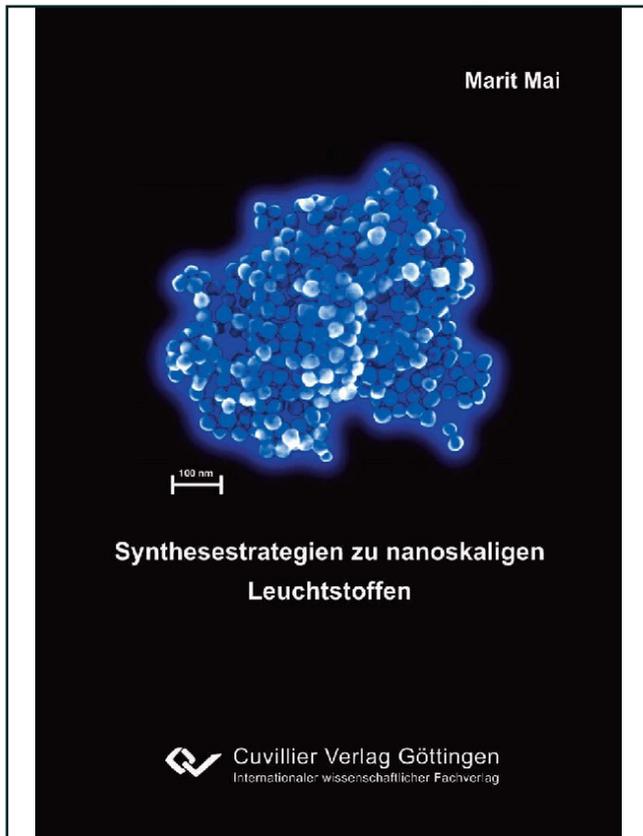




Marit Mai (Autor)

## Synthesestrategien zu nanoskaligen Leuchtstoffen



<https://cuvillier.de/de/shop/publications/461>

Copyright:

Cuvillier Verlag, Inhaberin Annette Jentsch-Cuvillier, Nonnenstieg 8, 37075 Göttingen, Germany

Telefon: +49 (0)551 54724-0, E-Mail: [info@cuvillier.de](mailto:info@cuvillier.de), Website: <https://cuvillier.de>

### 3 Einleitung

Die optischen Technologien zählen zu den heutigen Schlüsseltechnologien. Das betrifft nicht nur den Bereich der Beleuchtung, sondern auch viele Bereiche der Medizin, wie z.B. Prävention, Diagnostik und Therapie. Einen Eindruck der Bedeutung dieser Forschungsfelder gewinnt man, wenn man die Forschungsförderung des Bundesministeriums für Bildung und Forschung (BMBF) zu diesem Thema betrachtet: Hier werden gleich 11 Gebiete der Optik unterstützt.<sup>[1]</sup> Zusätzlich ist die Bildungsinitiative „FaszinationLicht“ in Zusammenarbeit mit dem Technologiezentrum des Vereins Deutscher Ingenieure (VDI) ins Leben gerufen worden.<sup>[2]</sup> Zielsetzung dieser Programme ist neben der Verringerung des Energieverbrauchs bei Beleuchtungen, also der Steigerung des Wirkungsgrades von Leuchtmitteln, auch die Beschleunigung von Kommunikationstechnologien, die Förderung des medizinischen Fortschritts und eine Erhöhung der Sicherheit im Straßenverkehr.

Besonders vor dem Hintergrund, dass durch die EU-Ökodesign-Richtlinie die gewöhnlichen Glühbirnen seit 2009 schrittweise vom europäischen Markt genommen werden, gewinnt der Einsatz effizienter Leuchtstoffe im Beleuchtungsbereich, besonders anorganischer Leuchtstoffe, immer mehr an Bedeutung. Sie sorgen nicht nur in Leuchtstoffröhren, sondern auch in neuen weißen LEDs, für eine auf die Anwendung maßgeschneiderte Lichtfarbe.<sup>[3, 4]</sup> Hierbei ist es die Aufgabe der anorganischen Leuchtstoffe, die Anregungsenergie in sichtbares Licht umzuwandeln. Die Emissionswellenlänge kann aber auch im ultravioletten oder infraroten Spektralbereich liegen.<sup>[5-9]</sup> In der heutigen Zeit ist das Anwendungsspektrum von Leuchtstoffen zudem deutlich gewachsen: Sie werden nicht mehr ausschließlich für herkömmliche Beleuchtungszwecke verwendet, sondern auch in LEDs und Solarzellen, und immer häufiger auch für Dünnschichtanwendungen eingesetzt, z.B. in Bildschirmen oder flexiblen Anzeigetafeln.<sup>[6, 8-11]</sup> Gerade in diesen Bereichen könnten vermehrt auch nanoskalige Leuchtstoffe zum Einsatz kommen, wenn diese mit herkömmlichen Bulkleuchtstoffen nicht zugänglich sind. Dies könnten besonders Dünnschichtanwendungen sein, denn hier zeigen Nanopartikel wegen ihrer geringen Größe keine Lichtbrechung, es können also optisch transparente Schichten erzeugt werden. Darüber hinaus könnten lumineszierende Nanopartikel in diversen Bereichen zu Markierungszwecken (z.B. für Warnschilder, Banknoten, Ausweisdokumente) eingesetzt werden. Zur Erzeugung von lumineszierenden Schichten oder Beschichtungen könnten sie ferner in transparente Materialien (Kunststoff, Glas) eingebettet oder auf geeignete Substrate gedruckt werden. Ein weiteres

Anwendungsgebiet für lumineszierende Nanopartikel eröffnet sich in der Molekularbiologie sowie der medizinischen Diagnostik und Therapie durch ihren Einsatz als Fluoreszenzmarker.<sup>[3, 4, 12, 13]</sup>

