



T.C.

BARTIN ÜNİVERSİTESİ

FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

METALÜRJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**ETKİLİ YANMA YÖNTEMİYLE METAL OKSİT NANOPARTİKÜLLERİN
SENTEZİ**

HAZIRLAYAN

YASEMİN KAMACI

DANIŞMAN

DOÇ. DR. ABDULLAH CAHİT KARAOĞLANLI

BARTIN-2019



T.C.
BARTIN ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
METALÜRJİ VE MALZEME MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

ETKİLİ YANMA YÖNTEMİYLE METAL OKSİT NANOPARTİKÜLLERİN
SENTEZİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

HAZIRLAYAN
YASEMİN KAMACI

JÜRİ ÜYELERİ

- Danışman : Doç.Dr. Abdullah Cahit - Bartın Üniversitesi
KARAOĞLANLI
- Üye : Prof. Dr. Mustafa Sabri GÖK - Bartın Üniversitesi
- Üye : Prof. Dr. Hayrettin AHLATCI - Karabük Üniversitesi

BARTIN-2019

KABUL VE ONAY

Yasemin KAMACI tarafından hazırlanan “ETKİLİ YANMA YÖNTEMİYLE METAL OKSİT NANOPARTİKÜLLERİN SENTEZİ” başlıklı bu çalışma, 10.09.2019 tarihinde yapılan savunma sınavı sonucunda oy birliği ile başarılı bulunarak jürimiz tarafından Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiştir.

Başkan : Doç. Dr. Abdullah Cahit KARAOĞLANLI
(Danışman)

Üye : Prof. Dr. Mustafa Sabri GÖK

Üye : Prof. Dr. Hayrettin AHLATCI

Bu tezin kabulü Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu'nun/...../20... tarih ve 20...../.....-..... sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Prof. Dr. H. Selma ÇELİKİYAY
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

BEYANNAME

Bartın Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kılavuzuna göre Doç. Dr. Abdullah Cahit KARAOĞLANLI ve Dr. Öğr. Üyesi Recep TAŞ danışmanlığında hazırlamış olduğum “ETKİLİ YANMA YÖNTEMİYLE METAL OKSİT NANOPARTİKÜLLERİN SENTEZİ” başlıklı yüksek lisans tezimin bilimsel etik değerlere ve kurallara uygun, özgün bir çalışma olduğunu, aksinin tespit edilmesi halinde her türlü yasal yaptırımını kabul edeceğimi beyan ederim.

10.09.2019

Yasemin KAMACI

ÖNSÖZ

Bu tezin hazırlanma ve sonuçlanma aşamasında bana yardımcı olan Danışman Hocalarım Doç. Dr. Abdullah Cahit KARAOĞLANLI ve Dr. Öğr. Üyesi Recep TAŞ' a sonsuz teşekkürlerimi sunarım. Hayatımın her safhasında olduğu gibi tez çalışmam süresince de verdikleri moral ve destek ile beni hiçbir zaman yalnız bırakmayan, sabırla bekleyen ve her türlü anlayışı esirgemeyen değerli aileme sonsuz sevgi, saygı ve hürmetlerimi sunarım.

Yasemin KAMACI

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

ETKİLİ YANMA YÖNTEMİYLE METAL OKSİT NANOPARTİKÜLLERİN SENTEZİ

Yasemin KAMACI

Bartın Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı: Doç. Dr. Abdullah Cahit KARAOĞLANLI

İkinci Danışman: Dr. Öğr. Üyesi Recep TAŞ

Bartın-2019, sayfa: 65

Nanopartiküller üretim teknolojilerinin gelişme göstermesinde ve yeni sentez yöntemlerinin ortaya çıkarılmasında önemli bir rol oynamaktadır. Üstün özellik ve niteliklerinin farklı bilimsel ve endüstriyel uygulamalarda kullanılabilir olması ile bu alandaki gelişmeler son derece hızlı bir şekilde artış göstermiştir. Nanoyapılı partiküller başta elektrik-elektronik, biyomedikal, otomotiv ve kimya sektörleri olmak üzere birçok endüstriyel alanda kullanıma sahiptir. Tüm geçiş metal oksitleri arasında CuO ve ZnO üstün özellikleri ile çok çeşitli uygulamalarda kullanım alanı bulan en önemli metal oksit nanoparçacıklarıdır. Bu çalışmada, CuO ve ZnO nanopartiküller kullanılarak oksitleyici ve yakıtın stokiometrik oranını kesinleştirmek için literatür ve uygulama çalışmaları dikkate alınarak deneysel çalışmalar gerçekleştirilmiştir. Hem CuO hem de ZnO nanopartiküllerinin, faz yapılarının belirlenmesi, mikroyapısal özelliklerinin incelenmesi ve partikül boyutlarının belirlenmesi amacıyla X-ışını difraksiyonu, taramalı elektron mikroskobu (SEM) ve partikül boyut dağılım analiz cihazı kullanılarak karakterizasyonları gerçekleştirilmiştir. UV-Görünür spektrofotometre analizi ile optik özellikleri incelenmiştir. CuO ve ZnO nanopartiküllerine ait minimum inhibisyon konsantrasyon (MIC) ve minimum bakterisidal/bakteriyostatik konsantrasyon (MBC) testleri kullanılarak

gram negatif ve gram pozitif bakterileri uygulanmış ve antibakteriyel özellikleri incelenmiştir.

Anahtar Kelimeler: Yanma Yöntemi; Metal Oksit Nanopartiküller; Minimum İnhibitör Konsantrasyon; Antimikrobiyal Aktivite; Minimum Bakterisidal/Bakteriyostatik Konsantrasyon (MBC); CuO Nanopartiküller; ZnO Nanopartiküller.

Bilim Kodu: 91520.

ABSTRACT

M. Sc. Thesis

SYNTHESIS OF METAL OXIDE NANOPARTICLES BY AN EFFECTIVE COMBUSTION METHOD

Yasemin KAMACI

Bartın University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Metallurgical and Materials Engineering

Thesis Advisor: Assoc. Prof. Abdullah Cahit KARAOĞLANLI

Second Advisor: Assist. Prof. Recep TAŞ

Bartın-2019, pp: 65

Nanoparticles play an important role in the advancement of manufacturing technologies and the emergence of new synthesis methods. With the usability of their exceptional properties and qualities in different scientific and industrial applications, the developments in this area have increased rapidly. Nanoparticles are widely used in industrial areas, especially in the industries of electric-electronic, biomedical, automotive and chemical. Of all the transition metal oxides, CuO and ZnO are the most important nanoparticles which find many area of use in many various practices thanks to their exceptional properties. In this study, experimental studies have been performed in order to absolutize the stoichiometric rates of oxidizing agent and fuel by using CuO and ZnO nanoparticles and by taking literature and application studies into consideration. In order to determine their phase structures, examine their microstructural properties and identify their particle sizes, both CuO and ZnO have been characterized with X-ray diffraction, scanning electron microscope (SEM) and particle size pattern analyzer. Their optical properties have been examined with UV-visible spectrophotometer analysis. Gram negative bacteria and gram positive bacteria have been applied by using minimum inhibition concentration (MIC) and minimum bactericidal/bacteriostatic tests of the nanoparticles of CuO and ZnO and their antibacterial proterties have been analyzed.

Keywords: Combustion Method; Metal Oxide Nanoparticles; Minimum Inhibition Concentration; Antimicrobial Activity; Minimum Bactericidal/Bacteriostatic Concentration (MBC); CuO Nanoparticles; ZnONanoparticles.

Science Code: 91520.

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
KABUL VE ONAY	ii
BEYANNAME.....	iii
ÖNSÖZ.....	iv
ÖZET	v
ABSTRACT	vii
İÇİNDEKİLER.....	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	xii
TABLolar DİZİNİ.....	xiv
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ.....	xv
BÖLÜM 1 GİRİŞ	1
1.1 Giriş	1
BÖLÜM 2 LİTERATÜR ÖZETİ.....	4
2.1 Nanoteknoloji	4
2.1.1 Nanoteknoloji Uygulama Alanları	6
2.1.1.1 Bilgisayar ve Elektronik Alanındaki Uygulamaları	7
2.1.1.2 Medikal ve Sağlık Alanındaki Uygulamaları.....	7
2.1.1.3 Enerji Alanındaki Uygulamaları	8
2.1.1.4 Tekstil Alanındaki Uygulamaları	8
2.1.1.5 Savunma Alanındaki Uygulamaları	9
2.1.2 Nanoteknolojinin Tarihsel Gelişimi.....	10
2.1.3 Nanopartiküller	12
2.1.3.1 Nanopartiküllerin Özellikleri	13
2.1.4 Nanopartiküllerin Sentezi	15
2.1.4.1 Kimyasal Buhar Yoğunlaştırma Yöntem	16
2.1.4.2 Asal Gaz Yoğunlaştırma (AGY) Yöntemi	17
2.1.4.3 Sol-Jel Yöntemi.....	19

2.1.4.4 Alev Sentezi Yöntemi	21
2.1.4.5 Hidrotermal Sentez Yöntemi.....	22
2.1.4.6 Kendiliğinden Yayılan Yüksek Sıcaklık Sentezi (SHS)	24
2.1.5 Metal Oksit Nanopartiküller	30
2.1.5.1 ZnO Nanopartiküller	31
2.1.5.2 CuO Nanopartiküller	32
BÖLÜM 3 MATERYAL VE METOT	34
3.1 CuO Nanopartiküllerin Hazırlanması ve Çözeltide Yanma Yöntemiyle CuO Sentezi	34
3.2 ZnO Nanopartiküllerinin Hazırlanması ve Çözeltide Yanma Yöntemiyle ZnO Sentezi	35
3.3 Nanopartiküllerin Karakterizasyon Çalışmaları	36
3.3.1 Yapısal Analiz.....	36
3.3.2 Morfolojik Analiz.....	36
3.3.3 Biyolojik Aktivite Testleri	37
BÖLÜM 4 BULGULAR VE TARTIŞMA	38
4.1 Sonuçlar ve Tartışma	38
4.1.1 X-Işını Kırınımı (XRD).....	38
4.1.2 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)	40
4.1.3 Enerji Dağıtıcı Spektroskopisi (EDS)	43
4.1.4 UV-Görünür Spektroskopisi	44
4.1.5 Parçacık Büyüklüğü Analizi	45
4.1.6 Antimikrobiyal etkinlik Minimum İnhibitör Konsantrasyon (MIC) ve Minimum Bakterisidal / Bakteriyostatik Konsantrasyon (MBC).....	47
4.2 Yanma Yöntemi İle Sentezlenen Nanopartiküllerin Mikroyapısal Değişimlerin İrdelenmesi	50
BÖLÜM 5 SONUÇ VE ÖNERİLER	55

5.1 Genel Sonular.....	55
5.2 neriler	57
KAYNAKLAR.....	58
ZGEMİŐ	65

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil No	Sayfa No
1.1: Çözelti yanma senteziyle metal oksit üretiminin akım şeması	2
2.1: Boyut ölçeği ile ilgili örnekler.	4
2.2: Nanoteknolojinin kullanım alanları	6
2.3: Tekstil alanında nanoteknolojinin uygulamaları	9
2.4: Atomik kuvvet mikroskobun şematik gösterimi	11
2.5: Nanopartiküllerin çeşitliliği ve sahip olabileceği özellikleri	12
2.6: Nanoparçacık sentezlerinin sınıflandırılması	15
2.7: Kimyasal buhar çöktürme (CVC) yönteminin şematik gösterimi.....	17
2.8: Asal gaz yönteminin şematik olarak gösterimi; (1) buharlaşma kayıkçığı, (2) lazer ablasyon hedefi, (3) paslanmaz çelik filtre, (4) partiküllerin toplanması için huni, (5) tel besleme ünitesi, (6) lazer kaynağı, (7) güç kaynağı, (8) asal gaz silindiri, (9) turbo pompa, (10) havalandırma kaynağı, (11) mekanik pompa ve (10) havalandırma kaynağı, (11) mekanik pompa ve (12) gaz dolaşım hattı.....	17
2.9: Partiküllerin büyümesi ile ilgili genel kabul görmüş mekanizmanın şematik gösterilişi.	18
2.10: Sol-jel prosesi ile üretilebilecek malzemelerin gösterimi	19
2.11: Sol-jel yöntemi ile parçacık üretim aşamalarının şekilsel gösterimi	20
2.12: Alev sentezinde kullanılan sistemin şematik gösterimi	21
2.13: Alev sentezi yöntemiyle nanoparçacık üretiminin gösterimi.....	22
2.14: Hidrotermal sentez kabının şematik gösterimi.....	23
2.15: Hacimsel yanma modunun şematik gösterimi	27
2.16: Tabakalı ilerleyen yanmanın şematik gösterimi	28
2.17: ZnO kristal yapıların gösterimi a) kübik kayatuzu, (b) kübik çinko sülfid, (c) hekzagonal wurtzit (Gri küreler Zn, siyah küreler ise O atomlarını temsil eder.)	31
2.18: CuO' nun monoklinik kristal yapısı	32
3.1: Metal oksit nanopartiküllerinin hazırlanmasının grafiksel gösterimi	36
4.1: Yanma yöntemiyle hazırlanan CuO nanopartiküllerin XRD kırınım deseni	38
4.2: Yanma yöntemiyle hazırlanan ZnO nanopartiküllerin XRD kırınım deseni.	39
4.3: Yanma yöntemi ile hazırlanmış metal oksit nanoparçacık gözenekli yapısının SEM görüntüsü	40
4.4: Yanma yöntemiyle hazırlanan CuO nanopartiküllerinin SEM görüntüsü	41

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam ediyor)

Şekil No	Sayfa No
4.5: Yanma yöntemiyle hazırlanan ZnO nanopartiküllerinin SEM görüntüsü.	42
4.6: (a) CuO ve (b) ZnO nanoparçacıklarının EDS görüntüleri.....	43
4.7: Yanma yöntemiyle hazırlanan (a) CuO ve (b) ZnO nanopartiküllerinin UV- Görünür spektrumları.....	44
4.8: Yanma yöntemiyle hazırlanan CuO nanopartiküllerinin partikül büyüklüğü dağılımları.....	46
4.9: Yanma yöntemiyle hazırlanan ZnO nanopartiküllerinin partikül büyüklüğü dağılımları.....	46
4.10: Kümülatif geçiş yüzdesine dayanarak CuO ve ZnO nanopartiküllerinin ortalama tanecik boyutları.....	47
4.11: (a) CuO' nun <i>E. faecalis</i> (b) ZnO' ya karşı <i>K. pneumoniae</i> ' ye karşı antibakteriyel etkisi.....	49

TABLolar DİZİNİ

Tablo	Sayfa
No	No
2.1: Proseslerin avantajları ve dezavantajları	16
2.2: Solüsyon hazırlamada en sık kullanılan bileşenler	24
2.3: Çözeltide yanma ile hazırlanan bazı oksitler	25
4.1: Çinko ve bakır oksit konsantrasyonunun antibakteriyel etkisi	48

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

Ar	: Argon
Al ₂ O ₃	: Alüminyum Oksit
Ba	: Baryum
C	: Işık hızı
CO	: Karbonmonoksit
CH ₄	: Metan
CuO	: Bakır Oksit
Cu	: Bakır
Cu(NO ₃) ₂	: Bakır (II) Nitrat
D	: Ortalama Kristalit Büyüklüğü
Eg	: Yasak Enerji Bant Aralığı
eV	: Valans Bandı Enerjisi
E	: Bant Aralığı Enerjisi
GPa	: Gigapascal
g	: Gram
He	: Helyum
H ₂	: Hidrojen
IR	: Kızılötesi
K	: Kelvin
K	: Kristal Biçimine Bağlı Bir Sabit
kg	: Kilogram
Mo	: Molibten
MoO _x	: Molibten (x) Oksit
meV	: Milyon Elektronvolt
mL	: Mililitre
nm	: Nanometre
N ₂	: Azot
O	: Oksijen
Pb	: Kurşun
PbTiO ₃	: Kurşun Titanat
pH	: Asitlik Derecesi

s	: Saniye
Ti	: Titanyum
Ta	: Tantal
TiO ₂	: Titanyumdioksit
VO _x	: Vanadyum (x) Oksit
ZnO	: Çinko Oksit
Zn	: Çinko
Zn(NO ₃) ₂ .6H ₂ O	: Çinko (II) Nitrat
W	: Tungsten
°C	: Derece Santigrad
2θ	: Bragg' ın Açısı
β	: Tepenin Yarık Doruk Genişliği
Å	: Angstrom
Φe	: Oksitleyici / Yakıt oranı

KISALTMALAR

AGY	: Asal Gaz Yoğunlaştırma Yöntemi
CVC	: Kimyasal Buhar Yoğunlaşması
CFU	: Koloni Oluşturan Birim
CFAI	: Escherichia Coli
ÇYS	: Çözelti Yanma Sentezi
DNA	: Deoksiribo Nükleik Asit
EDS	: Enerji Dağılım Spektroskopisi
IBM	: International Business Machines; Uluslar Arası İş Makineleri
MIC	: Minimum İnhibitör Konsantrasyon
MBC	: Minimum Bakterisidal / Bakteriyostatik Konsantrasyon
NNI	: National Nanotechnology Initiative
SHS	: Kendiliğinden Yayılan Yüksek Sıcaklık Sentezi
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
UV	: Morötesi (Ultraviolet)
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
XRD	: X Işını Difraktometresi
yy	: Yüzyıl

BÖLÜM 1

GİRİŞ

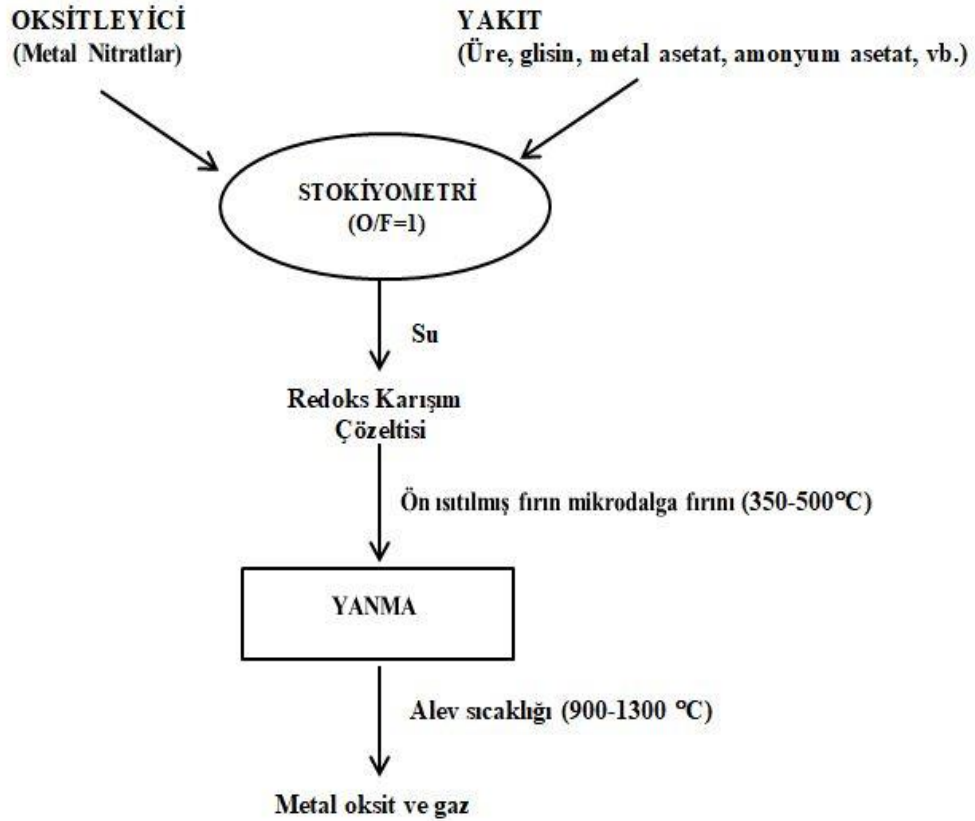
1.1 Giriş

Nanoboyutlu malzemeler üzerine yapılan çalışmalar son yıllarda önemli bir ivme kazanarak farklı teknolojik alanlarda uygulanabilir özellik kazanmaktadır. Nanoboyuttaki malzemeler nanokristaller, nanopartiküller, nanotüpler, nanoteller, nanoçubuklar veya nano ince filmler gibi farklı sınıflara ayrılmaktadır (Gürmen vd., 2008). Nanopartiküller için kullanılan temel özellikleri küçük partikül büyüklüğü, dar boyut dağılımı, düşük aglomerasyon ve yüksek dağılım özellikleri oluşturmaktadır (Widiarti vd., 2017). Nanopartiküller, iyi stabiliteleri, yüksek kırılma indisine sahip olmaları, hidrofiliği, UV emiciliği, toksik olmaması ve görünür ışık için mükemmel şeffaflığı nedeniyle bilimsel olarak özel bir yere sahiptir (Etefagh vd., 2017).

