

Nanomalzemelerin Karakterizasyonu

- Yapısal Karakterizasyon
- Kimyasal Karakterizasyon

Nanomalzemelerin Yapısal Karakterizasyonu

- X ışını difraksiyonu (XRD)
- Çeşitli elektronik mikroskoplar (SEM, TEM)
- Atomik Kuvvet mikroskobu (AFM)
- Taramalı prob mikroskobu (SPM)
- Taramalı Tünel Mikroskobu (STM)

Nanomateriyallerin Kimyasal Karakterizasyonu

- Optik Spektroskopi
- Elektron Spektroskopi
- İyonik Spektrofotometre

Spektroskopi Nedir?

Spektroskopi, atom ya da molekül tarafından absorplanan, yayılan ya da saçılan **Elektromagnetik Radyasyonun (EMR)** ölçülmesi ve yorumlanmasıdır.

Başlıca Spektroskopik Yöntemler ve Yöntemin Dayandığı Temeller

Nükleer Magnetik Rezonans Spektroskopisi (NMR)	Magnetik alanda çekirdek spini
Mikrodalga Spektroskopisi	Moleküllerin dönmesi
Elektron Spin Rezonans (ESR)	Magnetik alanda ortaklanmamış elektron spini
Infrared (IR) ve Raman Spektroskopisi	Moleküllerin dönmesi Moleküllerin titreşimi Elektronik geçişler
UV (Ultraviyole)-Görünür Bölge (VIS) Spektroskopisi	Elektronik geçişler
X-ışınları Spektroskopisi	X-ışınının atomik tabakalardan kırınımı ve yansıması

Elektromagnetik Spektrum (Işımların dalga boylarına ve sahip oldukları enerjilere göre sıralandırılmasıyla elde edilen tablo).

Elektromanyetik Işıma :

Uzayda çok büyük hızla hareket eden bir enerji türü

Radyasyonla frekansların büyüklüklerine göre sıralanması

BÖLGE	FREKANS ARALIĞI	HAVADAKİ DALGA BOYU, cm
Kozmik Işımlar γ- ışınlar x-ışınları	$10^{20} >$ $10^{16}-10^{20}$	$10^{-12} <$ $10^{-3}-10\text{nm}$
Uzak mor ötesi Uzak UV	$10^{16}-10^{15}$	10-200 nm
Morötesi (UV)	$10^{15}-7,5.10^{14}$	200-400 nm
Görünür (vıs)	$7,5.10^{14}-40.10^{14}$	400-750 nm (insan gözü görür)
Yakın Kırmızı (IR)		
Yakın IR	$4.10^{14}-1.2.10^{14}$	0.75-2.5 μm
Kırmızı Ötesi (IR)	$1.2.10^{14}-10^{14}$	2.5-1000 μm
Mikrodalgalar	$10^{11}-10^8$	0.1-100 cm
Radyo dalgaları	10^8-10^5	15- 10^6 km

Elektromagnetik spektrumda bantların ya da çizgilerin yerleri dalga boyu ya da dalga sayısı ile verilir

Madde-EMR (Işın) Etkileşmesi

Spektroskopi yöntemleri ışın ile madde arasındaki enerji aktarımına dayanmaktadır

Işık madde ile etkileştiğinde;

- ✓ **Etkilenmeden geçebilir.**
- ✓ **Soğurulabilir: IR, UV/VIS spektroskopi**
- ✓ **Soğurulup yeniden yayınlanabilir: Floresans spektroskopi**
- ✓ **Saçılabilir: Raman spektroskopi, tanecik ebat ölçümü**

Spektroskopik Yöntemler Nerelerde Kullanılır?

- Moleküler yapının aydınlatılması
- Elementel analizinin yapılması
- Nicel analiz

OPTİK SPEKTROSKOPİ

Optik spektroskopisi

Absorpsiyon ve
Fotolüminesans
spektroskopisi

Titreşim
spektroskopisi

Infrared
spektroskopisi
(IR)

Raman
spektroskopisi

Lüminesans nedir?

- Çeşitli formdaki enerjiyi absorplayarak uyarılmış durumda maddenin ısısını deęiřtirmeden fazla enerjiden kurtulurken çıkardığı ışımaya denir.
- Enerji kaynağı olarak UV veya görünür bölgeden ışımaya yapılırsa fotolüminesans (PL) denir.

Elektronun temel enerji düzeyine geri dönmesi için geçen süre

Flüro ışıldama (Fluoresans) : $t < 10^{-8} \text{sn}$

Fosfor ışıldama (Fosforesans) : $t > 10^{-8} \text{sn}$

Fotoluminesans ile;

1. Malzemelerin fiziksel ve kimyasal özellikleri ölçülür.
2. Her maddenin atom veya iyonları karakteristik özellikte olup spektral çizgilerin pozisyonu molekülün elektronik yapısını belirler.
3. Temelde kalitatif sonuçlar alınır.
4. Düşük derişimlerde kantitatif ölçümleri hassas değildir.
5. Genelde yarı iletken nanokristallerin boyut karakterizasyonunda kullanılır.

