41-44.
- [24] M. Yen, W., Shionoya, S., and Yamamoto,H., 2006. *Phosphor Handbook* Second Edition, CRC Press, Boca Raton, pp. 785-787, 789-791
- [25] Karasu, B., Özkara, Ö., 1999. Cam ve seramik sanayiinde kullanılan fosfor esaslı malzemeler, *Metalurji Dergisi*, **121**, Cilt. 23, syf. 28.
- [26] Chang, C. , Li, W., Huang, X., 2010. Photoluminescence and afterglow behavior of Eu^{2+} , Dy^{3+} and Eu^{3+} , Dy^{3+} in $\text{Sr}_3\text{Al}_2\text{O}_6$ matrix, *Journal of Luminescence*, **130**, 347-350.
- [27] Lu, Y., Li, Y., Xiong, Y., 2004. $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+}$, Dy^{3+} phosphors derived from a new sol-gel route, *Microelectronics Journal*, **35**, 379-382.
- [28] Sarkisov, P.D., Popovich N.V., Zhelnin A.G., 2003. Luminophorws based on strontium aluminates produced by the sol-gel method, *Glass and Ceramics*, Vol.60, no.10, pp.6-9.
- [29] Marchal, M., Escribano, P., Cada, J.B, 2003. Long-Lasting phosphorescent pigments of the type $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+},\text{R}^{3+}$ (R = Dy, Nd) synthesized by the sol-gel method, *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, **26**, 989-992.
- [30] Yu, X., Zhou, C., He, X., 2004. The influence of some processing conditions on luminescence of $\text{SrAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+}$ nanoparticles produced by combustion method, *Materials Letters*, **58**, 1087- 109.
- [31] Mothudi, B.M., Ntwaeaborwa O.M., Botha J.R., 2009. Photoluminescence and phosphorescence properties of $\text{MAl}_2\text{O}_4:\text{Eu}^{2+}$, Dy^{3+} (M=Ca,Ba,Sr)

- phosphors prepared at an initiating combustion temperature of 500°C, *Physica B*, **404**, 4440–4444.
- [32] Lin, Y., Tang, Z., Zhang, Z., 2003. Influence of co-doping different rare earth ions on the luminescence of CaAl_2O_4 -based phosphors, *Journal of The European Ceramic Society*, **23**, 175-178.
- [33] M. Yen, W., Shionoya, S., and Yamamoto, H., 2006. Phosphor handbook Second Edition, CRC Press, Boca Raton, pp. 793-800.
- [34] Cordoncillo, E., Julian-Lopez, B. Martínez, M., 2009. New insights in the structure luminescence relationship of $\text{Eu:SrAl}_2\text{O}_4$, *Journal of Alloys and Compounds*, **484**, 693–697
- [35] Url-3 <<http://www.periodni.com/slike/monoclinic.gif>>, alındığı tarih 18 Şubat 2010.
- [36] Ryu, H., Bartwal, K.S., 2009. Defect structure and its relevance to photoluminescence in $\text{SrAl}_2\text{O}_4\text{:Eu}^{2+}$, Nd^{3+} , *Physica B*, **404**, 1714-1718.
- [37] Lü, X., Shu, W., Yu, Q., Fang, Q., 2007. Roles of doping ions in persistent luminescence of $\text{SrAl}_2\text{O}_4\text{:Eu}^{2+}, \text{RE}^{3+}$ phosphors, *Glass Physics and Chemistry*, Vol. 33, no. 1, pp. 62–67.
- [38] Katsumata T., Toyomane S., Sakai R., 2006. Trap levels in Eu-doped SrAl_2O_4 phosphor crystals co-doped with rare-earth elements, *Journal of American Ceramic Society*, **89**, 932–936.
- [39] Shafia, E., Bodaghi, M., Tahriri, M., 2010. The influence of some processing conditions on host crystal structure and phosphorescence properties of $\text{SrAl}_2\text{O}_4\text{:Eu}^{2+}$, Dy^{3+} nanoparticle pigments synthesized by combustion technique, *Current Applied Physics*, **10**, 596-600.
- [40] Ping, H., Cai-E, C., Hao, H., 2009. Eu, Dy co-doped SrAl_2O_4 Phosphors prepared by sol-gel –combustion processing, *Journal of Sol-Gel Science Technology*, **50**, 308-313.
- [41] Karagöz, Ş., Polat, Ş., 2006. *Malzeme Karakterizasyonu*, Kocaeli Üniversitesi Yayınları, Kocaeli, pp.4-38.

ÖZGEÇMİŞ



Ad Soyad: Cem KARAKAŞ

Doğum Yeri ve Tarihi: Niğde / 10.03.1984

Adres: Gazimuhtarpaşa Sok. Öncü Apt. 27/1 Kat:5 Daire No.12
Feneryolu/İSTANBUL

Lise: Niğde Fen Lisesi

Lisans Üniversitesi: Metalurji ve Malzeme Müh. – Kocaeli Üniversitesi

Yayın Listesi

- **Karakaş C.**, Aydın S., Solak N., 2010: Synthesis of phosphorescence materials by modified sol-gel process. 3rd International Cogress on Ceramics, November 14-18, 2010 Osaka, Japan.(Kabul Edildi)
- **Karakaş C.**, Aydın S., Solak N., 2010: Modifiye edilmiş sol-jel prosesiyle stronsiyum aluminat esaslı fosforesans malzeme sentezi, 15. Uluslararası Metalurji-Malzeme Kongresi, Kasım 11-13, 2010 İstanbul, Türkiye.(Kabul Edildi)