Nanopartikül sentezi ile üretilen bu yapılar sergiledikleri üstün özellikleri sebebiyle yüksek aktiviteli katalizörler, optik uygulamalar için özel teknolojik malzemeler ile birlikte süper iletkenler, aşınmaya karşı katkılar, yüzey aktif maddeler, ilaç taşıyıcılar ve özel teşhis aletleri gibi birçok teknolojik ürünlerin hazırlanmasına imkan sağlamaktadır. Aynı zamanda, malzemelerin nanoboyut seviyesinde kontrolü nanotaşıyıcılar, sensörler, nanomakineler ve yüksek yoğunluklu veri depolama hücreleri gibi kendine özgü işlevselliğe sahip minyatürleştirilmiş aygıtların gerçekleştirilmesine de izin vermektedir. Nanopartiküllerin üretilmesiyle nanoyapılı malzemelerin ve ilişkili cihazların tasarlanması, üretimi ve işlevsel olarak kullanımını kapsayan nanoteknoloji alanında birçok gelişme sağlanmaktadır. Nanopartiküller geniş bir kimyasal aralık ve morfolojide üretilebilme imkanına sahiptir (Gürmen vd., 2008).

Önemli nanopartiküller arasında ZnO ve CuO nanopartikülleri yer almaktadır. ZnO ve CuO nanopartiküller diğer nanopartikül malzemelerle karşılaştırıldığında, düşük maliyete sahip olmaları, yüksek sıcaklıkta çalışabilmeleri ve bünyelerinde toksik içeriği bulundurmamaları sebebiyle birçok araştırmada yaygın kullanıma sahiptir. Bu nedenle, nanokristalin boyuttaki ZnO ve CuO nanopartiküllerin sentezlenmesine yönelik çalışmalarla ilgi her geçen gün artış görülmektedir (Duman ve Özkal, 2019).

Nanoboyuttaki ZnO ve CuO partikülleri termal ayrışma, termoliz, kimyasal buhar biriktirme, sol-jel, sprej pirolizi, çökeltme buharı faz oksidasyonu, termal buhar taşınması, yoğunlaştırma ve hidrotermal gibi farklı fiziksel veya kimyasal yöntemlerle üretilebilmektedir. Bu nanopartikül hazırlama yöntemleri karmaşık prosedürler, sofistike ekipmanlar ve zorlu deneysel koşulları bulundurmaktadır. Bu yüzden ekonomik olarak uygulanabilir sentez tekniklerine büyük talep olduğundan yanma sentezi nanokristallerin hazırlanması için umut verici bir teknik olarak ortaya çıkmıştır (Reddy vd., 2011). Yanma sentezi kendiliğinden ilerleyen bir yüksek sıcaklık sentezi olup, seramik, intermetalik, kompozit ve fonksiyonel malzemelerin üretiminde kullanılmaktadır. Yanma sentezi türlerinden biri olan çözelti ortamında yanma sentezi, birçok nano boyutlu malzemenin üretimine olanak veren kolay, basit ve hızlı bir yöntemdir. Bu yöntemle katalizörler, yakıt pilleri ve biyoteknoloji gibi birçok ileri uygulama için malzeme sentezi yapılabilmektedir. Çözelti ortamında yanma sentezinde oksitleyici olarak metal nitratlar ile yakıt olarak üre, glisin vb. malzemeler homojen olarak karıştırılmaktadır. Daha sonra, tepkimeyi tetiklemek için çözelti karışımının nispeten belli bir sıcaklığa ısıtılmasıyla çok yüksek sıcaklıklarda yanma reaksiyonu gerçekleşerek metal oksit tozları üretilmektedir (Sönmez, 2019).



Şekil 1.1 Çözelti yanma senteziyle metal oksit üretiminin akım şeması (Sönmez, 2019).

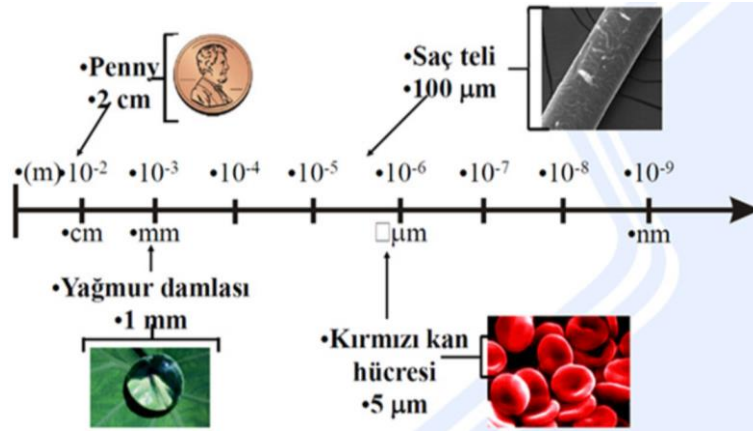
Şekil 1,1' de yanma sentezi ile bir metal oksit üretiminin genel akım şeması verilmektedir (Sönmez, 2019). Bu çalışmada, CuO ve ZnO nanopartiküllerin etkili yanma yöntemiyle üretimleri sağlanarak, ayrıntılı mikroyapısal karakterizasyonları ve faz analizleri gerçekleştirilmiştir. Ayrıca optik özellikleri ve antibakteriyel özellikleri incelenerek, değerlendirilmiştir.

BÖLÜM 2

LİTERATÜR ÖZETİ

2.1 Nanoteknoloji

Yunancada nanos, Latince nanus kelimelerinden türetilen nano cüce veya küçük yaşlı adam anlamına gelmektedir (Özkan Vardar vd., 2018). Bilimsel bir ölçü birimi olarak kullanılan nano herhangi bir fiziksel büyüklüğün milyarda biridir ve 1 nanometre metrenin milyarda birine eşittir (Çağlar, 2017). Nanometrenin büyüklüğünün ne olduğunu iyi bildiğimiz diğer büyüklerle kıyaslayarak açıklayabiliriz; nanometrenin metrenin büyüklüğüne oranı yaklaşık olarak golf topunun dünyanın büyüklüğüne oranıyla aynıdır. DNA çift sarmalı yaklaşık olarak 2 nm genişliğindedir. İnsan saç telinin genişliği ise 50.000 nm' dir (Allhoff vd., 2017). Şekil 2.1' de nanometre boyut ölçeği ilgili örnek verilmektedir (URL-1, 2019).



Şekil 2.1: Boyut ölçeği ile ilgili örnekler (URL-1, 2019).

Nanoteknoloji, 1 ile 100 nm aralığındaki malzemelerin şeklini ve boyutlarını kontrol ederek, dizaynını, karakterizasyonu ve üretimini yaparak farklı alanlarda kullanılabilir üstün özelliklerin kazanılmasını amaçlamaktadır (Ramsden, 2011). Ulusal nanoteknoloji girişimi (National Nanotechnology Initiative: NNI) nanoteknolojiyi şu şekilde tanımlamaktadır: “Nanoteknoloji, eşsiz olguların yeni uygulamalara olanak tanıdığı ve maddenin kabaca 1 ile 100 nm boyutlarındayken anlaşılıp kontrol edildiği teknolojidir” (Allhoff vd., 2017).

Yukarıda “Nanoteknoloji” tanımını belirleyen 3 koşul bulunmaktadır. Bunlar aşağıda belirtildiği gibidir (Baykara, 2016);

- Nanoboyuttaki malzemelerin üretimi için geliştirilen yöntemlerle farklı ve üstün özellikte yapıların oluşmasını sağlayan uygulamaların olması gerekir.
- Atomik veya moleküler düzeylerde bir kontrol söz konusu olmalıdır.
- Bir alanın veya bir konunun nanoteknoloji olması için, araştırma-geliştirme ve diğer tüm çalışmaların 1-100 nanometre boyutlarında yapılması gerekir.

Nanoteknolojiyi diğer teknolojilerden ayıran ve ön plana çıkartan en önemli özellik “atomik düzeyde hassasiyettir”. Moleküler veya atomik seviyede tasarlanmış uygulamaların mükemmel yakın “kusursuzluk” olmasından dolayı nanoteknolojide büyük bir beklenti oluşmuştur. Atom ve moleküllerden başlayarak oluşturduğumuz nanoyapıların, fiziği bilinen klasik fizik kuramının yerine kuantum mekaniği geçerli olmuştur (Baykara, 2016).

Nanoteknoloji ile üretilen nanomalzemeleri diğer malzemelerden farklı kılan iki özellik bulunmaktadır. Bu özellikler, artırılmış yüzey alanı ve kuantum mekaniğidir. Malzemelerin boyutu nano ölçeğe yaklaştıkça yüzeydeki atom sayısı oranı artmakta ve makro boyuttaki malzemelere göre daha yüksek yüzey alanı/hacim oranı bulunmaktadır (Telçeken ve Bükülmez, 2016). Artırılmış yüzey alanı sayesinde maddenin bazı özellikleri değiştirilmekte ve yeni özellikler kazanmaktadır. Örnek olarak şunları verebiliriz (Şahan, 2011):

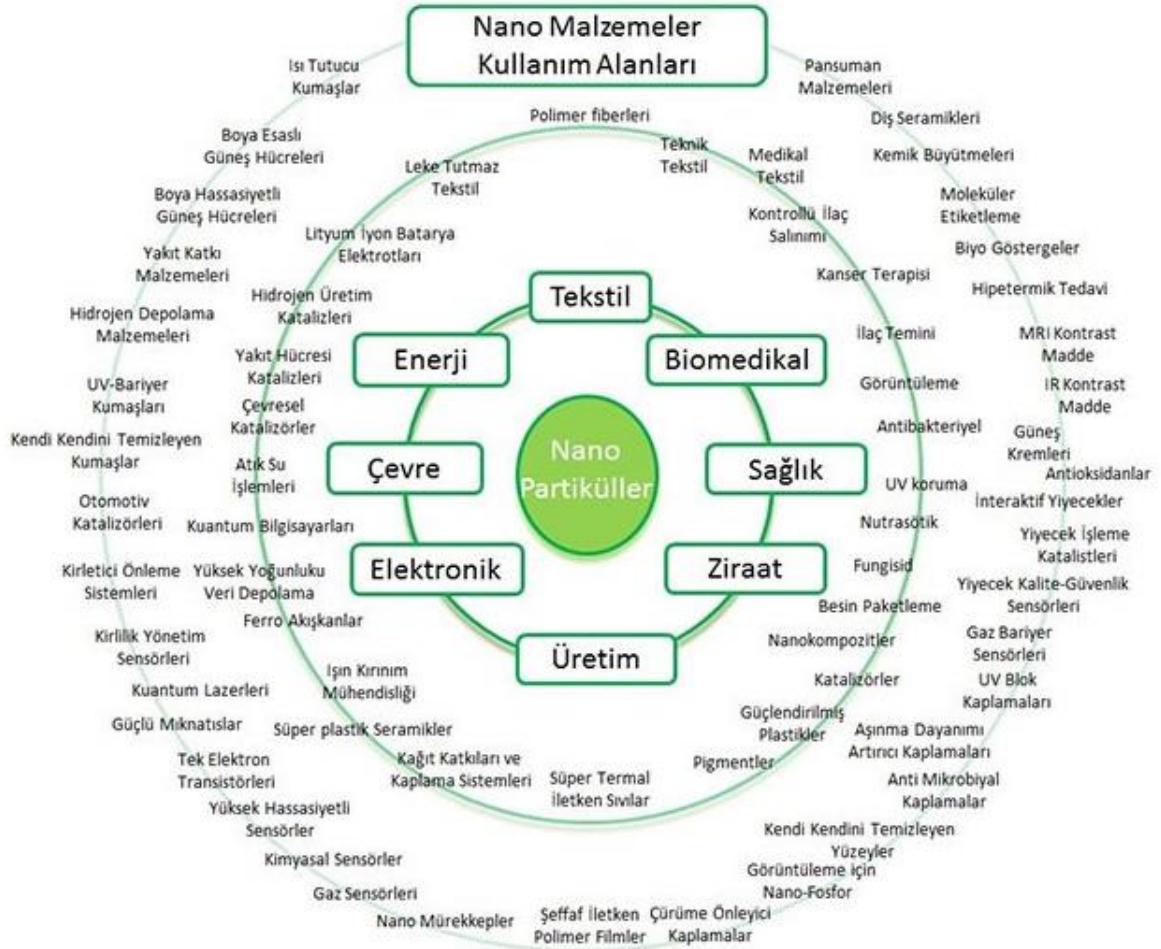
- Artan yüzey/hacim oranından dolayı nanomalzemelerde magnetik özellik değişmektedir. Değişen bu özellik bilgi depolama sistemlerinde fayda sağlamaktadır (Şahan, 2011).
- Artan yüzey alanı, nanomalzemelerin katalitik özellikte olmasını sağlamaktadır (Şahan, 2011).

Boyutlar makro ölçek seviyelerden nano ölçek seviyelere getirildiğinde fiziksel özellikler kuantum mekaniğinin etkisi altında olur. Böylece elektron durumlarının fazı ve enerji spektrumunun kesikli yapısı daha belirgin bir hale gelir. Nano boyuttadaki malzemelerde

gözlenen kuantum mekaniğinde, optik, elektriksel, elektronik, mekanik, kimyasal, biyolojik, reolojik, yapısal veya manyetik özelliklerin değiştiği görülmüştür (Ostiguy ve Soucy, 2010; URL-2, 2019).

2.1.1 Nanoteknoloji Uygulama Alanları

Nanoteknoloji ile üretilen nanometaryellerin üstün özellikleri olması sebebiyle birçok uygulama alanında kullanılmaktadır. Bu uygulama alanları; bilişim ve iletişim, elektronik, biyoteknoloji, tıp, savunma, tekstil, makine, inşaat sanayileri vb'dir (Özdoğan vd., 2016). Şekil 2.2' de nanoteknoloji kullanılarak üretilen malzemelerin kullanım alanları verilmektedir (URL-3, 2019).



Şekil 2.2: Nanoteknolojinin kullanım alanları (URL-3, 2019).

2.1.1.1 Bilgisayar ve Elektronik Alanındaki Uygulamaları

Nanoteknoloji, bilgisayar ve elektronik alandaki gelişmelere büyük ölçüde katkı sağlamıştır (URL-4, 2019).

- Transistörler nanoteknoloji ile çok daha küçük boyutlara getirilmiştir. 20 yy. üretilen transistörlerin boyutu 130 ile 250 nanometreyken günümüzde üretilen transistörlerin boyutu 1 nm' ye kadar küçültülmüştür. Bilgisayar belleğinin tamamını tek bir küçük çipte depolanabilecek daha küçük, daha hızlı ve daha iyi transistörler üretilmektedir (URL-4, 2019).
- Kuantum noktaları yöntemi ile daha fazla enerji tasarrufu sağlayan ultra yüksek çözünürlükte ekranlar ve televizyonlar üretilmektedir (URL-4, 2019).
- Montaj işleminde elektronik parçaları birleştirmek için kullanılan kurşun bazlı lehimler yerine çok daha güvenilir ve daha ucuz nanopartikül süspansiyonları kullanılmaktadır (URL-4, 2019).

2.1.1.2 Medikal ve Sağlık Alanındaki Uygulamaları

Nanoteknoloji tıpta, hastalığın önlenmesi, teşhisi ve tedavisi için kesin çözümler üretmek amacıyla kullanılmaktadır (URL-4, 2019).

- Nanoteknoloji ile üretilen görüntüleme ve tanılama araçları, erken tanı, kişiye özel tedavi seçenekleriyle başarı oranı yüksek tedavilerin kullanılmasına olanak verir (URL-4, 2019).
- Nanoteknoloji kanser hastalarının tedavisinde sağlıklı dokuya zarar vermeden doğrudan kanser hücrelerine kullanılacak nanopartikül kapsüllerin veya ilaçların üretilmesiyle alakalı çalışmalar yapılarak kemoterapinin toksik etkilerini önemli ölçüde azaltmayı amaçlamışlardır (URL-4, 2019).

2.1.1.3 Enerji Alanındaki Uygulamaları

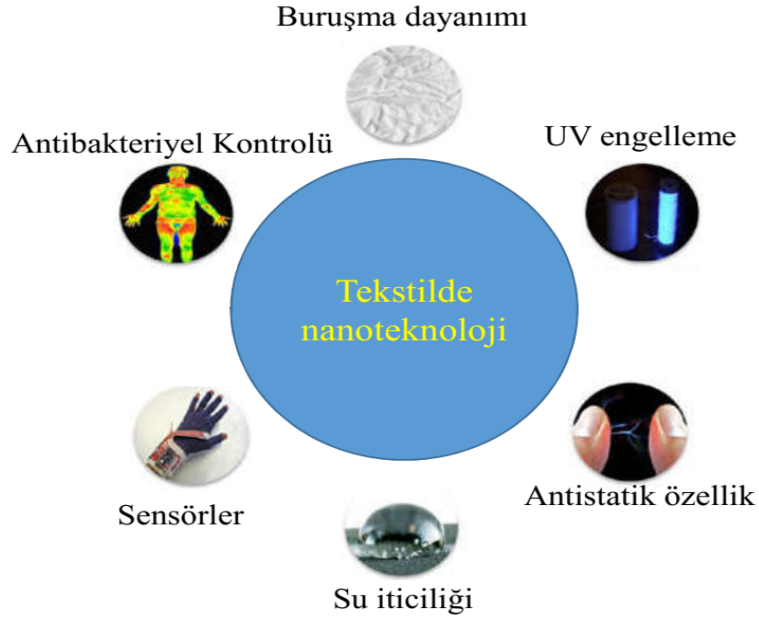
Nanoteknoloji, artan enerji taleplerini karşılamak için büyük ölçüde sağladığı alternatif enerji seçenekleriyle enerji tüketimini ve çevre üzerindeki zararlı etkileri azaltmak için temiz, uygun fiyatlı ve yenilenebilir enerji kaynakları geliştirmeyi amaçlamışlardır. Bu amaçlar doğrultusunda sağladığı avantajlar şunlardır (URL-4, 2019):

- Daha hızlı, verimli, hafif ve yüksek güç yoğunluğuna sahip çeşitli piller geliştirilmektedir (URL-4, 2019).
- Yel değirmeninin bıçaklarında karbon nanotüpleri içeren bir epoksi kullanılarak diğer bıçaklara göre daha uzun, daha güçlü ve daha hafif özellikler sağlanarak, yel değirmenlerinin üretmesi gereken elektrik miktarı artırılır (URL-4, 2019).
- Yakıt hücrelerinde kullanılan katalizörlerin maliyeti azaltmak amacıyla nanoteknolojiden yararlanılmaktadır. Katalizörler metanol gibi yakıttan hidrojen iyonları üretir ve hidrojen iyonlarını diğer gazlardan ayırmak için yakıt hücrelerinde kullanılan membranların verimliliğini artırmak amacıyla kullanılmaktadır (URL-5, 2019).
- Yapılan çalışmalarda güneş ışığından buhar üretilebilmektedir. Nanoparçacıklara yoğunlaşan güneş ışığının yüksek enerji verimliliğine sahip buhar üretebileceği kanıtlanmıştır. “Güneş buhar cihazı”, suyun arındırılması veya dişçilik aletlerinin dezenfekte edilmesi gibi uygulamalarda kullanılmak amacıyla tasarlanmıştır (URL-5, 2019).
- Nanoteknoloji kullanılarak üretilen güneş pilleri diğer güneş pillerine göre daha düşük maliyetlidir (URL-5, 2019).

2.1.1.4 Tekstil Alanındaki Uygulamaları

Nanoteknoloji ile tekstil ürünlerinin performanslarını artırmak, geliştirmek ve farklı fonksiyonlara sahip nanoboyutlarda yeni tekstil malzemeleri üretmek mümkündür. Mukavemet, hava geçirgenliği, düşük kimyasal kullanımı ve düşük enerji maliyetleri nanoteknolojinin tekstil de kullanılmasının sebeplerindedir (Celep ve Koç, 2008). Nanoteknoloji sayesinde UV ışınlarını engelleyen, antimikrobiyal, antistatik, alev

geciktirici, su ve yağ itici, kırıxıklığa dayanıklı ve kendi kendini temizleme özelliklere sahip tekstil ürünler geliştirilmektedir. Şekil 2.3' de nanoteknolojinin tekstil alanındaki uygulamaları verilmektedir (URL-6, 2019).



Şekil 2.3: Tekstil alanında nanoteknolojinin uygulamaları (URL-6, 2019).

2.1.1.5 Savunma Alanındaki Uygulamaları

Nanoteknoloji, askeri ekipmanların işlevselliğini azaltmadan teçhizat ağırlığını büyük ölçüde azaltmayı amaçlar. Üretilen askeri cihaz daha küçük ve hafif olduğundan askerlerin hareketlerinin kısıtlanmadan daha korunaklı olmaları sağlanır. Nanoteknolojinin askeri alanda kullanımı, savaş alanına hızla intikal edebilecek ve öngörülemez koşullarda kimseye gereksinim duyulmadan başa çıkabilecek askeri birlikler oluşturmayı amaçlamaktadır. Nanoteknolojinin askeri alanda sağladığı diğer avantajlar şunlardır (Czerwińska, 2014):

- İletişim, navigasyon veya elektronik cihazlarda karbon nanotüplerin kullanılmasıyla çok daha küçük ve hafif olmaları sağlanmıştır (Czerwińska, 2014).
- Mikropları izole eden antibakteriyel kumaşlar, optik algılama için kızılötesi algılama sistemleri, kimyasal toksin deaktivasyon için nanoparçacık düzenekleri kullanılarak yapılan kaplamalar ve kimyasal savaş ajanlarının

tespiti için flüoresan algılama teknolojileri yapılmaktadır. Bu sayede biyoloji ve kimyasal tehditler tespit edilerek önlenmesi sağlanmaktadır. (Altmann, 2004).