RAMAN SPEKTROSKOPİSİ İNFRARED SPEKTROSKOPİSİ

RAMAN SPEKTROSKOPİSİ

Işığın elastik olmayan saçılması olgusuna dayanan Raman spektroskopisi, moleküllerin titreşim hareketlerinin belirlemek için kullanılan temel yöntemlerden biridir.

Raman saçılımı infrared absorpsiyonu ile ilişkili titreşimsel değişimlerle aynı türden değişimlerden kaynaklanmaktadır.

Gelen ve saçılan ışığın dalga boyları arasındaki fark, orta infrared bölgesindeki dalga boylarına karşılık gelmektedir.



Saçılma, oldukça yaygın kullanılan bir teknik olup analizlenecek parçacık boyutunun veya boyut dağılımının 1 mikrondan küçük olduğu durumlarda çokça kullanılır.

Çoğu kez bir örnek için raman saçılımı spektrumu ile infrared absorpsiyon spektrumu yakın benzerlik gösterir.

Ancak, infrared-aktif ve Raman –aktif fonksiyonel grup türleri arasında bu teknikleri birbirinin rakibi olmak yerine tamamlayıcısı kılmaya yetecek ölçüde farklar vardır.

Saçılma

Saçılma: Bir ışının, yol aldığı ortamdaki bir engele çarparak yörüngesinden sapması

Esnek Saçılma: Fotonun enerjisi değişmez. Rayleigh, Mie ya da Tyndall Saçılmaları.

Boyutları dalga boyundan önemli ölçüde daha küçük olan molekül veya molekül yığınlarının oluşturduğu saçılmaya *Rayleigh saçılması* adı verilir; şiddeti ise dalga boyunun dördüncü kuvvetinin tersine, saçan parçacıkların boyutuna ve parçacıkların polarlanabilme ölçüsünün karesine bağlıdır. Rayleigh saçılmasının her gün görülen sonuçlarından birisi, görünen spektrumda kısa dalga boylarının daha çok saçılmasından oluşan mavi gök rengidir.

Elektron Spektroskopi

X ışını
Fotoelektron
Spektroskopi
(XPS)



Auger Elektron
Spektroskopi
(AES)

Enerji Dağılımlı
X ışını
Spektroskopi
(EDS)

Elektron Spektroskopisi

X Işını Fotoelektron Spektroskopisi(XPS):

Malzemenin içindeki elementel bileşimi, ampirik formülü, kimyasal ve elektronik durumları ölçmeye yarayan bir cihazdır

- XPS cihazı ile malzemeye X-ışınları gönderilirken malzemenin 1 ile 10 nm derinliğindeki yüzeyinin kinetik enerjisi ve yüzeyden kopan elektron sayısı ölçülür.
- XPS, atom numarası 3 (lityum) ve 3'ten büyük atomları algılamaktadır. Orbital çapları küçük olduğu için hidrojen (1) ve helyum (2) atomlarını algılayamamaktadır.

Elektron Spektroskopisi

XPS bir yüzey analiz yöntemidir. Yüzey atomlarının iç kabuklarındaki (core level) enerji seviyelerinde bulunan elektronların fotoelektrik olay sonucu uyarılması mantığına dayanır.

Fotoelektrik olay sebebiyle belli bir enerjiyle uyarılan elektronların kinetik enerjileri bilinirse bağlanma enerjileri de hesaplanabilir

Bağlanma enerjisi ise bize yüzeydeki atomlar, bu atomların değerlikleri ve kimyasal yapıları hakkında bilgi verir.

İyonik Spektrometre

Rutherford geri taramalı Spektrometre (RBS)
İkincil İyon Kütle Spektrometre (SIMS)

İyonik Spektrometre

Rutherford spektrometre;

- İnce filmlerin karakterizasyonunda popüler bir metot olup düşük kütledeki iyonların çok yüksek enerjiyle bombardımanına dayanır.
- Yüksek enerjili iyonlar ve hedef çekirdek arasındaki elektrostatik çekimi ifade eder.
- Bu iyonlar, numunenin yüzlerce nanometre derinliklerine inip hedef atomların iyonlaşmasını ve elektronik uyarım yoluyla enerjilerini kaybetmesine yol açarlar.

İyonik Spektrometre

İkincil İyon Kütle Spektrometresi (SIMS);

Örneklerin temel iyonları ile bombardımanı sonucu oluşan ikinci iyonların kütle spektroskopisiyle analizine dayanır. İkinci iyonlar örnek yüzeyine yakın yerlerden olduğu için yüzey özelliklerinin tespitinde kullanılan bir yöntemdir.

Diğer metotlara göre eser miktarda element tayininde de kullanılır.