Für nanoskalige Leuchtstoffe in derartigen Anwendungen gilt es, eine Reihe von Kriterien zu berücksichtigen, um die Eignung für konkrete Anwendungen beurteilen zu können. Je nach Verwendungszweck wird die Gewichtung der folgenden Aspekte variieren: Absorptions- und Emissionsverhalten, Lebensdauer der angeregten Zustände bzw. Abklingzeit, Materialstabilität, Kosten und Reproduzierbarkeit der Synthese sowie die Toxizität. Ein technisch relevantes Gütekriterium für Bulkleuchtstoffe ist zudem deren Quantenausbeute, sie ist definiert als das Verhältnis von emittierten zu absorbierten Photonen. Jeder Vorgang, der zu einer strahlungslosen Desaktivierung der angeregten Zustände führen kann, beeinflusst die Quantenausbeute negativ. Dies können sowohl jegliche Störungen des kristallinen Gitters, wie z.B. Verunreinigungen, Korngrenzen, Fehlstellen, nicht kristalline Bereiche, als auch freie Bindungs- und Koordinationsstellen sein. Der erste Aspekt wird bei Nanopartikeln noch erheblich durch ihre extrem große Oberfläche verstärkt. Der zweite Punkt führt dazu, dass die Oberfläche der Partikel mit adsorbierten Molekülen belegt ist, die wiederum durch Molekülschwingungen die Quantenausbeute senken können.<sup>[6, 12-14]</sup> Es ist folglich die Herausforderung bei der Herstellung von nanoskaligen Leuchtstoffen, Synthesestrategien zu entwickeln, die einerseits die Kontrolle der Partikelgröße zulassen und bei geeignet hoher Temperatur betrieben werden können, die andererseits aber auch Defekte und Oberflächenterminierungen minimieren. Während dies in der Festkörpersynthese in der Regel durch starkes Erhitzen des Materials über längere Zeit gewährleistet wird,<sup>[14]</sup> ist dieses Vorgehen jedoch für Nanopartikel nicht ohne weiteres geeignet, da sie bei thermischer Behandlung agglomerieren und sintern können und so ihre nanopartikulären Eigenschaften verlieren.

## 4 Aufgabenstellung

Ziel der vorliegenden Dissertation ist die Herstellung nanoskaliger Funktionsmaterialien. Konkret sind das zum einen nanoskalige Leuchtstoffe und zum anderen ferromagnetische Metallnanopartikel. Als Leuchtstoffe wurden im Rahmen dieser Arbeit  $\text{Zn}_2\text{SiO}_4:\text{Mn}$ ,  $\text{CaWO}_4$  und  $\text{ZnWO}_4$  ausgewählt, da deren Lumineszenzeigenschaften für das Bulkmaterial zwar gut charakterisiert, für Nanomaterialien jedoch noch nicht detailliert beschrieben sind.<sup>[15, 16]</sup> Darüber hinaus sind sie gesundheitlich unbedenklich, was sie für medizinische Anwendungen interessant macht, und sie lumineszieren auch ohne Zusatz von Seltenerdionen intensiv, wodurch sie auch für die großtechnische Herstellung relativ kostengünstig sind.

Den ersten Schritt auf dem Weg zu diesen Nanopartikeln stellt zunächst die Entwicklung einer geeigneten Synthesestrategie für die jeweilige Verbindung dar. Auf diese Weise sollen gut stabilisierte Nanopartikel erhalten werden, die nicht agglomeriert sind und idealerweise nach der Synthese bereits kristallin anfallen. Darüber hinaus wäre für die Leuchtstoffpartikel eine gute Quantenausbeute wünschenswert. Eine weitere Aufgabe ist die Charakterisierung der Partikel, die neben der Identifizierung mittels Röntgenpulverdiffraktometrie auch die Oberflächencharakterisierung durch IR-Spektroskopie und Thermische Analyse sowie die Partikelgrößenbestimmung über Dynamische Lichtstreuung und Rasterelektronenmikroskopie umfasst. Bei den Leuchtstoffen ist darüber hinaus vor allem ihre Effizienz, also die Quantenausbeute, von Interesse. Da bisher noch kein allgemein gültiges Verfahren zur Bestimmung von Lumineszenzquantenausbeuten an Pulverproben existiert, war die Entwicklung einer entsprechenden Methode zur Messung der Quantenausbeute mit Hilfe eines kommerziellen Fluoreszenzspektrometers eine weitere Aufgabenstellung dieser Dissertation. Das Messverfahren sollte es erlauben, die Quantenausbeute sowohl von Pulvern als auch von Flüssigkeiten und Suspensionen zu bestimmen.

Aus der Synthese von  $\text{Zn}_2\text{SiO}_4:\text{Mn}$  entstand ein zusätzliches Forschungsgebiet durch die Herstellung von Metallhaltigen Ionischen Flüssigkeiten. Hieraus folgte aufgrund des großen Interesses an magnetischen Nanopartikeln (vgl. Kapitel 7.4 Metallnanopartikel) die Aufgabe, Cobalt- und Nickel-haltige Ionische Flüssigkeiten zu synthetisieren und ihr Verhalten gegenüber gebräuchlichen Reduktionsmitteln zu untersuchen. Auf diese Weise sollen Erkenntnisse gewonnen werden, ob sich diese Verbindungen zur Synthese der entsprechenden Metallnanopartikel eignen. Bei diesen Partikeln sollte ebenfalls auf eine gute Größenkontrolle und Stabilisierung geachtet werden, die mittels Dynamischer Lichtstreuung und

Rasterelektronenmikroskopie untersucht werden sollte. Desweiteren sollten die magnetischen Eigenschaften nachgewiesen werden.