- Karbon nanotüp' den imal edilmiş vücut zırhları çelikten 117 kat daha güçlüdür ve bu vücut zırhlarının kurşun geçirmez özelliği bulunmaktadır. Kurşun geçirmez yelekler, dokuma veya üst üste konmuş polimerik liflerden üretilerek çok daha sağlam ve dayanıklı olması sağlanmıştır. Çarpan merminin etkisiyle kumaş malzemesi, elyafı gererek enerjii emer ve bu sayede sert elyaf yükün malzeme boyunca geniş bir alana dağılmasını sağlamaktadır (URL-7, 2019).

2.1.2 Nanoteknolojinin Tarihsel Gelişimi

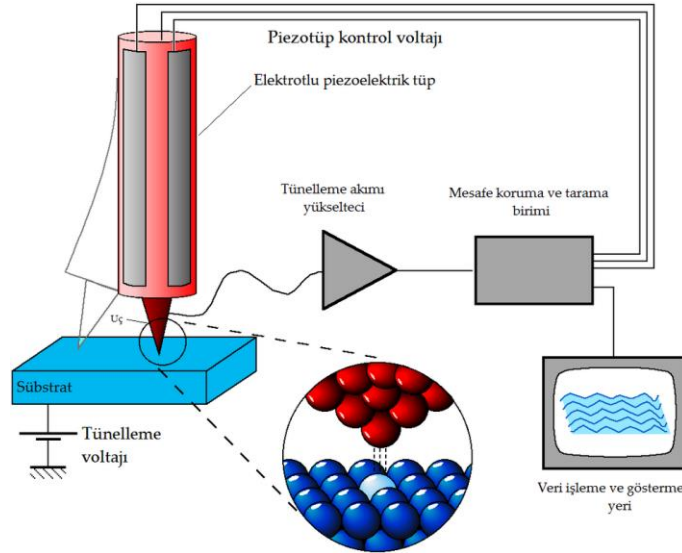
“Nanometre” kavramı, ilk olarak 1925 yılında Nobel Ödüllü Richard Zsigmondy tarafından kimya alanında sunulmuştur. Partikül büyüklüğünü ayırt etmek için nanometre terimini kullanmıştır ve altın kolloidleri gibi parçacıkların boyutunu mikroskop kullanarak ölçen ilk kişi olmuştur (Hulla vd., 2015).

Modern nanoteknoloji, fizik alanındaki 1965 yılında Nobel Ödüllü Amerikalı fizikçi Richard Feynman, 29 Aralık 1959' da Amerikan Fiziksel Toplum toplantısında “Dipte Bol Oda Var” dersini vermiştir (Sharon, 2019). Feynman, nanoteknolojiden hiç bahsetmemiş olmasına rağmen, atomları ve molekülleri kesin olarak yönlendirilmesinin mümkün olacağını belirtmiştir (Fanfair vd., 2007). Bu yeni fikir Feynman' ın hipotezlerinin o zamandan beri gerçekliğini kanıtlamıştır. Bu sebeplerden dolayı modern nanoteknolojinin babası olarak kabul edilmiştir (Hulla vd., 2015).

1974 yılında Tokyo Bilim Üniversitesi' de profesör olan Norio Taniguchi “Nanoteknoloji” terimini kullanmıştır ve şöyle tanımlamıştır: “Nanoteknoloji, esas olarak, malzemelerin bir atom veya bir molekül tarafından ayrılması, birleştirilmesi ve deformasyonunun işlenmesinden oluşur” (Nimesh, 2013). Taniguchi, çok yüksek hassasiyet ve aşırı ince boyutlar elde etmek için nanoteknolojinin uygun üretim teknolojisi olduğunu, yani 1 nm (nanometre) uzunluğundaki hassasiyetin ve inceliğinin elde edilebileceğini makalesinde bahsetmiştir. Ayrıca, malzemelerin mikroskopik davranışına dayanarak, malzeme işlemede

“nanoteknoloji” kavramı tartışılmıştır (URL-8, 2019).

Mühendis Eric Drexler, moleküler nanoteknoloji fikrini ayrıntılı bir şekilde araştırarak ilerlemesini sağlayan kişidir ve “nanoteknolojinin kurucu babası” olarak düşünülmektedir. “Motorların Yaratılışı: Nanoteknolojinin Yaklaşan Çağı” adlı kitabını 1986 yılında yayınlamıştır. Drexler, 1991 yılında MIT doktora tezini moleküler nanoteknoloji, Nanosistemler: Moleküler Makine, İmalat ve Hesaplama alanında savunmuştur. Drexler, moleküler nanoteknoloji alanını kurmuştur ve bilim insanlarına, nanoteknoloji üretim yöntemlerinin daha fazla gelişmesi için bağları ve molekülleri bulmaları konusunda ilham kaynağı olmuştur. Bu, fizikçilerin ve mühendislerin sistemleri makro seviyelerden, moleküler seviyeye indirmelerine yardımcı olmuştur (Bhagyaraj ve Oluwafemi, 2018).



Şekil 2.4: Atomik kuvvet mikroskobunun şematik gösterimi (URL-9, 2019).

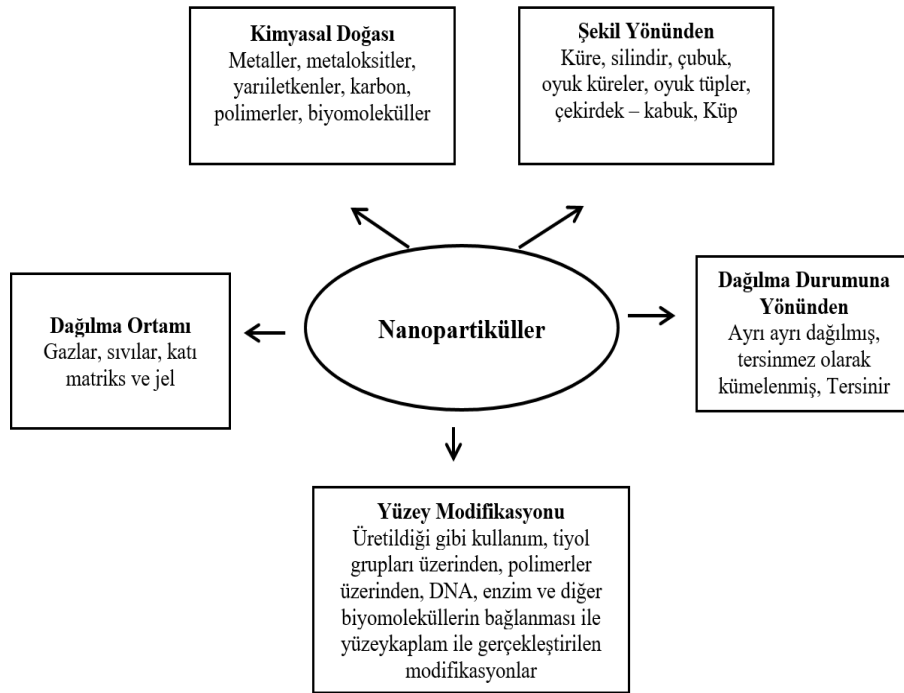
1980’ lerde IBM Zürih bilim adamları tarafından atomik kuvvet mikroskobu üretilmiştir. Atomik kuvvet mikroskobunun şematik gösterimi Şekil 2.4’ de gösterilmiştir. Atomik kuvvet mikroskobu, bilim adamlarının benzeri görülmemiş bir atom seviyesinde çalışmalarını sağlamıştır. Bu çalışmalar nano ölçekli materyallerin yapıları ve özellikleri hakkında fikir sağlamıştır (URL-10, 2019).

Teksa’s ta ki Rice Üniversitesi’ nde fizik, kimya buckytubes astronomi profesörü olarak görev yapan Richard Smalley 1996 yılında bukminster fulleren keşfi ile Nobel Ödülü almıştır. Smalley, Rice Üniversite’sinde karbon C60, C70, vb. gibi fullerenlerin üzerinde

çeşitli çalışmalar yapmıştır. Uzun fullerenler üzerine yaptığı araştırma, naylon, polipropilen ve Kevlar’ dan sonra yeni yüksek teknoloji ürünü olan polimer buckytubesi popülerleştirdi. O zamanlarda bilinen iletken polimerlerle kıyaslandığında, buckytubes daha iletkendir ve elektronların aktığı her teknolojide uygulama bulmuştur (Bhagyaraj ve Oluwafemi, 2018).

2.1.3 Nanopartiküler

“Nanopartikül” terimi, boyutları 1 ile 100 nm arasında, en az bir boyutlu partikül olarak tanımlanmaktadır. Nanopartiküller, en yaygın olarak metaller, metal oksitler, silikatlar, oksit olmayan seramikler, polimerler, organikler, karbon ve biyomoleküller olan farklı kimyasal özellikteki malzemelerden üretilebilir. Ayrıca küre, silindir, tüp gibi çeşitli morfolojide bulunurlar. Nanoparçacıkların önemli aktif bilim alanı haline gelmesinin sebepleri: farklı kimyasal çeşitliliği, partiküllerin bulunduğu ortam, partiküllerin dağılım durumu, şekilleri ve morfolojileri, yüzey modifikasyonundan dolayı çeşitliliği olarak sıralanabilir. Şekil 2.5’ de Nanopartiküllerin çeşitliliği ve sahip olabileceği özellikler verilmiştir. (Nagarajan, 2008).



Şekil 2.5: Nanopartiküllerin çeşitliliği ve sahip olabileceği özellikler (Nagarajan, 2008).

Nanopartiküller üretim teknolojilerinin gelişme göstermesinde ve yeni sentez yöntemlerinin ortaya çıkarılmasında önemli bir rol oynamaktadır. Üstün özellik ve niteliklerinin farklı bilimsel ve endüstriyel uygulamalarda kullanılabilir olması ile bu alandaki gelişmeler son derece hızlı bir şekilde artış göstermiştir. Nanopartiküllerin sahip oldukları yüksek yüzey alanları ve buna bağlı olarak artan reaktiviteleri, optik özelliklerinin ayarlanabilir olması, diğer nitelikleriyle başta elektronik olmak üzere biyotıp, biyomedikal, ilaç-eczacılık, malzeme bilimleri gibi uygulama alanlarında önemli gelişmeler göstermiştir (Baykara, 2016).

2.1.3.1 Nanopartiküllerin Özellikleri

Nano boyuttaki malzemeler, makro boyuttaki malzemelere göre çok farklı özelliklere sahiptir. Erime noktası ve dielektrik sabiti gibi özellikler spesifik özellikler olarak kabul edilsede parçacıklar nano boyutlara ulaştığında bu özellikler değişebilir. Parçacık boyutunun değişimi temel özelliklerin değişmesine sebep olur. Bu durum “boyut etkisi”olarak adlandırılır. Nanopartiküllerin morfolojik, yapısal, termal, elektromanyetik, optik ve mekanik özellikleri bulunmaktadır (Loos, 2015).

Morfolojik ve yapısal özellikler; Nanopartiküllerin yüksek özgül yüzey alanı reaktivitelerini ve çözünürlüklerini etkilemektedir. Bir kez sıkıştırılmış sinterleme işlemlerinde, tanecikler ısı işlem görmüş olurlar ve nanoparçacıklar arasındaki ısı ve kütle transferi, son ürünün iç ve yüzey özelliklerinin belirlenmesinde önemli katkı sağlamaktadır. Bazı durumlarda, parçacıklar nanoboyutlara getirildiğinde kristal yapıda değişebilmektedir (Loos, 2015).

Termal özellikleri; Parçacıkların büyüklüğü nanoboyutlara getirildiğinde termal özellikler değişmektedir. Yüzeydeki atomlar etkilenir ve nanopartiküllerin erime noktası, aynı malzemelere göre büyük oranda azalır. Çünkü nano ölçekte atomların hareket etme eğilimleri düşük sıcaklıklarda ortaya çıkmaktadır (Loos, 2015).

Elektromanyetik özellikleri; Nanopartiküller, bazı elektronik cihazların üretiminde kullanılmaktadır. Nanopartiküllerin elektriksel özellikleri ve partikül büyüklüğü, ürün performansının artırılmasında önemli bir rol oynar. Küçük ve ince elektronik cihazları

geliştirmek için yüksek dielektrik sabiti olan malzemelere gereksinim vardır. Örneğin $PbTiO_3$ partikülleri yaklaşık 20 nm' den daha küçük boyutlara getirilerek XRD analizi yapılmıştır. Bu analiz sonucuna göre dielektrik sabitinin artma eğiliminde olduğu tespit edilmiştir. Ferroelektrik özelliği (kritik boyut) korumak için malzemelerin türüne ve bileşimine bağlı olarak partikül büyüklüğü değişmektedir. Araştırmalara göre $PbTiO_3$ 7 nm' den, Ba-Pb-Ti bileşikler ise 317 nm' ye kadar değişen boyutlara sahip olabilmektedir. Ferroelektrik malzemelerden $PbTiO_3$ ' ün partikül büyüklüğü 20-30 nm altına düşürüldüğünde paramanyetik özellik gösterdiği görülmüştür (Yokoyama, 2018).

Optik özellikleri; Nanopartiküller, genellikle metallerin ortak elektron katmanının kalınlığını sınırlayacak kadar küçük oldukları için kuantum etkisi yaratır. Bu sebeple farklı optik özelliklere sahiptirler. Örneğin; altın sarı renkte olmasına rağmen, altın nanoparçacıkları kırmızı renktedir (Strambeanu vd., 2014). Partiküllerin boyutu nano ölçüğe getirildiğinde ışığın absorpsiyonu, büyük ölçekteki malzemeye göre farklı bir dalga boyunda başladığı görülür. Ayrıca nanopartiküllerin ışık absorpsiyonu, partiküllerin çapına ve malzemenin türüne göre farklılık göstermektedir. Örnek olarak, 15 nm çapında altın parçacıklarının maksimum ışık absorpsiyon dalga boyu 525 nm' dir. 45 nm çapındaki parçacıklarda ise bu değer 575 nm olarak değişmektedir. Ayrıca, nanopartiküller görünür ışığın dalga boyundan daha küçük olduğundan, üzerlerine saçılan ışık ihmal edilebilir (Loos, 2015).

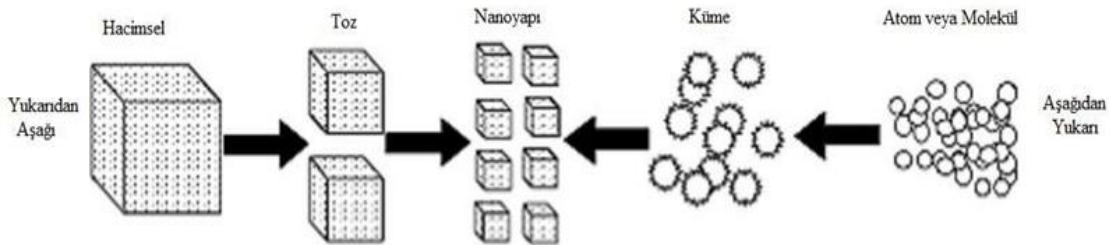
Mekanik özellikleri; Kristal yapıdaki malzemelerin mekanik mukavemetinin yüksek olması kristallerin boyutuna bağlıdır. Çünkü kristallerin boyutu azaldıkça malzemenin sertliği artar. Seramik ve metalik malzemeler, nano boyutta olduklarında bu özelliği gösterirler. Ayrıca seramik malzemelerde kristallerin boyutları birkaç yüz nanometreden az olduğunda, süper plastik davranışı erime noktasının % 50' sinden yüksek bir sıcaklıkta birkaç bin kat uzadığı görülmektedir. Seramik malzemelerinde metaller gibi işlenmesine olanak sağlamaktadır (Loos, 2015; Yokoyama, 2018).

2.1.4 Nanopartiküllerin Sentezi

Nanopartikül üretim yöntemi iki şekilde sınıflandırılmaktadır (Saribel, 2017).

- Aşağıdan-yukarıya (bottom-up)
- Yukarıdan-aşağıya (top-down)

Aşağıdan-yukarıya (bottom-up) sentez yönteminde en küçük yapı taşları olan atomlardan, moleküllerden başlayarak “atom-atom üstüne” veya “molekül-molekül üstüne” koyularak oluşturulan kümeler sonrasında nanopartiküller elde edilmektedir. “Aşağıdan-yukarıya” yaklaşımlarda kimyasal prosesler uygulanır. İstenilen özellik saptanarak nanopartiküllerin eldesi ve kimyasal bileşimi için uygun prosesler seçilir. Aşağıdan-yukarıya dayalı proseslerde molekül veya atom kendikendine düzenlenmeye dayalı fizikokimyasal kurallar geçerlidir. Bu yaklaşım ile çok iyi kontrol edilmiş boyut, morfoloji ve boyut dağılımına sahip nanopartiküller oluşturulabilir. Yukarıdan-aşağıya (top-down) sentez yönteminde ise büyük boyutlardan başlayarak, istenilen özellik ve fonksiyonlarla oluşturulan yapılarıdır. Burada, temel ilke “bütünden başlamaktır”. Bütün bir yapıdan aşama aşama nanopartiküllerin oluşturulması sağlanır. Yukarıdan-aşağıya yöntemlerde, kütleli hammadde, malzeme blokları ve külçelerden başlayarak öğütme, inceltme ve toz haline getirilerek nanopartikül elde edilir. Yukarıdan-aşağıya yaklaşım mekanik-fiziksel parçacık anlamına gelir ve mikrosistem ilkelerine dayanır. Bu yaklaşımda farklı öğütme teknikleri kullanılmaktadır. Mikro parçacıklar mekanik olarak parçalanarak inceltir (Baykara, 2016). Şekil 2.6’ da yukarıdan aşağı “Top Down” ve aşağıdan yukarı “Bottom Up” yaklaşımları görülmektedir (Arığ, 2010).



Şekil 2.6: Nanoparçacık sentezlerinin sınıflandırılması (Arığ, 2010).

	Yukarıdan-Aşağıya	Aşağıdan-Yukarıya
Avantaj	<ul style="list-style-type: none"> -Ar-Ge süreci tamamlandığında üretim hattı tamamlanmış oluyor ve maliyet düşüyor. -Üretim ölçeği hayli yüksek 	<ul style="list-style-type: none"> -Ağırlıklı karmaşık “self assembly” süreçleri -Çok daha az ürün hatası
Dezavantaj	<ul style="list-style-type: none"> -Temiz oda koşulu ile zorlu süreçler fiziksel limitler söz konusu -Malzeme hatası mümkün -Yüzey hatası mümkün -Isı salınımı sorunu var -Karmaşık -Makina ve teçhizat maliyeti çok yüksek 	<ul style="list-style-type: none"> -Nanopartikül üretimi son derece zor -Çok entegre süreçler değil

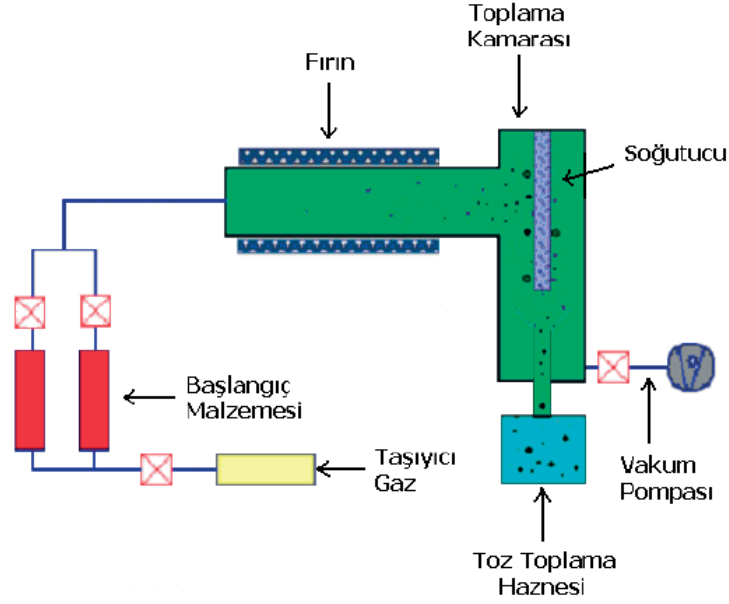
Tablo 2.1: Proseslerin avantajlar ve dezavantajlar (Baykara, 2016).

Tablo 2.1’ de yukarıdan aşağı “Top Down” ve aşağıdan yukarı “Bottom Up” yaklaşımlarının avantajları ve dezavantajları verilmiştir (Baykara, 2016).

2.1.4.1 Kimyasal Buhar Yoğunlaştırma Yöntemi

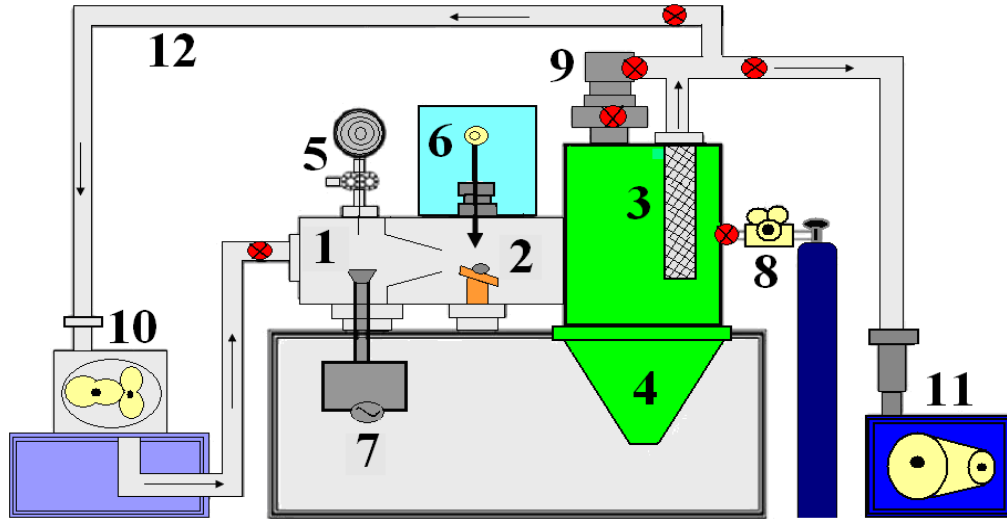
Kimyasal buhar yoğunlaşması (CVC) nanopartiküllerin üretilmesi için kullanılan bir yöntemdir. CVC prensibi gaz fazındaki çekirdeklenmeye dayanmaktadır. CVC yönteminde malzemenin ısıl parçalanması ile nanopartikül üretilir. Bu yöntemde başlangıç malzemesi olarak metalorganikler, karboniller, klorürler ve hidrürler gibi kolaylıkla buhar fazına geçebilen bileşikler kullanılmaktadır. Öncelikle başlangıç malzemesi gaz fazına geçirilerek bölgeye gaz akışı verilir ve reaktör olarak isimlendirilen fırın içine taşınarak ısıl parçalanma sağlanır. Taşıyıcı gaz olarak He, Ar veya N₂ gibi inert gazlar kullanılmaktadır. Bileşiğin redüklenmesi için taşıyıcı gaza H₂O, CO veya CH₄ gibi gazlar eklenebilir. Isıl parçalanma sonucu oluşan nanopartiküller, son toz ürünün kazındığı ve toplandığı, dönen bir sıvı azot soğutmalı substrat üzerinde yoğunlaştırılır (Gürmen ve Ebin, 2008; Karthikeyan ve Karuppuswamy, 2017). Nanopartiküllerin ortalama büyüklükleri, boyut dağılımı, dış şekilleri, iç yapıları ve kimyasal bileşimleri üretim sırasında kontrol

edilmelidir (Choi vd., 2002). Kimyasal buhar çöktürme (CVC) yönteminin şematik biçimde gösterimi Şekil 2.7' de verilmiştir (Gürmen ve Ebin, 2008)



Şekil 2.7: Kimyasal buhar çöktürme (CVC) yönteminin şematik gösterimi (Gürmen ve Ebin, 2008).

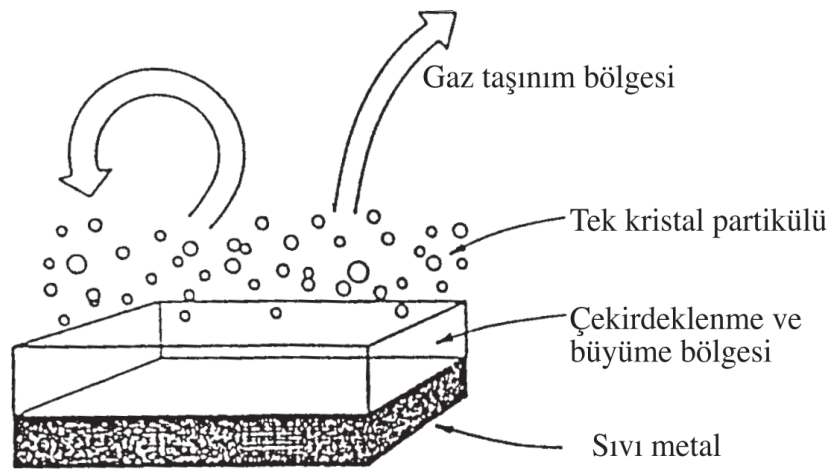
2.1.4.2 Asal Gaz Yoğunlaştırma (AGY) Yöntemi



Şekil 2.8: Asal gaz yönteminin şematik olarak gösterimi; (1) buharlaşma kayıkçığı, (2) lazer ablyasyon hedefi, (3) paslanmaz çelik filtre, (4) partiküllerin toplanması için huni, (5) tel besleme ünitesi, (6) lazer kaynağı, (7) güç kaynağı, (8) asal gaz silindiri, (9) turbu pompa, (10) havalandırma kaynağı, (11) mekanik pompa ve (12) gaz dolaşım hattı (Ceylan vd., 2007).

Asal Gaz Yoğunlaştırma Yöntemi (AGY), 1984 yılında ilk defa Birringger ve arkadaşları tarafından nanopartikül üretimi için kullanılmıştır (Türker, 2001). Nanoyapılı metalleri ve alaşımları sentezlemek için kullanılan ilk tekniktir. Bu teknik, metalik veya inorganik malzemelerin sentezinde öncü olmuştur (Rane vd., 2018).

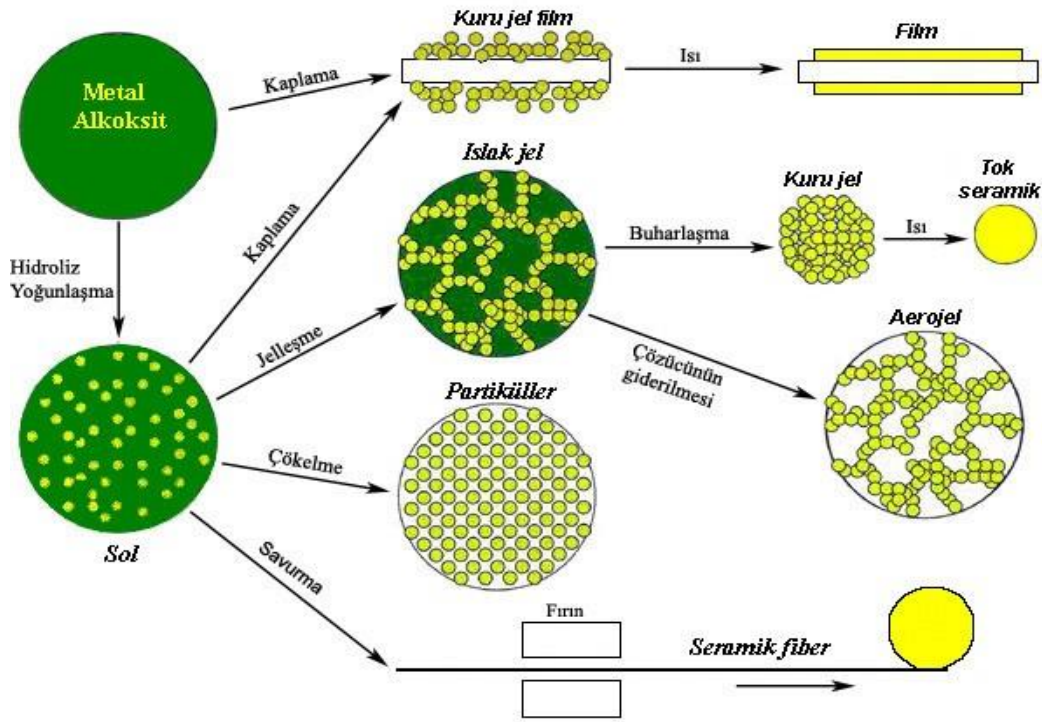
AGY' nin temel parçaları, bir ısıtma elemanı, buharlaşacak metal, toz toplama ekipmanı ve bir pompalama sisteminden oluşan bir vakum odasıdır. AGY' nin şematik biçimde gösterimi Şekil 2.8' de gösterilmektedir. AGY' de başlangıç malzemesi, çok yüksek basınçta helyum veya argon gazı ile doldurulmuş çok yüksek bir vakum odasında ısı, lazer veya elektron demeti gibi herhangi bir enerji kaynağı kullanılarak buharlaştırılmaktadır. Buharlaşma W, Ta veya Mo potalarda gerçekleştirilir. Buharlaşan atomlar gazla çarpışarak kinetik enerjilerini kaybeder ve küçük parçacıklar şeklinde yoğunlaşır. Bu parçacıklar daha sonra Brown pıhtılaşması ve birleşmesi ile büyüyerek sonunda nanokristaller oluşturur (Gürben ve Ebin, 2008; Charitidis vd., 2014; Rane vd., 2018). Gaz fazında homojen çekirdeklenme ile oluşan kümeler, atomların birleşmesiyle büyür. Artan gaz basıncı, buhar basıncı ve inert gaz kütlesi nanopartiküllerin ortalama partikül büyüklüğünü artırır. Şekil 2.9' da partiküllerin büyüme mekanizması verilmektedir (Türker, 2002). Sıvı azotla soğutulmuş dönen bir silindirik alet ile partiküller toplanır. Toplama cihazının yüzeyinde düşük yoğunluklu ve topaklanmamış toz halinde 2-50 nm boyutunda partiküller bulunur. Küme veya partikül büyüklüğü, kalış süresine, gaz basıncına, inert gaz türüne bağlıdır (Rane vd., 2018).



Şekil 2.9: Partiküllerin büyümesi ile ilgili genel kabul görmüş mekanizmanın şematik gösterilişi (Türker, 2002).

2.1.4.3 Sol-Jel Yöntemi

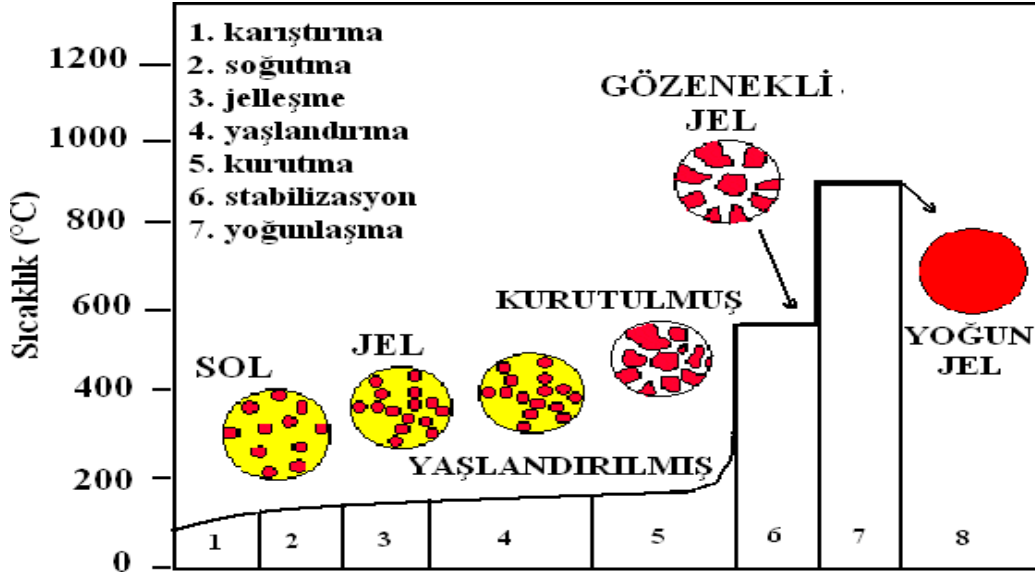
Sol-jel yöntemi yaş kimyasal süreçlerinden biri olup gözenekli nanomalzeme, seramik, nanoyapılı polimerler, ince film yüzey kaplamalar, toz, fiber ve oksit nanopartiküllerin elde edilmesinde kullanılan üretim yöntemidir. Sol-jel yöntemiyle üretilebilecek malzemelerin şematik gösterimi Şekil 2.10'da verilmiştir (Ateş ve Bahçeci, 2015; Baykara, 2016).



Şekil 2.10: Sol-jel prosesi ile üretilebilecek malzemelerin gösterimi (Ateş ve Bahçeci, 2015).

Sol-jel yöntemi uygun koşullar altında gerçekleştirildiği için önem kazanmıştır. Sol-jel yönteminde sıvı “sol” durumdan, katı parçacığın jele dönüşümüyle olur. Nanopartiküllerin çözelti içerisinde üç boyutlu çapraz bağlanmasıyla “jel” formunun katı özellikleriyle eldesi, sol-jel dönüşümüdür. “Jel” formundaki malzemenin katı seramik oksitler olarak elde edilmesi, kontrollü ısıl işlemlerle sağlanır. Başlangıçta, sol-jel sürecine organik bileşiklerin eklenmesiyle organometalik bileşenler elde edilir. Çözelti olarak bir alkoksit kullanılmaktadır. Çözeltinin pH değeri asit veya bazla ayarlanarak alkoksitin dönüşümü başlatılmış olur. Bu işlemden sonra hidroliz, kondensasyon-yoğuşması ve polimerizasyon reaksiyonları gerçekleşmektedir. Reaksiyonun devamında partiküller jel formuna dönüşür.

Oluşan jel düşük sıcaklıklarda (20-100 °C) tutularak kurutma yapılır. Bu işlemin sonucunda porlu katı matris (herojel) yapıları elde edilir (Ateş ve Bahçeci, 2015; Baykara, 2016). Sol-jel yöntemi kullanılarak parçacık üretim aşamaları Şekil 2.11’ de verilmiştir. Bu aşamalar karıştırma soğutma, jelleşme, yaşlandırma, kurutma, stabilizasyon ve son olarak yoğunlaşmadır (Ateş ve Bahçeci, 2015).



Şekil 2.11: Sol-jel yöntemi ile parçacık üretim aşamalarının şekilsel gösterimi (Ateş ve Bahçeci, 2015).

Sol-Jel yönteminin avantajları ve dezavantajları aşağıda belirtilmiştir (Rane vd., 2018).

Avantajları:

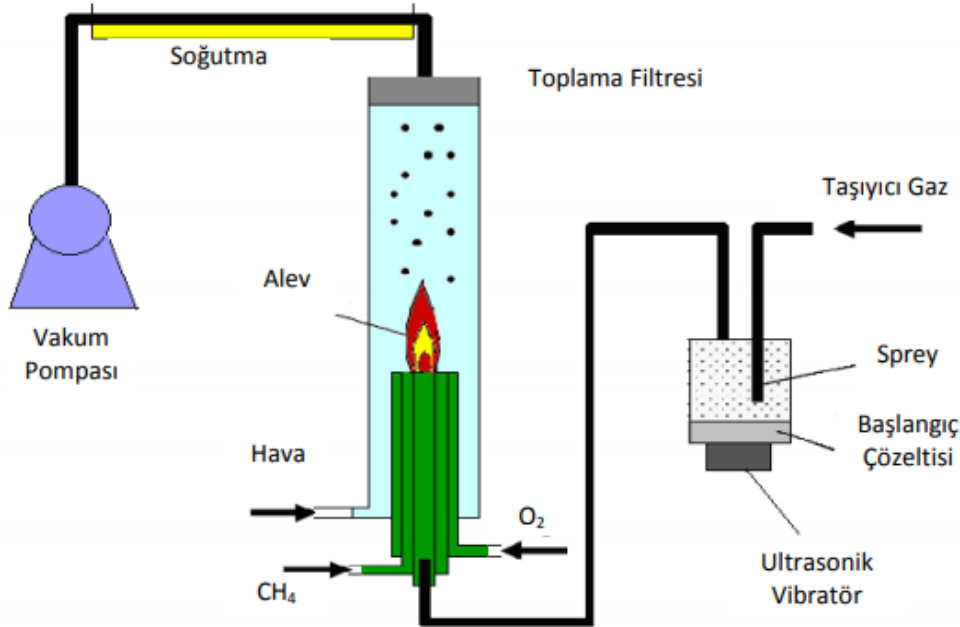
- Başlangıç malzemeleri moleküler seviyede ve hazırlanan nihai ürünler homojen olur.
- Ürünler yüksek saflıkta üretilmektedir.
- Gözenekli yapı kontrol edilebilir.
- Çeşitli boyutlarda hazırlanabilir.
- Düşük bir sıcaklıkta sentez sağlar.
- Ürünün kimyasal bileşiminin, özellikle de hassas kontrolünün yapılmasını sağlar.
- Çok bileşenli malzemeleri hazırlamak için uygundur.
- Solda bitmiş ve bitecek kadar küçük miktarlarda katkı maddeleri bulunur ve nihai üründe eşit olarak dağılmıştır.

Dezavantajları:

- Reaksiyon süresi uzun,
- Organik çözücüler insan vücuduna zararlı olabilir.

2.1.4.4 Alev Sentezi Yöntemi

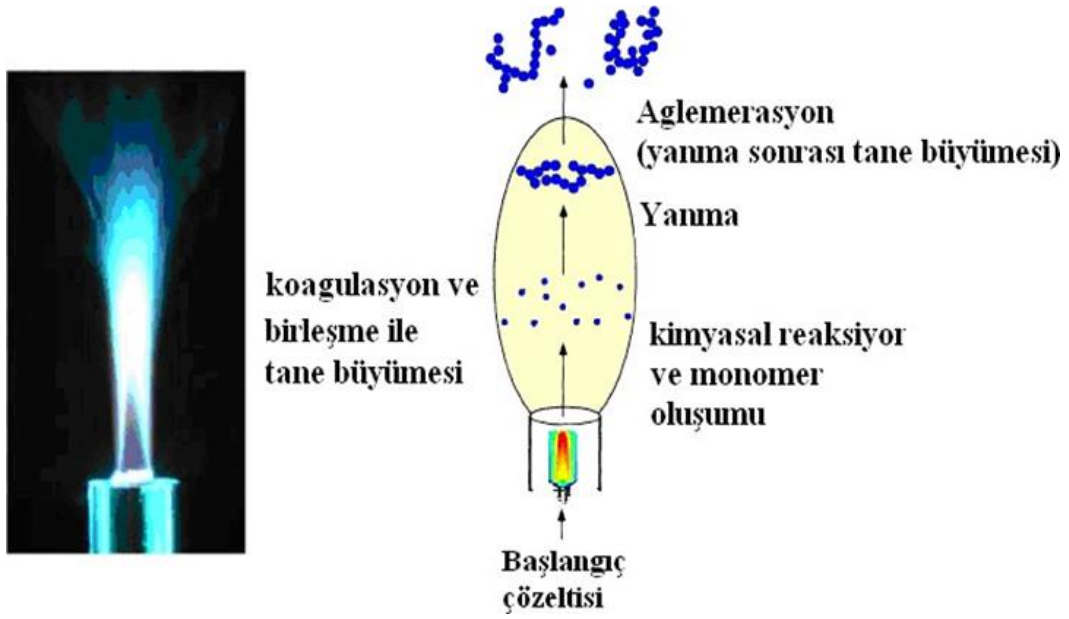
Nanopartiküllerin üretimi için yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. Alev ortamının yüksek oksitleyici etkisinden dolayı oksit nanopartiküllerin üretiminde de kullanılır (Gürmen ve Ebin, 2008).



Şekil 2.12: Alev sentezinde kullanılan sistemin şematik gösterimi (Ateş ve Bahçeci, 2015).

Alev yönteminde kullanılan sistem; sprej üretici, brülör, kuvars reaktör, parçacık toplama filtreleri ve vakum pompasıdır. Sistemin şematik gösterimi Şekil 2.12’ de verilmiştir. Nanoparçacık üretiminde başlangıç çözeltisi ile işleme başlanır (Ateş ve Bahçeci, 2015). Bu sıvı çözelti kolay uçuculuğa sahip metal halojenürlerdir (Gürmen ve Ebin, 2008). Çözelti pompa ile sisteme verilir ve oksijen ile atomize olarak ince sprej yapıyı oluşturur. Sistemde, küçük alev halka kullanılarak sprejin nozulün merkezinde buharlaşması ve tutuşması sağlanır. Yanma işlemi ile sıvı buharlaşır ve gaz fazı reaksiyonu oluşur. Buharın yoğunlaşması ile nanoparçacıklar odacık içinde toplanır. Şekil 2.13’ de Alev sentezi yöntemiyle parçacık üretiminin şematik gösterimi verilmiştir (Ateş ve Bahçeci, 2015).

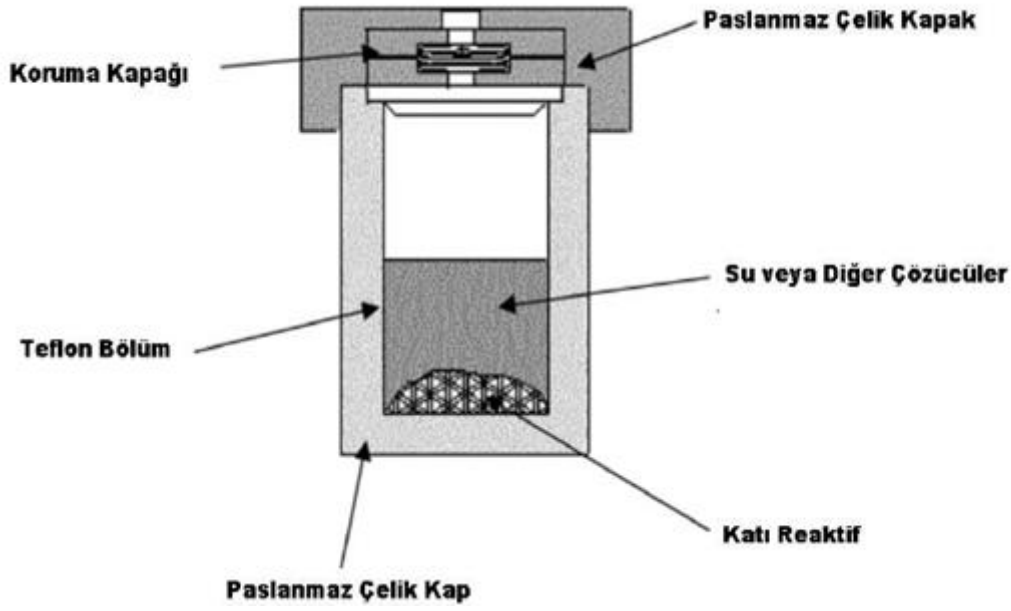
Alev sentezi yöntemde sıcaklık, kimyasal ortam ve zaman parametrenin kontrol edilmesi gerekir. Bu parametrelerin kontrolü yakıtın cinsi ve oksidanın akış hızı değiştirilerek yapılır. Alev sentezi tekniğinin birçok avantajı bulunur. Bunlar; kimyasal bileşim aralığı, partikül morfolojisinin kontrolü, partikül boyut dağılımının kontrolü ve düşük maliyetli olması (Gürmen ve Ebin, 2008).



Şekil 2.13: Alev sentezi yöntemiyle nanoparçacık üretiminin gösterimi (Ateş ve Bahçeci, 2015).

2.1.4.5 Hidrotermal Sentez Yöntemi

Metal oksit nanopartiküllerini saf olarak üretilmesinde kullanılan en iyi yöntemlerden biri hidrotermal sentezdir. Bu yöntem ile normal sıcaklık ve basınçta çözünemeyen maddelerin yüksek sıcaklık ve yüksek basınç koşulları altında heterojen reaksiyonla büyütülmesi sağlanır. Kristal büyüme, besin maddelerinin suyla birlikte bulunduğu otoklav adı verilen çelik basınçlı kaptan oluşan bir aparatta gerçekleştirilir. Hidrotermal sentez kabının görünümü Şekil 2.14' de verilmiştir. Hidrotermal sentez genellikle 300 °C' nin altında yapılır (Örün, 2018; Nam ve Luong, 2019).



Şekil 2.14: Hidrotermal sentez kabının şematik gösterimi (Örün, 2018).

Nanopartiküllerin boyutunun, morfolojisinin ve yapısının kontrolü; reaksiyon sıcaklığı, reaksiyon süresi, reaktanların konsantrasyonu, basınç, pH, kabın dolu hacmi gibi farklı parametrelerin ayarlanmasıyla sağlanır (Rao vd., 2017). Hidrotermal sentezin avantajları ve dezavantajları aşağıda belirtilmiştir (Rane vd., 2018).

Hidrotermal sentezin avantajları:

- Kırtı hal reaksiyonu ile üretilemeyen malzemeler hidrotermal sentez yoluyla sentezlenebilir.
- Düşük erime noktasına, yüksek buhar basıncına ve ısıl ayrışma eğiliminde olan nihai ürün elde edilir.
- Ara hal, metastabil hal ve spesifik faz ürünleri kolayca üretilebilir, yeni metastabil hal ve diğer belirli yoğunlaştırılmış hal bileşikleri sentezlenebilir.

Hidrotermal sentezin dezavantajları:

- Pahalı otoklavlara ihtiyaç duyulması.
- Reaksiyon sürecinde emniyet sorunları.
- Reaksiyon sürecini gözlemlenmenin imkansızlığı.

2.1.4.6 Kendiliğinden Yayılan Yüksek Sıcaklık Sentezi (SHS)

Yanma sentezi ya da alev sentezi, kendiliğinden ilerleyen yüksek sıcaklık sentezi olarak tanımlanmaktadır. Yanma sentezi türlerinden biri olan çözeltili yanma sentezi (ÇYS), 1980'lerin ortalarında bulunmuştur (Sönmez, 2019). ÇYS, homojen ve saf metal oksit üretmesi açısından öne çıkan, basit, hızlı ve düşük maliyetli bir yöntemdir. ÇYS, oksitleyici ve yakıtın çözeltili ortamında uygun oranlardaki homojen karışımının dehidrasyonu ve termal ayrışmasıyla başlayan, ilerlemesi kendiliğinden gerçekleşen ekzotermik bir reaksiyondur. ÇYS sonucunda en az bir katı ürün elde edilirken büyük miktarda gaz yan ürün olarak ortaya çıkmaktadır. Bu işlem, günümüzde birçok uygulamada kullanılan oksitler, metaller, alaşımlar ve sülfidler dahil olmak üzere çeşitli nano ölçekli malzemelerin sentezinde kullanılmaktadır (Varma vd., 2016; Yılmaz, 2017).

ÇYS ile istenilen malzemelerin üretilmesi yöntemin bazı özellikleriyle mümkün olabilmektedir. Bu özelliklerin ilki, başlangıç reaksiyon ortamının sulu çözeltiler olması sebebiyle tepkimeye giren bileşenlerin moleküler seviyede karışarak homojen bir yapı elde edilmesini ve çok ince taneli tozların oluşmasına olanak sağlamasıdır. Ayrıca yüksek sıcaklıklarda gerçekleşen reaksiyonlardan dolayı (>900°C) yüksek ürün saflığı ve kristalleşme elde edilebilir. Bir başka özellik ise ÇYS yönteminin kısa sürede gerçekleşmesi ve çeşitli gazların oluşumuyla tane boyutu artışının engellenmesi ve yüksek spesifik yüzey alanına sahip, çok ince taneli tozların üretilmesidir (Sönmez, 2019).

Tablo 2.2. Solüsyon hazırlamada en sık kullanılan bileşenler (Varma vd., 2016)

Oksitleyici	Yakıt	Çözücü
Metal nitratlar veya	Üre	Su
Nitrat hidratlar	Glisin	Hidrokarbonlar
$Me^V(NO_3)_v \cdot nH_2O$	Sükroz	Gazyağı
Amonyum nitrat (NH_4NO_3)	Hidrazin bazlı yakıtlar Oksalil dihidrazid Karbohidrazid	Etanol

Tablo 2.3. Çözeltide yanma ile hazırlanan bazı oksitler (Alves, 2013).

Malzeme	Yakıt	Partikül Büyüklüğü	Uygulama
Al_2O_3	Üre	4 μm	Aşındırıcı
MAl_2O_4 (M = Mn e Zn)	Metal asetat+Üre/ Karbohidrazidler/ Oksalildihidrazid/Glisin	15–28 nm	Katalizör desteği
$M/MgAl_2O_4$, M = Fe-Co/Ni	Üre	10 nm	Katalizör
Co^{+2}/Al_2O_3	Üre	0.2–0.3 μm	Pigment
$Eu^{+3}/Y_3Al_5O_{12}$	Üre	60–90 nm	Kırmızı fosfor
$Ce_{1-x}Tb_xMgAl_{11}O_{19}$	Karbohidrazidler	10–20 μm	Yeşil fosfor
M/Al_2O_3 , M = Pt,Pd, Ag	Üre	7–10 nm	Katalizör
Pd/Al_2O_3	Üre	10–18 nm	Katalizör
CeO_2-ZrO_2	Oksalil dihidrazid Glisin	18 nm 100 μm	Oksijen depolama Kapasitör
M/CeO_2 , M = Pt,Pd,Ag	Oksalil dihidrazid	1–2 nm	Katalizör
$Ce_{1-x}Pt_xO_2$	Karbohidrazidler	4–6 nm	H_2-O_2 kombinasyonu Katalizör
Ni-YSZ, (Ni,Co/ Fe/Cu) -YSZ	Üre	~40 nm	Yakıt hücre anodu
$LaSrFeO_3$	Oksalildihidrazid/ Karbohidrazidler	20–30 nm	Yakıt hücre katodu
$LaCrO_3$	Üre	20 nm	Yakıt hücre için ara bağlantı
$LiCo_{0.5}M_{0.5}O_2$	Üre	5–10 μm	Lityum pil
$MFe_2O_4/BaFe_{12}O_{19}$	Oksalil dihidrazid	60–100 nm	Manyetik oksit
$BaTiO_3$	Glisin/ Sitrik asit	18–25 nm	Dielektrik malzeme

Çözelti yanma sentezi ile üretilen nanometre ölçeğindeki çeşitli oksit türlerinin teknolojik uygulamaları Tablo 2.3’de verilmektedir (Alves, 2013).

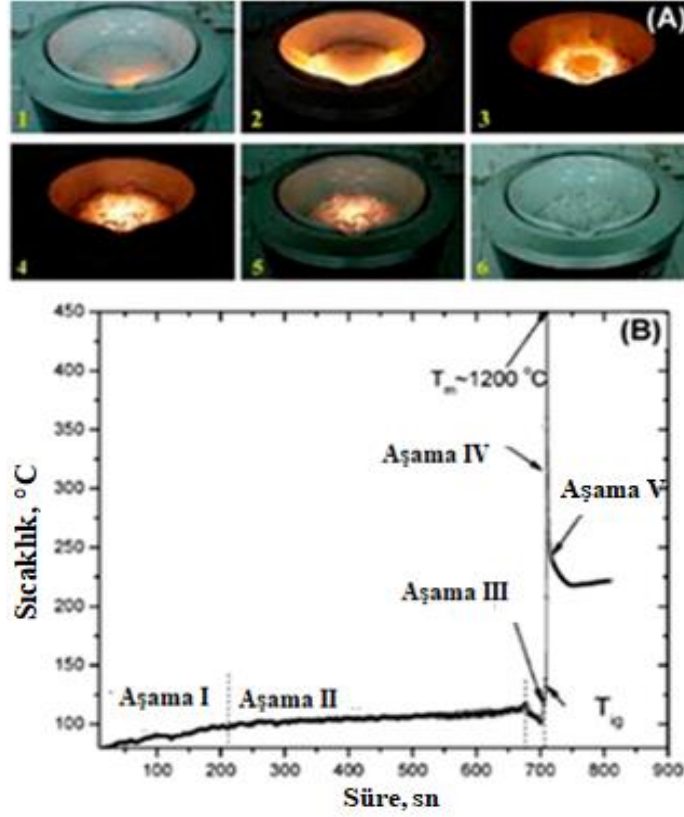
ÇYS sistemleri yakıt, oksitleyici ve çözücünün kimyasal bileşimine göre Tablo 2.2' de sınıflandırılmaktadır. Farklı organik yakıt türleri veya bunların karışımları ile oksitleyici bir çözücü içinde çözülmemektedir. (Varma vd., 2016). Reaksiyonlarda kullanılan kimyasalların türü ve miktarı, ortaya çıkan tozların özellikleri üzerinde etkili olmaktadır. Yakıtın çözünürlüğü, suyun varlığı ve kullanılan yakıt türü önemlidir. Solüsyonda, metal nitratlar (oksitleyiciler) ve üre ya da glisin (yakıt) karışımları, yanma sonucu hızlıca parçalanır. Çok iyi karıştırılmış kimyasal öncüllerin kullanılması ile mükemmel homojenlik elde edilir (Alves, 2013).

Oksitleyici olarak, metal nitratlar kullanılmaktadır. Nitratların sudaki çözünürlükleri iyi olduğu için hem çözeltiye kolaylıkla metal iyonu verebilir hem de ortamdaki homojenizasyonu sağlayabilmektedir. Nitratların bulunmadığı bazı durumlarda, diğer metal öncüler (hidroksitler gibi) nitrik asit içinde eritilmektedir veya oksitleyici olarak amonyum nitrat kullanılabilir. Amonyum nitratın ucuz olması hem de reaksiyona katılan diğer bileşenlerin oranını değiştirmemesi gibi özelliklerinden dolayı oksitleyici olarak tercih edilmektedir (Varma vd., 2016; Yılmaz, 2017).

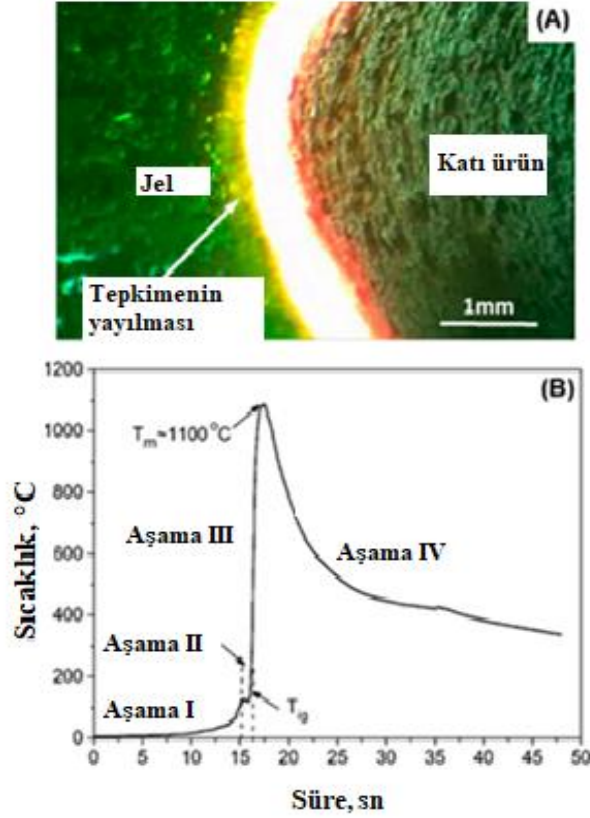
ÇYS' de yakıt olarak hidrazin, üre, sükroz, sitrik asit ve glisin kullanılmaktadır. Bu bileşikler karbon ve hidrojen kaynağıdır. Birçok durumda metal iyonları ile kompleksler oluşturarak katyonların çözeltilerde veya jellerde homojen karışmasını sağlamaktadır. İdeal yakıt, çözücü içinde yüksek çözünürlüğe ve düşük ayrışma sıcaklığına (400 ° C' nin altında) sahip olmalı, metal nitratlarla uyumlu olmalı, yanma sırasında gaz çıkışı olmalı, kolayca temin edilebilir ve hazırlanması kolay olmalıdır (Aytekin, 2015; Varma vd., 2016).

ÇYS reaksiyonlarında genellikle çözücü olarak saf su kullanılmaktadır. Kolay bulunabilir, ucuz ve kullanılan öncül malzemelerin suda rahat çözünebilir olmasından dolayı saf su tercih edilmektedir. Saf su, reaksiyon süresince sadece çözücü olarak bulunmakta ve reaksiyona girmemektedir. Çözücü olarak saf su kullanılmadığında kerosen, alkoller, veya formaldehit tercih edilmektedir (Varma vd., 2016; Yılmaz, 2017).

ÇYS' de kullanılan başlangıç hammaddelerinin türüne ve yöntemin şartlarına bağlı olarak hacimsel ya da tabakalı ilerleyen yanma şeklinde gerçekleşmektedir. Hacim yanma sentezi, reaksiyon bütün hacim boyunca kendi kendine başlayana kadar tüm numune düzgün bir şekilde ısıtılır.(Mukasyan ve Dinka, 2007). Bu sentez modu daha az kontrol edilebilir ve ateşlemeden önce ön ısıtmayı gerektiren zayıf ekzotermik reaksiyonlar için kullanılır. Şekil 2.15'de hacimsel yanma modunun şematik gösterimi verilmiştir. Şekil 2.15B, (aşama I) reaktif karışımın tüm hacminin üniform olarak kaynama noktasına kadar ısıtıldığını, (aşama II) serbest ve bağlı suyun belli miktarının uzun sürede buharlaştığı sabit sıcaklığı izler, (aşama) ön ısıtma aşaması daha yüksek bir oran ile karakterize edilir. Daha sonra bir sıcaklıktan (ateşleme sıcaklığı, T_{ig}) aniden maksimum bir değere (T_m) (Aşama IV), ardından soğutma aşaması V' ye gelir (Varma vd., 2016; Sönmez, 2019).



Şekil 2.15: Hacimsel yanma modunun şematik gösterimi (Varma vd., 2016).



Şekil 2.16: Tabakalı ilerleyen yanmanın şematik gösterimi (Varma vd., 2016).

Şekil 2.16' da tabakalı ilerleyen yanmanın şematik gösterimi verilmektedir. Reaktif çözeltiler veya jeller içindeki ekzotermik reaksiyonu başlatmak için bölgesel olarak ısıtılır ve yanma dalgası şeklinde hacmin geri kalanı boyunca kendiliğinden ilerlemektedir (Şekil 2.16A). Bu mod kendiliğinden ilerleyen yanma modu olarak adlandırılmaktadır. Bir zaman-sıcaklık profili (Şekil 2.16B) ön ısıtma aşaması, hacimsel yanma durumuyla karşılaştırıldığında daha kısa olduğu görülmektedir (Varma vd., 2016).

Şekil 2.15B ve Şekil 2.16B' de yanma sentezi reaksiyonu sırasında, işlemi ve son ürün özelliklerini etkileyebilecek dört önemli sıcaklık bulunmaktadır. Bunlar İlk sıcaklık (T_0), Tutuşma sıcaklığı (T_{ig}), Adyabatik alev sıcaklığı (T_{ad}) ve Maksimum alev sıcaklığıdır (T_m).

İlk sıcaklık (T_0), reaksiyon ateşlenmeden önce reaktif çözeltilerinin ortalama sıcaklığıdır. Tutuşma sıcaklığı (T_{ig}), dış ısı kaynağına maruz kalmadan yanma reaksiyonunun dinamik olarak aktif hale geldiği noktayı temsil eder. Adyabatik alev sıcaklığı (T_{ad}), adyabatik koşullar altında ulaşılan maksimum yanma sıcaklığıdır. Maksimum alev sıcaklığı (T_m),

adyabatik olmayan koşullar altında ulaşılan maksimum sıcaklıktır. Yöntemde amonyum nitrat gibi oksitleyicilerin fazla kullanılmasıyla ya da yakıt/oksitleyici oranının artırılmasıyla alev sıcaklığı artırılabilir (Sönmez, 2019).

Yanma sentezindeki reaksiyonların hepsi redoks (indirgenme - yükseltgenme) reaksiyonlarından oluşmaktadır. Bu reaksiyonların kendiliğinden ilerleyen karakterde olabilmesinin şartı, yanmanın gerçekleşmesi için gerekli olan ısı, reaksiyonun gerçekleştiği ısıdan daha yüksek olmasıdır. Alevli (gaz fazı), içten içe yanmalı (katı-gaz) ya da patlama şeklinde yanma reaksiyonları gerçekleşebilmektedir. Yöntemde ulaşılabilecek en yüksek ısı miktarı oksitleyici/yakıt oranına bağlıdır. Oksitleyici ile yakıt karışımının eşdeğer (ekivalan) oranı, ϕ_e , elementel stokiyometrik katsayılarla belirlenmektedir (Eşitlik 1):

$$\phi_e = \frac{\sum(\text{Oksitleyici bileşenlerin katsayıları} \times \text{Valans değerlikleri})}{(-1) \times \sum(\text{Redükleyici bileşenlerin katsayıları} \times \text{Valans değerlikleri})} \quad (1)$$

$\phi_e = 1$ olduğunda karışım stokiyometrik, $\phi_e > 1$ olduğunda karışım yakıtça zayıf, $\phi_e < 1$ olduğunda ise karışım yakıtça zengin olarak tarif edilmektedir. Oksitleyici bileşiklerdeki tüm oksitleyici ve indirgeyici valansların toplamının yakıt bileşiğindeki tüm oksitleyici ve indirgeyici valansların toplamına bölünerek stokiyometrik karışım ($\phi_e = 1$) için gerekli olan oksitleyici/yakıt molar oranı (O/Y) bulunmaktadır. Bu tür hesaplamada oksijen tek oksitleyici elementken; karbon, hidrojen ve metal katyonları indirgeyici elementler, azot ise nötrdür. Oksitleyici elementler pozitif, indirgeyici elementler ise negatif valans değerine sahiptir (Sönmez, 2019). Çözelti yanma sentezinde yakıtın oksitleyici/yakıt molar oranı (O/Y) ve çözeltinin pH değeri ayarlayarak nanopartiküllerin fazı, morfolojisi, partikül boyutu ve yüzey alanı belirli aralıklarda değiştirilebilir (We ve Wu, 2014).

SHS tekniğinin özelliğini önemli ölçüde etkileyen reaksiyon parametreleri:

- Bir reaktif parçacık büyüklüğü
- Karışım gözenekliliği, iletkenliği
- Reaktiflerin stokiyometrisi, ölçülü proses için çözücü miktarı ve aktif / inert gazlar
- Tutuşma sıcaklığı, yaklaşık olarak reaktiflerden birinin erime noktasına karşılık gelen metal tozlarına sahip sistemde

- Mükemmel yalıtılmış sistemde yanma sıcaklığı ve adyabatik sıcaklık
- Ön ısıtma sıcaklığı, ısıtma ve soğutma hızı
- Yerçekimi alanı (Naplocha, 2018).

2.1.5 Metal Oksit Nanopartiküller

Metal oksitler kimya, fizik ve malzeme bilimlerinin birçok alanında önem kazanmışlardır. Metaller çok çeşitli oksit bileşiklerini oluşturabildikleri için farklı geometrik yapıya sahiptir. Bunlar, metalik, yarı iletkenlik veya yalıtkan özellikleri gösterebilen elektronik yapılardır (Fernández-Garcia ve Rodriguez, 2011).

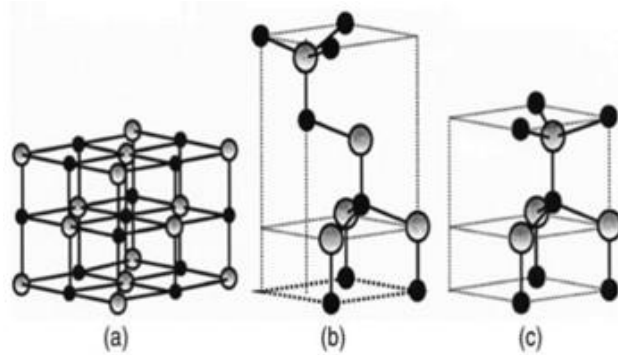
Metal oksitler, nanoboyutlara getirildiğinde yapıda üç önemli temel özelliği etkilemektedir. Birincisi yapısal özellikleri, yani kafes yapısı ve hücre parametreleridir. Külçe oksitler, iyi tanımlanmış kristallografik yapıları sağlam ve kararlıdır. Parçacık boyutunun azalmasıyla birlikte yüzeydeki serbest enerji ve gerilimin önemi artar. Boyut ile ilişkilendirilen termodinamik kararlılıktaki değişiklikler, hücre parametrelerinin değişmesine sebep olabilir. Çevreyle olan etkileşiminde yüksek yüzey enerjilerinden dolayı nanoparçacıklar kaybolabilmektedir. Nanopartiküllerin mekaniksel ve yapısal kararlılık gösterebilmesi için düşük yüzey enerjisi sahip olmalıdırlar. Külçe malzemedeki düşük kararlılıktaki faz, nanoyapılarda kararlı hale gelebilmektedir. Bu olgular TiO_2 , VO_x , Al_2O_3 , MoO_x oksitlerde tespit edilmiştir. İkincisi metal oksidin elektronik özellikleri, üçüncüsü ise metal oksidin optik özellikleridir. Bir nanopartikülün büyüklüğünde Broglie dalga boyundan daha küçük olduğunda elektronlar hapsolarak, elektron enerji seviyelerinin ayrılmasına sebep olur. Bu olay kuantum etkisi ortaya çıkarıyor. Kuantum etkisinden dolayı uyarım seviyelerinde ve optiksel bant aralığında enerji kayması olur. Optiksel ve elektronik özellikler elektron seviyelerinin enerjilerine bağlı olduğu için partikül boyutu değiştirilerek farklı özellikler kazandırılabilir (Balagura ve Jeyaprakash, 2013; Dar, 2015; Doğan, 2016; Fernández-Garcia ve Rodriguez, 2011).

Metal oksit nanopartiküller, optik, optoelektronik, manyetik, elektrik, mekanik, termal, katalitik, fotokimyasal vb. farklı ve ayarlanabilir özelliklerinden dolayı, birçok uygulamada kullanılmaktadır. Örnek olarak, yakıt hücreleri, ikincil pil malzemeleri, seramikler, kimyasal sensörler, gaz sensörleri ve biyosensör, güneş pilleri, alkali ve lityum iyon piller, piroelektrik, piezoelektrik, ferroelektrik, manyetik, aktüatör, süper kapasitörler, optik

cihazlar, lazerler, dalga kılavuzları, kızılötesi (IR) ve güneş emiciler vb. (Dar, 2015).

2.1.5.1 ZnO Nanopartiküller

Metal oksit nanopartiküller arasında en çok tercih edilen çinko oksit (ZnO) nanopartiküller beyaz tozlar ve dispersiyon halinde bulunmaktadır (URL-11, 2019; URL-12, 2019). ZnO nanopartiküllerin üç çeşit kristal formu bulunmaktadır. Bunlar: hekzagonal wurtzit, kübik çinkosülfür ve ender görülen kübik kaya tuzudur (Dar, 2015). ZnO'nun kristal yapıları Şekil 2.17' de verilmiştir (Kasapoğlu, 2014).



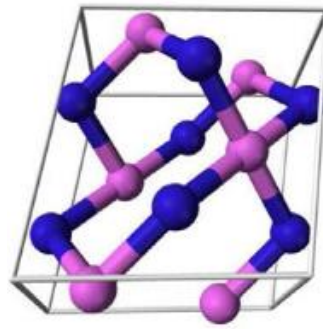
Şekil 2.17: ZnO kristal yapılarının gösterimi (a) kübik kayatuzu, (b) kübik çinko sülfür, (c) hekzagonal wurtzit (Gri küreler Zn, siyah küreler ise O atomlarını temsil eder.) (Kasapoğlu, 2014).

Ortam koşullarına göre en kararlı olan Wurtzite yapısıdır. Hekzagonal birim hücreye sahip olan kararlı wurtfit ZnO' in kafes parametreleri $a=0.3296$ ve $c=0.52065$ nm' dir. Çinkosülfür formu, kübik kafes yapılı yüzeyler üzerinde ZnO yetiştirilerek kararlı hale getirilebilir. Kayatuzu yapısı, 10 GPa gibi yüksek basınçlarda gözlenebilmektedir. Hekzagonal ve çinkosülfür polimorflarının inversiyon simetrisi yoktur (Bir nokta veya bir kristal yansımasının kendisine dönüştürememesi). Bu ve diğer kafes simetri özellikleri, ZnO'nun piezoelektrik ve piroelektrik olmasını sağlar. 3,37 eV değerindeki geniş bant aralığına ve 60 meV yüksek bağlanma enerjisi sahip olan ZnO nanopartikülleri n tipi yarıiletkenlerdir. Geniş bant aralığının olması nedeniyle, büyük elektrik alanlarının devam etmesini, daha düşük elektronik gürültüye sahip olmasını ve yüksek sıcaklıklarda çalışmasını sağlamaktadır. Optik alanda geniş uygulamalara sahip olan ZnO yakın ultraviyole ve görünür bölgelerde geniş bant aralığı ile ışıltama özelliği kazanmıştır. Bu sayede ZnO nanorodlar hızlı optik pompalama için lazerlerde kullanılabilir ve dolayısıyla yüksek güçlü lazer ışınları üretir (Dar, 2015).

Yüksek kimyasal ve mekanik kararlılığı, yüksek radyasyon emilimi, yüksek yüzey/hacim oranının olması, toksik olmayışı, biyouyumluluğu, kimyasal ve fotokimyasal stabilitesi, optik şeffaflığı, elektrokimyasal aktivite ve yüksek elektron iletişim vb. özelliklerinden dolayı ZnO nanomalzemeler, birçok uygulama alanlarında kullanılmaktadır (Yeşiltepe ve Gürmen, 2015). Bu uygulama alanlarına güneş pilleri, ışık yayan cihazlar, şeffaf iletken filmler, saydam UV koruması, kimyasal sensörler, gaz sensörlerin, biyo-sensörleri, kozmetik, antibakteriyel aktivite, kimyasal soğurma, elektriksel ve optik aygıtlar, sıvı faz hidrojenasyon için katalizörlerde ve fotokatalitik bozunma için katalizör uygulamaları, biyomedikal, tekstil, organik kaplamalar örnek olarak gösterilebilir (Vaseem vd., 2010; Yeşiltepe ve Gürmen, 2015; Azem, A. ve Birlik, 2018; Matei vd., 2019).

2.1.5.2 CuO Nanopartiküller

Kahverengimsi siyah bir toz halinde görünen, 1.2 eV. bant aralığına sahip p tipi yarıiletken olan bakır oksit nanopartiküller monoklinik kristal yapıya sahiptir (Siddiqui vd., 2014; URL-13, 2019). Kare düzlemsel yapıda, bakır atomları dört oksijen atomu tarafından koordine edilmiştir. CuO' nun kristal yapısı Şekil 2.17' de verilmiştir (Zaman, 2012).



Şekil 2.18: CuO' nun monoklinik kristal yapısı (Zaman, 2012).

CuO nanopartiküllerinin, kolay elde edilebilmesi, ucuz olması ve hazırlama yöntemlerinin maliyetlerinin düşük olması avantaj olarak görülmektedir. CuO nanopartiküllerinin yüksek yüzey alanı-hacim oranına sahip olması, birçok araştırmanın yapılmasına imkan sağlamıştır (Zaman, 2012). Bu araştırmalar sonucunda CuO nanopartiküllerin yüzey alanının artmasıyla birlikte kimyasal reaktivitesinin de arttığı görülmüştür. Bu sayede bulk malzemelere kıyasla CuO nanopartikülleri çok daha iyi katalitik, elektriksel ve optik özellikler göstermektedir (Verma vd., 2018). CuO' nun özelliklerinin çoğu, morfoloji,

boyut ve en/boy oranına baēlıdır (Siddiqui vd., 2014). Çeşitli metal oksit nanoyapılar arasında farklı boyutlarda ve şekillerde olan CuO, birçok uygulama alanlarında kullanılmaktadır. CuO nanopartiküller, fotoiletken ve fotokimyasal özellikler sayesinde, güneş pillerinde kullanılırken, mükemmel elektrik iletkenliği özelliğinde dolayı iletken mürekkep veya sensör elemanları gibi mikroelektronik ürünlerde kullanılmaktadır. Ayrıca kirlenme önleyici boyalarda, ahşap koruyucularda, steril yüzey kaplamalarında, su filtrelerinde veya tekstil bandajlarda kullanılmaktadır (Zaman, 2012; Bulcke, 2015; Verma vd., 2018).

BÖLÜM 3

MATERYAL VE METOT

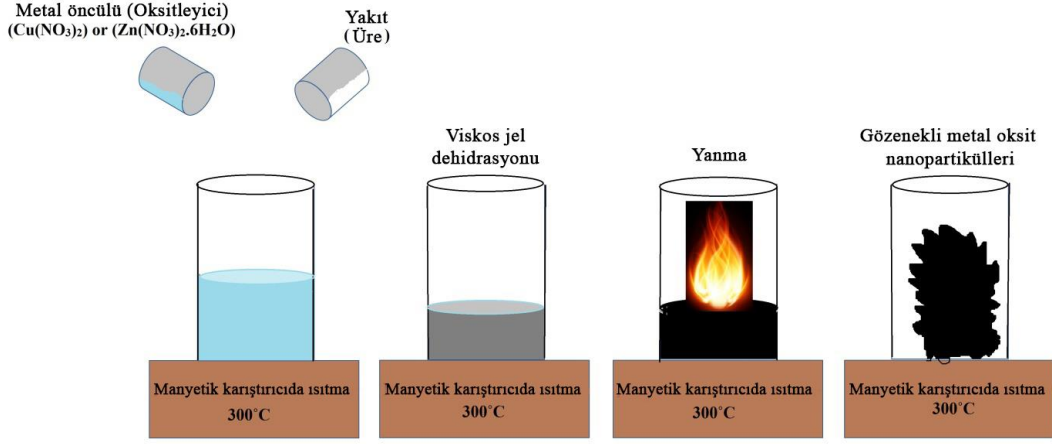
3.1 CuO Nanopartiküllerinin Hazırlanması ve Çözeltide Yanma Yöntemiyle CuO Sentezi

Bu çalışmada CuO metal oksit nanopartiküllerini hazırlamak için bakır kaynağı olarak Bakır (II) nitrat ($\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$) (Sigma, 99%), organik yakıt olarak sükröz (Aldrich, 98%), üre (Fischer, 99%), glisin (Merck, 99.7%), malik asit (Sigma, 99.5%), çözücü olarak deiyonize su kullanılmıştır. Çözeltide yanma yöntemiyle bakır oksit sentezlemek için yakıt türü, yakıt miktarı, sentez sıcaklığı ve sentez süresi gibi sentez parametrelerinin optimizasyon çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Bakır oksit sentezi için bakır kaynağı olarak Bakır (II) nitrat, organik yakıt olarak üre, glisin, sükröz ve malik asit, çözücü olarak ise deiyonize su kullanılmıştır. Bakır oksit sentezi için en uygun yakıt kaynağı olarak üre belirlenmiştir. Çözeltide yanma yöntemiyle bakır oksit sentezi için yapılan deneyler sonucunda yakıt olarak üre belirlendikten sonra yakıt miktarı optimizasyon çalışmaları yapılmıştır. Uygun yakıt miktarı belirleme çalışmalarında, üre miktarı patlayıcı kimyasına göre hesaplanır. Bu çalışmalar sonucunda en uygun üre miktarı 5g olarak belirlenmiştir. Uygun yakıt ve yakıt miktarı belirlendikten sonra yanma karışımı farklı sıcaklıklarda yakılarak en uygun yanma sıcaklığı 300 °C olarak belirlenmiştir. Çözeltide yanma yöntemiyle bakır oksit sentezi için uygun parametreler belirlendikten sonra minimum süre belirleme çalışmaları yapılmıştır. Hazırlanan yanma karışımı 300 °C' de 10, 20, 30 ve 60 dakika süreyle yakılır. En uygun yanma süresi 10 dk olarak belirlenmiştir. 20 mL damıtılmış su içinde 5g bakır (II) nitrat ve 5g üre çözülür. Homojenlik için çözelti karıştırılır ve reaksiyon çözeltisi silis potası içinde tutulur. Reaksiyon karışımını 300 °C' de manyetik karıştırıcı üzerinde ısıtılır. İlk olarak, viskoz jel dehidrasyona uğrar, yanmaya başlar ve gözenekli nanokristal siyah renkli ürünle sonuçlanır. Bu siyah renkli toz CuO nanopartikülleridir.

3.2 ZnO Nanopartiküllerinin Hazırlanması ve Çözeltide Yanma Yöntemiyle ZnO Sentezi

Bu çalışmada ZnO metal oksit nanopartiküllerini hazırlamak için çinko kaynağı olarak çinko (II) nitrat ($Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) (Sigma, 99%), organik yakıt olarak sükröz (Aldrich, 98%), üre (Fischer, 99%), malik asit (Sigma, 99.5%), çözücü olarak deiyonize su kullanılmıştır.

Çözeltide yanma yöntemiyle çinko oksit sentezlemek için yakıt türü, yakıt miktarı, sentez sıcaklığı ve sentez süresi gibi sentez parametrelerinin optimizasyon çalışmaları gerçekleştirilmiştir. Çinko oksit sentezi için çinko kaynağı olarak çinko (II) nitrat, organik yakıt olarak üre, sükröz ve malik asit, çözücü olarak ise deiyonize su kullanılmıştır. Çinko oksit sentezi için en uygun yakıt kaynağı olarak üre belirlenmiştir. Çözeltide yanma yöntemiyle çinko oksit sentezi için yapılan deneyler sonucunda yakıt olarak üre belirlendikten sonra yakıt miktarı optimizasyon çalışmaları yapılmıştır. Uygun yakıt miktarı belirleme çalışmalarında, üre miktarı patlayıcı kimyasına göre hesaplanır. Bu çalışmalar sonucunda en uygun üre miktarı 1.5 g olarak belirlenmiştir. Uygun yakıt ve yakıt miktarı belirlendikten sonra yanma karışımı farklı sıcaklıklarda yakılarak en uygun yanma sıcaklığı 300 °C olarak belirlenmiştir. Çözeltide yanma yöntemiyle çinko oksit sentezi için uygun parametreler belirlendikten sonra minimum süre belirleme çalışmaları yapılmıştır. Hazırlanan yanma karışımı 300 °C’ de 10, 20, 30 ve 60 dakika süreyle yakılır. En uygun yanma süresi 10 dk olarak belirlenmiştir. 20 g damıtılmış su içinde 3 g çinko (II) nitrat ve 1.5 g üre eritilir. Homojenite için çözeltiyi karıştırılır ve reaksiyon çözeltisini silis potada tutulur. Reaksiyon karışımını manyetik bir karıştırıcıda 300 °C’ de ısıtılır. İlk olarak, yapışkan jel dehidrasyona uğrar, yanmaya başlar ve kahverengi şeffaf viskoz jel ile sonuçlanır ve daha sonra beyaz renkli ZnO nanoparçacıkları ile sonuçlanır. Metal oksit nanopartiküllerinin hazırlanmasının grafiksel gösterimi Şekil 3.1’ de gösterildiği gibidir.



Şekil 3.1: Metal oksit nanopartiküllerinin hazırlanmasının grafiksel gösterimi.

3.3 Nanopartiküllerin Karakterizasyon Çalışmaları

3.3.1 Yapısal Analiz

Ürünlerin yapısal analizleri, toz X-ışınları difraktometresinde Cu K α ışınması ($\lambda=1.154056\text{\AA}$) kullanılarak yapılmıştır. Ölçümler XRD (RIGAKU SmartLab) difraktometresinde $2\theta=30-70^\circ$ aralığında alınmıştır. Ürünlerin elektronik spektrumları, Shimadzu UV-3600/UV-VIS-NIR spektrofotometresi kullanılarak 200-700 nm aralığında kaydedilmiştir.

3.3.2 Morfolojik Analiz

Ürünlerin morfolojik analizleri SEM ve SEM' e bağlı enerji dağılım spektroskopisi (EDS) kullanılarak yapılmıştır. SEM görüntüleri, TESCAN-MAIA3 XMU cihazı kullanılarak incelenmiştir. Hazırlanan nanoparçacıklarda bulunan elementlerin miktarının ölçülmesi, SEM' e bağlı EDS ile çalışılmıştır. Hazırlanan metal oksit nanopartiküllerinin ortalama parçacık büyüklüğünü belirlemek için parçacık büyüklüğü analizörü (Malvern- Mastersizer 3000) kullanılmıştır. CuO ve ZnO nanopartiküllerinin hazırlanmasından başlayarak bütün araştırma çalışmaları ve karakterizasyonu, Bartın Üniversitesi' nde Laboratuvarları' nda gerçekleştirilmiştir.

3.3.3 Biyolojik Aktivite Testleri

CuO ve ZnO nanopartiküllerinin antibakteriyel özellikleri, *Enterobakter aerogenes*, *Klebsiella pneumoniae*, *Escherichia coli* (CFAI), *Enterococcus faecalis*, *Staphylococcus epidermidis*, *Bacillus subtilis* olarak üç gram pozitif ve gram negatif bakteri ile test edilmiştir. Bu bakır oksit ve çinko oksit, bu çalışmada test edilen bakterilerin büyümesi için gereken Minimum İnhibisyon Konsantrasyonunu (MIC) değerlendirmek için analiz edilmiştir. Bakteriyel suşlar Luria Bertani et suyuna aşılama yapılmış ve bakteriyel büyüme 0.5 McFarland standart bulanıklığına standartlaştırılmıştır (1.5×10^8 CFU/ml). Daha sonra Minimum Bakterisidal/Bakteriyostatik Konsantrasyonu (MBC) analizi yapılmıştır.

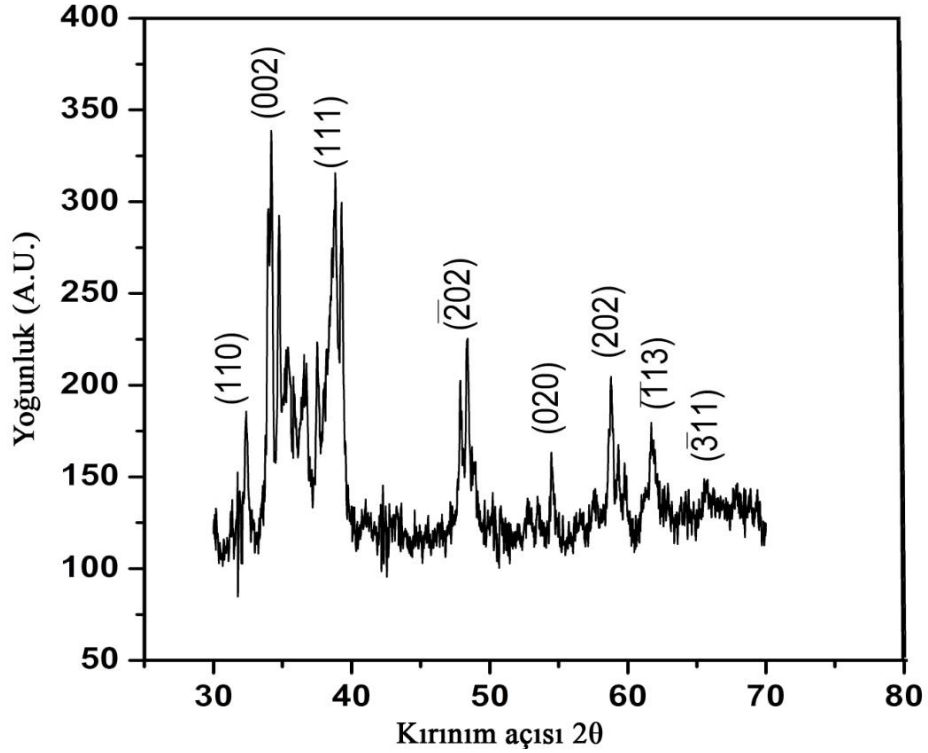
BÖLÜM 4

BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1 Sonuçlar ve Tartışma

4.1.1 X-Işını Kırınımı (XRD)

Çözeltide yanma yöntemiyle CuO sentezine en önemli basamak olan yakıt türünün belirlenmesi ile başlanmıştır. Bu amaçla hazırlanan yanma karışımlarında yakıt olarak üre, glisin, sükroz ve malik asit kullanılmıştır. Yakıt olarak üre kullanıldığında elde edilen CuO yapısal karakterizasyonu, X-ışınları difraktometresi kullanılarak yapılmıştır.



Şekil 4.1: Yanma yöntemiyle hazırlanan CuO nanopartiküllerin XRD kırınım deseni.

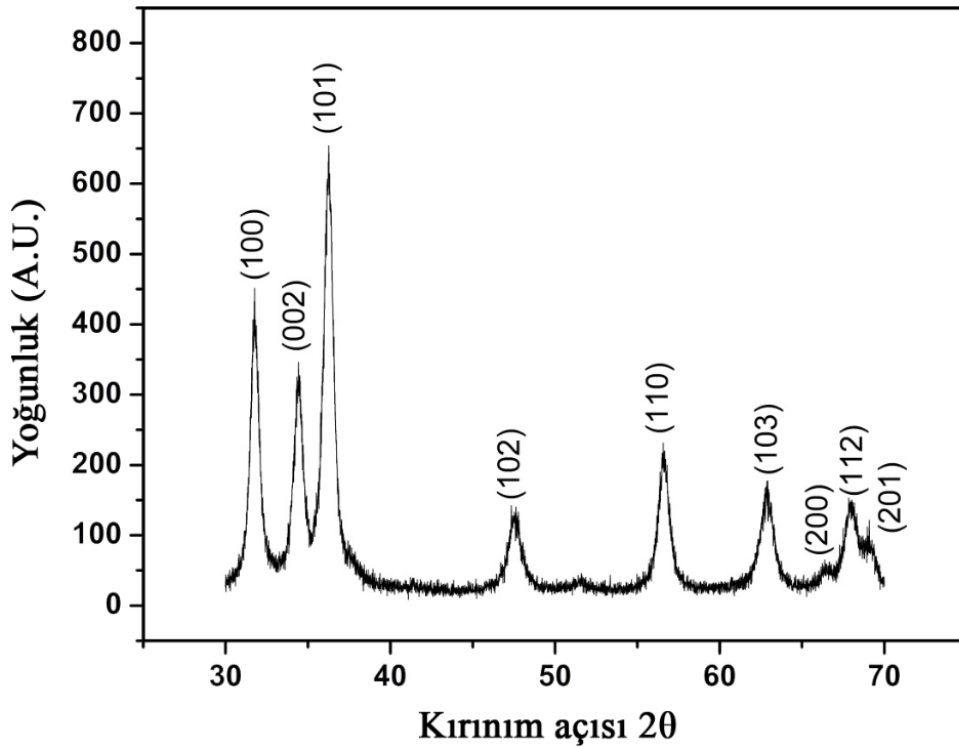
Şekil 4.1' de yanma yöntemiyle hazırlanan CuO nanopartiküllerinin XRD kırınım deseni verilmiştir. Şekil 4.1' de, 34.13° , 39.01° 2θ değerlerindeki kırınım tepe noktaları, sırasıyla tek fazlı CuO' nun monoklinik yapıda olduğunu teyit eden (002) ve (111) düzlemlerine karşılık gelir. Kırınım tepe noktaları, hazırlanan CuO nanopartiküllerin nanoyapısından

dolayı genişlemiştir. CuO nanoparçacıklarının ortalama kristalit büyüklüğü, Scherrer'in formülü ile aşağıdaki gibi hesaplanır (Eşitlik 2) (Sharma vd., 2018).

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2)$$

Burada, D; Ortalama kristalit büyüklüğüne, K; 0.94' e eşit bir sabitine, λ ; X ışını radyasyonunun dalga boyuna (0.154 nm), β ; Tepenin yarık doruk genişliğine (radyan cinsinden) ve 2θ ; Bragg' ın açısına (derece) karşılık gelmektedir.

(1) denklemini kullanarak, tepe noktaları (002) ve (111) için kristalit boyut hesaplanmıştır ve değerler sırasıyla ≈ 7 nm ve ≈ 8 nm olarak bulunmuştur. Yakıt olarak üre kullanıldığında elde edilen ZnO yapısal karakterizasyonu, X-ışınları difraktometresi kullanılarak yapılmıştır.



Şekil 4.2: Yanma yöntemiyle hazırlanan ZnO nanopartiküllerin XRD kırınım deseni.

Şekil 4.2' de yanma yöntemiyle hazırlanan ZnO nanopartiküllerinin XRD kırınım deseni verilmiştir. 31.73° , 34.41° ve 36.23° 2θ değerlerindeki kırınım tepe noktaları, sırasıyla ZnO' nun hegzogonal wurtzite yapıda olduğunu teyit eden (100), (002) ve (101)

düzlemlerine karşılık gelir. Herhangi bir kirlilik ve tepe noktaların genişlemesine atfedilebilecek hiçbir tepe noktası yoktur ve bu sentezlenen ZnO nanopartiküllerinin oldukça saf nano-kristal olduğunu doğrular. ZnO nanopartiküllerinin ortalama kristalit büyüklüğünü bulmak için kırınım pikleri (100), (002) ve (101) Scherrer' in formülü (Sharma vd., 2018) ile hesaplandı ve değerler sırasıyla ≈ 15 nm, ≈ 12 nm ve ≈ 13 nm olarak bulundu.

4.1.2 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

Hazırlanan metal oksit nanopartiküllerin mikroyapısal analizi SEM kullanılarak yapılmıştır. Yanma yönteminde büyük miktardaki gaz salınım nedeni, metal oksit nanopartiküllerin gevşek bağlı ve gözenekli bir yapıda oluşmasına sebep olur (Aparna vd., 2012). Şekil 4.3 ve Şekil 4.4, hazırlanan metal oksit nanopartikülün gözenekli yapısının SEM görüntüsünü temsil eder. Şekil 4.3' de küçük küresel parçacıkların büyük gözenekli bir yapı oluşturmak için tek tek nasıl bağlandıkları net bir şekilde görülmektedir.



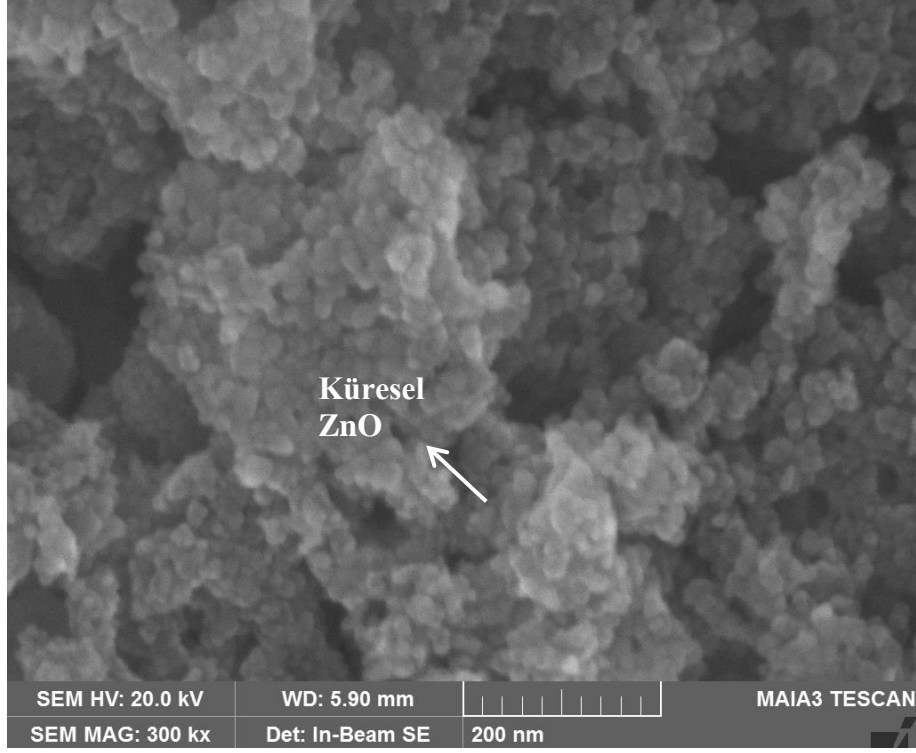
Şekil 4.3: Yanma sentezi yöntemi ile hazırlanmış metal oksit nanoparçacık gözenekli yapısının SEM görüntüsü.

Yanma reaksiyonları küçük ve homojen nanopartiküllerden homojen bir metaryel üretsede, bazen yanma reaksiyonu sırasında yüksek sıcaklık nedeniyle bileşik olmayan ve geniş boyutta aglomerasyon yapı oluşmasıyla sonuçlanabilir. Şekil 4.3 ve Şekil 4.4' de yanma

yöntemiyle hazırlanan CuO nanopartiküllerinin SEM görüntüleri verilmiştir. SEM görüntüsünde CuO nanopartiküllerin süngerimsi görüldüğü kısımda, nanopartiküllerin farklı boyutlarda ve şekillerde aglomeralar oluşturmak için birbirine bağlandığı görülmektedir. Sonuçta, şekilde gösterildiği gibi hazırlanan CuO nanopartiküller hem küresel hem de çubuk şekillerinde hazırlanmıştır. Hazırlanan CuO nanopartiküllerin çubuk veya pul morfolojisi sıvı ve gaz arasında arayüzey üzerinde parçacıkların anizotropik büyümesi ile oluşabilir. Anizotropik büyüme kabiliyeti, ürün kristal yapısına, yakıt tipi ve içeriğine, pH ve benzeri ile kontrol edilebilen molekül ağırlıkları, yüzey gerilimi, vizkozite vb. gibi çözeltinin kimyasal özelliklerine bağlıdır (Vasei vd., 2018). Küresel CuO' nun büyüklüğü 60-100 nm, CuO nanorotlarının boyutları ise 500 nm genişliğinde ve 3 µm uzunluğunda bulunmuştur.



Şekil 4.4: Yanma yöntemiyle hazırlanan CuO nanopartiküllerinin SEM görüntüsü.



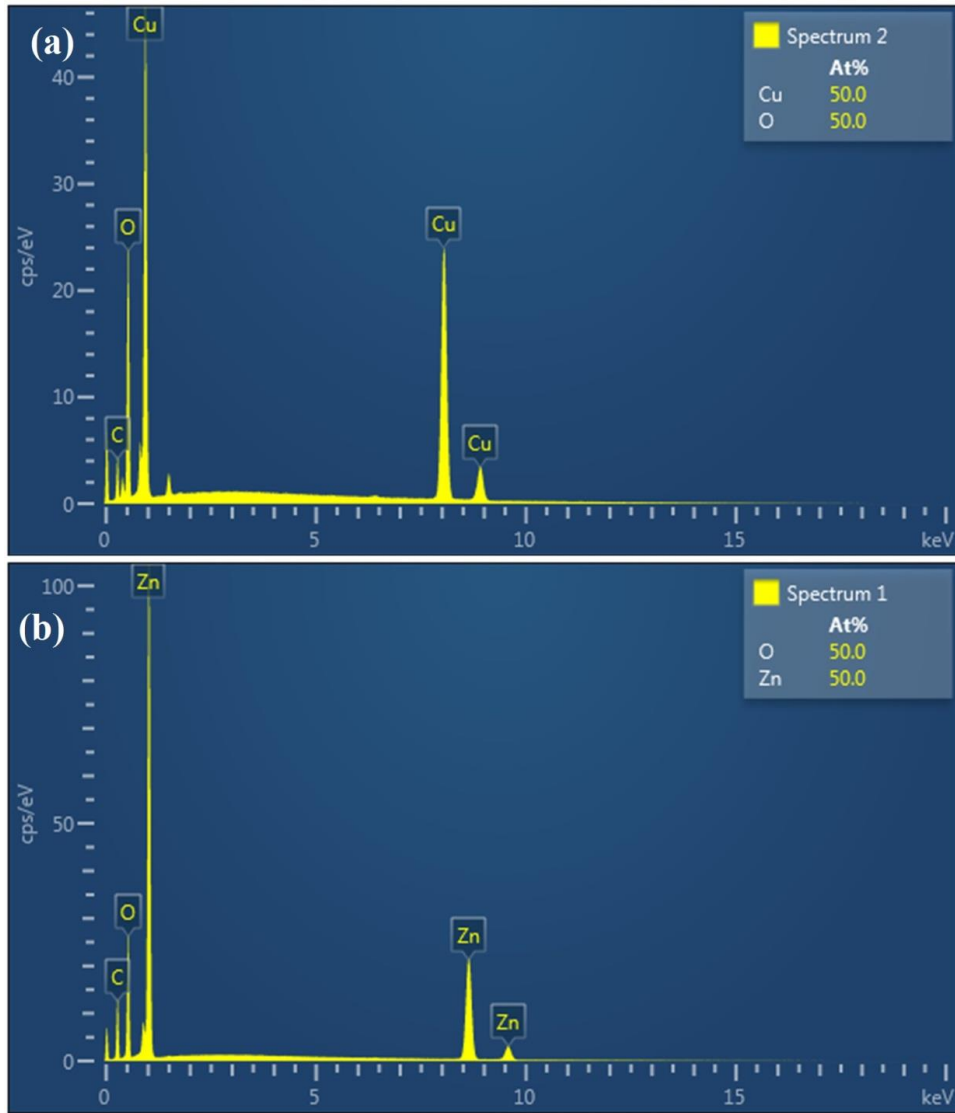
Şekil 4.5: Yanma yöntemiyle hazırlanan ZnO nanopartiküllerinin SEM görüntüsü.

Benzer şekilde, Şekil 4.5, yanma yöntemiyle hazırlanan ZnO nanopartiküllerinin SEM görüntüsü verilmiştir. SEM görüntüsü, ZnO nanoparçacıklarının süngerimsi görüldüğünü ve büyük bir gözenekli yapı oluşturmak üzere birbirine bağlı olarak küresel olduklarını göstermektedir. Hazırlanan ZnO nanopartikülleri çok ince boyutta ve küresel şekildedir. SEM görüntüsüne göre küresel ZnO nanopartiküllerin boyutu 15-19 nm arasında bulunmuştur.

Yapılan bir çalışmada tanecik ebadı 20 nm' den az ise daha çok gerilme gösterdiklerini ve eğer tanecik ebadı 20 nm' den büyükse, taneciklerin daha az gerilme gösterdiğini bildirmişlerdir (Aparna vd., 2012). CuO ve ZnO nanopartiküllerinin SEM görüntülerindeki parçacık boyutuna bakıldığında ZnO nanopartiküllerinin CuO nanopartiküllerden maksimum gerilme gösterdiği sonucuna varılabilir.

4.1.3 Enerji Dağıtıcı Spektroskopisi (EDS)

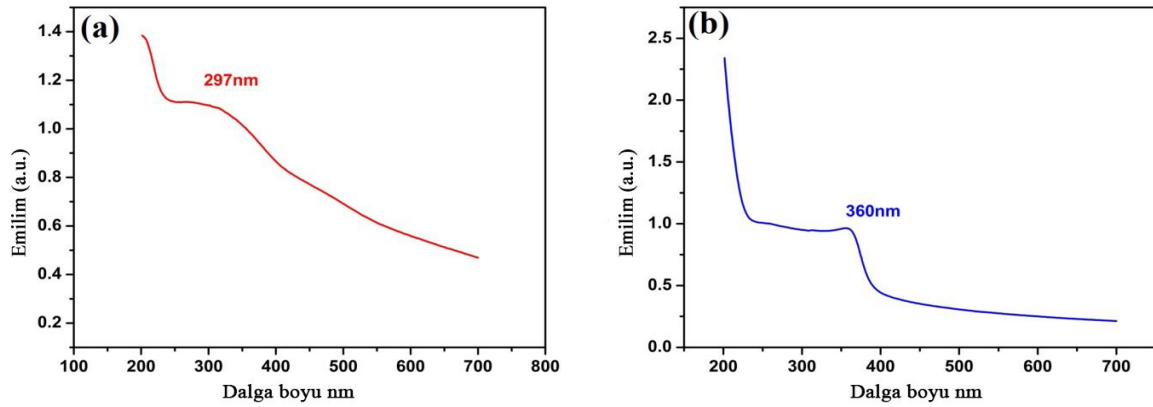
Deneysel çalışmalar sonucu elde edilen metal oksit nanopartiküllerinin element kompozisyonunu incelemek için EDS analizi yapılmıştır. Şekil 4.6 (a) ve Şekil 4.6 (b)' de elde edilen CuO ve ZnO nanopartiküllerinin EDS analizi verilmiştir. Teorik olarak, metallerin atomik yüzdesi (Cu veya Zn) ve oksijen her biri %50 olmalıdır. Şekil 4.6 (a) 'da da görüldüğü gibi analiz sonucunda atomik bakır yüzdesi %50 ve oksijen yüzdesi %50 olduğu tespit edilmiştir. Şekil 4.6 (b)' de de görüldüğü gibi analiz sonucunda çinko ve oksijenin atom yüzdesi sırasıyla %50 ve %50 olduğu tespit edilmiştir. Her iki metal oksit nanoparçacıklarının EDS analizine bakıldığında bunların stokiyometrik olduğu ve teorik değerlerle uyumlu olduğu görülmektedir.



Şekil 4.6: (a) CuO ve (b) ZnO nanoparçacıklarının EDS görüntüleri.

4.1.4 UV-Görünür Spektroskopisi

Deneysel çalışmalar sonucu elde edilen CuO ve ZnO nanopartiküllerinin optik özelliklerini incelemek için UV- Görünür spektroskopisi kullanılmıştır. Şekil 4.7 (a)' da yanma yöntemi ile hazırlanan CuO nanopartiküllerinin UV-Görünür spektrumları verilmiştir. UV- Görünür spektroskopisindeki absorpsiyon bandlarından geçiş tipi ve bant aralığı değeri tespit edilebilir (Essic ve Mather, 1993; Dhineshabu vd., 2016).



Şekil 4.7: Yanma yöntemiyle hazırlanan (a) CuO ve (b) ZnO nanopartiküllerinin UV-görünür spektrumları.

Şekil 4.7 (a) 297 nm' de geniş bir soğurma piki gösterir ve bu da bant boşluğunun CuO' nun temel geçişinden kaynaklandığını doğrular (Dhineshabu vd., 2016). CuO nanopartiküllerinin absorpsiyon spektrumları, elektronların direkt geçişine bağlı olarak yaklaşık 219 nm aralığında zayıf bir temel absorpsiyon bandı görülmektedir (Dhineshabu vd., 2016). Hazırlanan CuO nanopartiküllerinin bant aralığı enerjisi (E), aşağıdaki denklem kullanılarak hesaplanmıştır (Eşitlik 3) (Dharma ve Pisal, 2009).

$$E = \frac{h \times C}{\lambda} \quad (3)$$

Burada, E = Bant aralığı enerjisi

h = Planck sabiti = 6.626×10^{-34} Joule sn

C = Işık hızı = $3,0 \times 10^8$ metre / sn

λ = Dalga boyunu kesin = 297×10^{-9} metre

* Dönüşüm 1eV = $1,6 \times 10^{-19}$ Joule

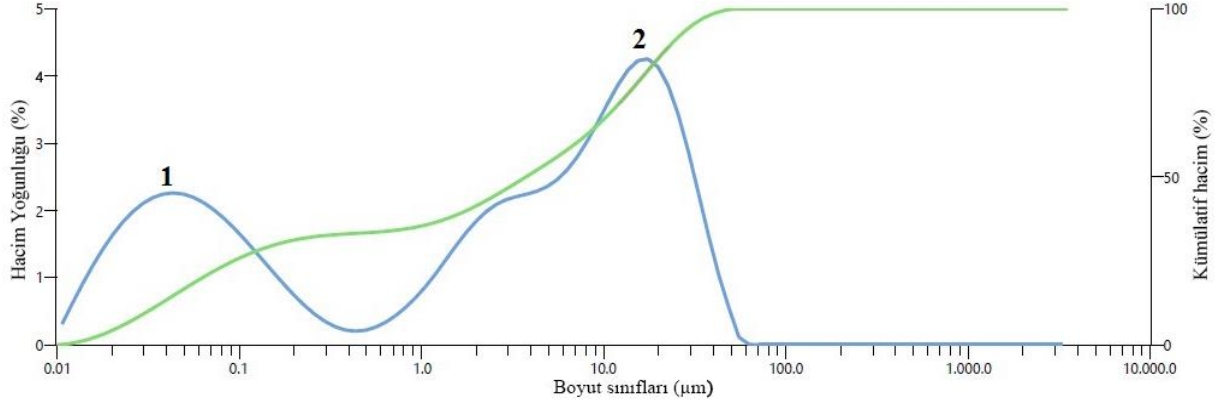
Hesaplanan bant aralığı enerji değeri, 4.18 eV olarak bulunmuştur ve bu 3.5 eV' lik bulk bant aralığı değerinden daha yüksek olduğunu göstermektedir (Dhineshabu vd., 2016). Bu bant boşluğu enerji değeri, boşluk içi durumlarından ve kuantum hapsi etkisinden dolayı artmış olabilir (Dhineshabu vd., 2016). CuO enerji bant aralığı 4 eV'den fazla olduğu için fotokatalizatör olarak kullanılabilir.

Şekil 4.7 (b), yanma yöntemiyle hazırlanan ZnO nanopartiküllerinin UV-Görünür spektrumları verilmektedir. ZnO nanopartiküllerinin UV-Görünür spektrumunda 360 nm dalga boyunda karakteristik bir soğurma piki verilmektedir. ZnO' nun bu temel bant aralığı absorpsiyonu, valans bandından iletken bandına elektron geçişlerinden kaynaklanmaktadır (Zak, 2011; Zak, 2011a). Absorpsiyon piki, nano boyutlu ZnO partiküllerinden dolayı keskin görünür ve partikül büyüklük dağılımı dar ve tek boyutludur (Zhang vd., 2002; Harding, 2006). (ZnO nanopartiküllerinin SEM görüntüsü ile doğrulandığı gibi; Şekil 3.5). Hazırlanan ZnO nanopartiküllerinin bant aralığı enerjisi (E), (2) denklem kullanılarak hesaplanmıştır. ZnO nanopartiküllerinin hesaplanan bant aralığı enerji değeri 3.44 eV olarak bulunmuştur. ZnO nanopartiküllerinin UV bölgesindeki yoğun absorpsiyonundan dolayı, güneş koruyucuları veya antiseptik merhemler gibi tıbbi uygulamalarda kullanılabilir olduğunu ortaya çıkarmaktadır.

4.1.5 Parçacık Büyüklüğü Analizi

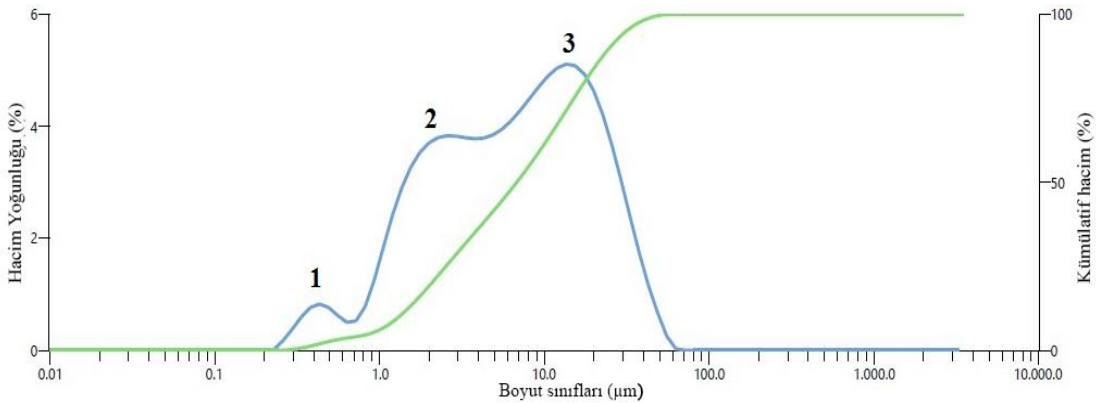
Deneysel çalışmalar sonucu elde edilen CuO ve ZnO nanopartiküllerinin partikül büyüklüğü dağılımını ölçmek için partikül büyüklüğü analizi kullanılmıştır. Damıtılmış su ile ayrı ayrı CuO ve ZnO çözeltileri hazırlanmıştır ve eşit şekilde dağılmış bir çözelti elde etmek için birkaç dakika boyunca ultra-sonikatörde çalkalanmıştır. Cihaz, sadece çözücü (su) kullanılarak arka plan düzeltilmesi ölçülerek sıfıra ayarlanmıştır ve daha sonra ortalama partikül boyutunu ölçmek için CuO ve ZnO çözeltileri ayrı ayrı hücrelere konulmuştur. CuO nanopartiküllerinin partikül büyüklüğü dağılımları Şekil 4.8' de verilmiştir. Şekilde görüldüğü gibi, CuO nanopartiküllerinin partikül büyüklüğü dağılım eğrisi iki güçlü pik (pik 1 ve pik 2) vermiştir. CuO nanopartiküllerinin SEM görüntüsünde, hem küresel hem de çubuk şeklindeki yapı görülmektedir. Parçacık büyüklüğü analizinde CuO nanopartiküller, pik 1' de ince küresel taneciklere karşılık gelirken, pik 2 ise boyutu daha fazla olan çubuk şeklindeki taneciklere karşılık gelmektedir. Pik 1' de CuO

nanopartiküllerin parçacık boyutu ≈ 40 nm olduğu, pik 2' de ise CuO nanopartiküllerinin parçacık boyutu ≈ 15 μm olduğu belirlenmiştir. CuO nanopartiküllerinin partikül büyüklüğü dağılım eğrisinde nano' dan mikrona kadar değişen çok çeşitli partikül boyutu göstermektedir. Bu, yanma sentezi sırasında kapatma maddelerinin bulunmamasından dolayı CuO nanopartiküllerini aglomerasyon yapıda olması sebebiyle bu şekilde bir eğri vermektedir.



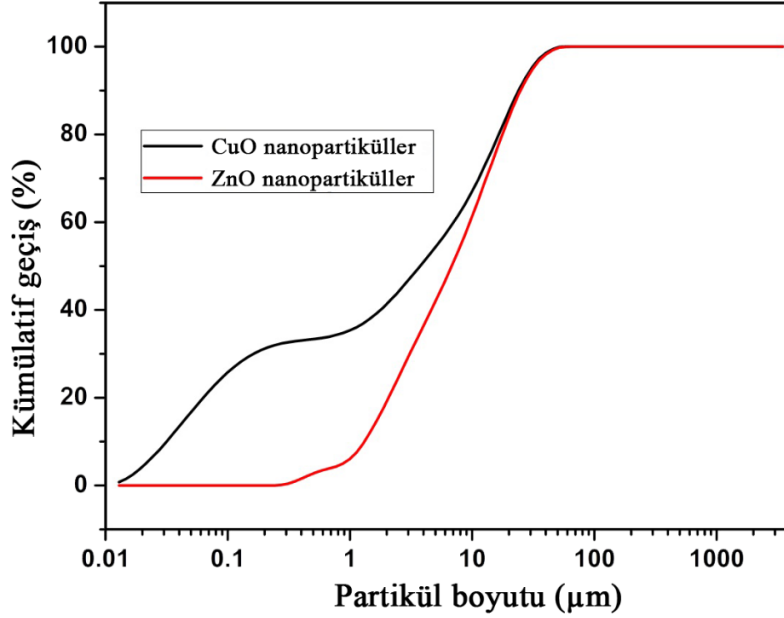
Şekil 4.8: Yanma yöntemiyle hazırlanan CuO nanopartiküllerinin partikül büyüklüğü dağılımları.

Şekil 4.9, yanma yöntemi ile hazırlanan ZnO nanopartiküllerinin partikül büyüklüğü dağılımlarını göstermektedir. ZnO nanopartiküllerinin SEM görüntüsü, neredeyse küresel ve hatta eşit boyutta ZnO nanoyapılarını vermektedir. Fakat parçacık boyutu dağılım eğrisi, üç zayıf pik (pik 1, pik 2 ve pik 3) gösterir ve bu pikler, CuO parçacık boyutu dağılım eğrisindeki pikler kadar güçlü değildir fakat farklı büyüklükteki ZnO nanopartiküllerinin varlığını göstermektedir.



Şekil 4.9: Yanma yöntemiyle hazırlanan ZnO nanopartiküllerinin partikül büyüklüğü dağılımları.

Partikül büyüklüğü analizinde ZnO nanopartikülleri pik 1' de $\approx 0,4 \mu\text{m}$, pik 2' de $\approx 2 \mu\text{m}$ ve pik 3 ise $\approx 13 \mu\text{m}$ partikül boyutuna karşılık gelmektedir. Boyut dağılım eğrisi, kapatma maddelerinin bulunmamasından dolayı çok çeşitli parçacık boyutlarını vermiştir.



Şekil 4.10: Kümülatif geçiş yüzdesine dayanarak CuO ve ZnO nanopartiküllerinin ortalama tanecik boyutları.

Şekil 4.10, kümülatif geçiş yüzdesine dayanarak CuO ve ZnO nanopartiküllerinin ortalama tanecik boyutunu göstermektedir. Grafikten görüldüğü gibi, ortalama CuO nanopartikül partikül ebadı $3.7 \mu\text{m}$, ZnO nanopartikül ebadı $6.8 \mu\text{m}$ olarak bulunmuştur. CuO ve ZnO nanoparçacıklarının spesifik yüzey alanı ise sırasıyla $52380 \text{ m}^2/\text{kg}$ ve $2002 \text{ m}^2/\text{kg}$ olarak bulunmuştur.

4.1.6 Antimikrobiyal Etkinlik: Minimum İnhibitör Konsantrasyon (MIC) ve Minimum Bakterisidal / Bakteriyostatik Konsantrasyon (MBC)

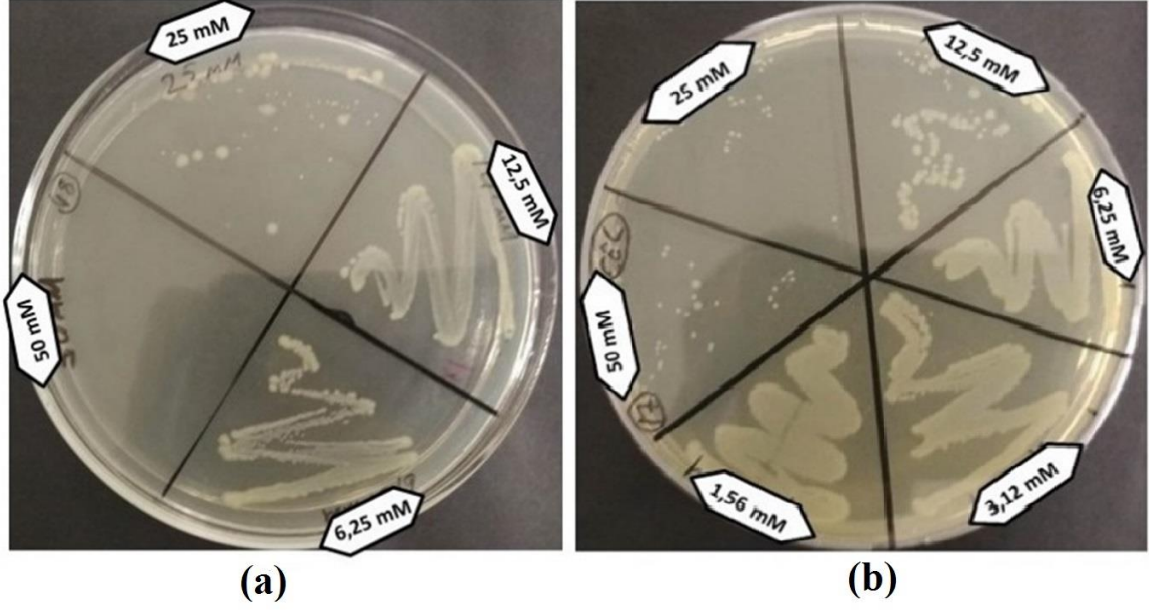
CuO ve ZnO nanopartiküllerinin antibakteriyel özelliklerini incelemek için *Enterobacter aerogenes*, *Klebsiella pneumoniae*, *Escherichia coli* (CFAI), *Enterococcus faecalis*, *Staphylococcus epidermidis*, *Bacillus subtilis* olarak üç gram pozitif ve gram negatif bakteri ile test edilmiştir. Bu çalışmada hazırlanan bakır oksit ve çinko oksit nanopartikülleri, test edilen bakterilerin üremesi için gerekli olan MIC' ı değerlendirmek için analiz edilmiştir. CuO ve ZnO çözeltileri, 50 mg ml^{-1} konsantrasyonunda

hazırlanmıştır. Bakteriyel suşlar Luria Bertani et suyuna aşılama yapılmıştır ve bakteriyel üreme 0.5 McFarland standart bulanıklığına ayarlanmıştır. (1.5×10^8 CFU/ml). LB suyu ve aynı hacimdeki oksitler, 96 kuyu plakasının ilk kuyusuna ilave edilmiştir ve daha sonra iki kat seyreltilmiş oksidasyonlar, 24 saat 37 °C’ de inkübe edilen 96 oyuklu mikroparka kullanılarak 50 mM’ den 1.5625 mM’ ye seyreltilmiştir. UV-Görünür spektrum ile MIC değeri 600 nm olarak belirlenmiştir. Ertesi gün, MIC tahlilinde gözlemlenebilir bakteri üremesinin test edilmediği tüm kuyucuklar, MBC olarak adlandırılan bir başka test için kullanılmıştır. MBC için kuyular seçilmiştir ve LB-Agar plakaların üzerine yerleştirilerek gece boyunca 37 °C’ de üretilmiştir. Daha önce de belirtildiği gibi, CuO ve ZnO nanopartiküllerin antibakteriyel özellikleri, *Enterobacter aerogenes*, *Klebsiella pneumoniae*, *Escherichia coli* (CFAI), *Enterococcus faecalis*, *Staphylococcus epidermidis*, *Bacillus subtilis* olarak adlandırılan altı bakteri suşlarına karşı MIC ve MBC analizleri yapılarak araştırılmıştır. ZnO ve CuO nanopartiküllerinin bakterilere karşı gösterdikleri antibakteril etki tablo 4.1’ de verilmiştir.

Tablo 4.1: Çinko ve bakır oksit konsantrasyonunun antibakteriyel etkisi.

Bakteri türü	50 mM		25 mM		12.5 mM		6.25 mM		3.125 mM		1.5625 mM	
	CuO	ZnO	CuO	ZnO	CuO	ZnO	CuO	ZnO	CuO	ZnO	CuO	ZnO
<i>E.aerogenes</i>	M	M										
<i>K. pneumoniae</i>	*	*	M	M								
<i>E.coli</i> CFAI		M										
<i>E. faecalis</i>	*	M	M									
<i>S.epidermidis</i>	M	M										
<i>B. subtilis</i>	M	M										

M: MIC değeri, *: MBC değeri



Şekil 4.11: (a) CuO' nun *E. faecalis* (b) ZnO' ya karşı *K. Pneumoniae*' ye karşı anti bakteriyel etkisi.

Şekil 4.11' de görüldüğü gibi her iki metal oksit, en çok 50 ile 25 mM konsantrasyonlarında antibakteriyel etki göstermiştir. Sonuçlara göre, her iki oksit nanopartiküller teste karşı antibakteriyel aktivite göstermiştir.

Bakır oksidin antibakteriyel etkinliği farklı çalışmalarda incelenmiştir. Jadhav vd. (2011), Černik vd. (2013) ve Ananth vd. (2015) bakır oksit nanopartiküllerinin gram (-) *E. coli* ve gram (+) *S. aureus*, *Streptococcus iniae*, *Streptococcus parauberis* ve *Vibrio anguillarum* gibi patojen bakterilere karşı antibakteriyel özelliklerini MIC tayini kullanılarak incelemiş ve benzer sonuçlar bildirmişlerdir (Jadhav vd., 2011; Černik vd., 2013; Ananth vd., 2015).

Benzer şekilde, çinko oksit nanopartiküllerinin antibakteriyel aktivitesi Xie vd. (2011) ve Sevinç vd. (2010) farklı konsantrasyonlarda ZnO nanopartikülleri ve benzer sonuçlar bildirmiştir. Kısaca, yanma yöntemiyle hazırlanan hem CuO hem de ZnO nanopartikülleri, önemli antibakteriyel etki gösterir ve bu çalışmada test edilen bazı bakterilere öldürücü etki gösterir. Sonuçlar CuO ve ZnO nanoparçacıklarının, gıda, tarım ve günlük kullanımı korumak için muhtemelen bir antibakteriyel madde olarak tasarlanabileceğini göstermektedir (Sevinç vd., 2010; Xie vd., 2011).

4.2 Yanma Yöntemi İle Sentezlenen Nanopartiküllerin Mikroyapısal Değişimlerin İrdelenmesi

Potti ve Srivastava (2012) tarafından gerçekleştirilen bir çalışmada, yanma yöntemi kullanılarak ZnO nanopartikülleri sentezlenmiştir. ZnO nanopartiküllerini sentezlemek için çözeltide sitrik asit, dekstroz, glisin, oksalil dihidrazit, oksalik asit ve üre gibi farklı yakıtlar kullanılmıştır. XRD, SEM ve UV Görünür spektroskopi analizleri yapılmıştır. Yapılan XRD analizi sonucunda; çeşitli yakıtlarla sentezlenen ZnO partiküllerin tepe noktaları karşılaştırıldığında hekzagonal wurtzite kristal yapıda oldukları görülmüştür. Yapılarda herhangi safsızlıklarla karşılaşılmemiştir. Dolayısıyla sentezlenen ZnO nanopartikülleri saf formdadır. Farklı ZnO nanoyapılara SEM analizi yapılmıştır. SEM analizinde yakıtta göre farklı morfolojilerin olduğu saptanmıştır. Yakıt olarak dekstroz ve üre kullanılarak hazırlanan ZnO nanopartikülleri gözenekli üç boyutlu ağ düzeninde olduğu tespit edilmiştir. Sentezlenen numunelerde dekstroz yakıtı kullanılarak üretilen numuneler en gözenekli yapı iken üre de ise en az gözenekli yapı bulunmaktadır. Oksalik asit ve üre kullanılan yapılarda silindirik nanaopartiküller oluşmuştur. Sitrik asit ve üre olan numuneler topaklanmış nanopartiküllerin olduğu tespit edilmiştir. Bununla birlikte yakıt olarak kullanılan glisin ile elde edilen numuneler en düşük agromerasyon derecesine sahiptir. Aynı zamanda gözlenen morfoloji, sentez işlemi sırasında kullanılan yakıtlara bağlıdır. Ayrıca glisin ve oksalil dihidrazit kullanılarak yapılan deneylerde numuneler çok yüksek partikül boyutlarına sahiptir. Yakıt olarak glisin kullanılarak elde edilen numuneler, diğer yakıtlarla sentezlenen numunelerle kıyaslandığında spesifik yüzey alan en yüksek değerleri göstermiştir. Yapılan UV Görünür spektroskopi analizi yarı iletkenlerin ışığı soğurma kabiliyetini belirlemek için kullanılmıştır. Absorpsiyon 370 nm, 351 nm, 366 nm ve 369 nm bulunmuştur. Tüm numuneler için maksimum absorbans UV bölgesinde olmuştur. ZnO nanopartikül numunelerin tümü UV bölgesinde maksimum emilim göstermiştir. Tüm örneklerin ZnO kütlelerinden daha düşük Eg. yasak bant aralığı değerine sahip olması nedeniyle bu boşluğundaki düşüşün daha yüksek dalga boylu ışığın absorbe olma şansını arttırdığı görülmüştür (Potti ve Srivastava, 2012).

Sadabadi vd. (2013), tarafından bakır oksit nanopartikülleri yanma metodu ile sentezlenmiştir. Bakır (II) oksit (CuO) nanopartiküllerinin sentezlemek için bakır nitrat ve yakıt olarak üre/glisin kullanılmıştır. Yanma işlemi 5 dk ve 30 dk sürelerle 450 °C' de

kalsine edilmiştir. Yapılan XRD ve SEM karakterizasyonları sonucunda; XRD desenine göre yakıt olarak kullanılan üre ve glisinle sentezlenen CuO nanopartiküller monoklinik kristal yapıya da olduğu görülmüştür. SEM analizinde glisin kullanılarak üretilen nanopartiküller dar boyutlu tek kristal yapıda görünürken, üre kullanıldığında ise yapı daha geniş dağılımlı polikristal küçük partiküller görülmüştür (Sadabadi vd., 2013) .

Dong vd., (2015), yanma metodu ile üretilmiş olan CuO nanopartiküllerinde yakıt olarak glisin ve etilen glikol (EG) kullanılmıştır. Yanma sentezi 30 dk süre ile 400 °C sıcaklıkta yapılmıştır. Ayrıca bazı numunelerde yüzey aktif maddesi katılmıştır. Yapılan XRD ve SEM karakterizasyonları sonucunda; XRD analizinde yapılar monoklinik fazda oldukları tespit edilmiştir. Ayrıca farklı yüzey aktif maddeleri eklenerek yapılan numuneler de kristal yapı monoklinikdir. CuO nanopartiküllerinde herhangi bir safsızlık tespit edilmemiştir. CuO' nun glisin ve EG karışım yakıt kullanılarak yanma sentezi ile kristalize edilmiştir. SEM analizde ise herhangi bir yüzey maddesi olmadan sentezlenen CuO nanopartikülleri gözenekli kabarık bir ağ yapısındadır. Bununla birlikte yüzey aktif maddeler kullanılarak sentezlenen yapılar farklı büyüme mekanizması ile olmuştur. Pul benzeri morfolojilere dönüşmüşlerdir. Açıkça yanma işlemi sırasında H₂O buharları, CO₂, N₂ gibi gazların serbest kalması ile SEM görüntülerinde düzünilerce nanometre ve mikrometre arasında değişen büyük miktarda gözenek gözlenmiştir. Bu deneysel çalışmada uygun yakıtın seçilmesi çok önemli olduğu ortaya çıkmıştır. Ürünlerin morfolojisini ayarlamak için yanma işleminde yakıtı düzgün bir şekilde karıştırarak reaksiyon hızını dengelemek için etkili bir yaklaşım sunar (Dong vd., 2015).

Vasei vd. (2018), tarafından yapılan çalışmada ZnO nanopartikülleri sentezleyebilmek için çinko nitrat ve yakıt maddesi olarak setil trimetil amonyum bromür kullanılmıştır. 250 °C' de yanma işlemi yapılmıştır. XRD analizi ile tek fazlı hegzogonal wurtzite yapısı bulunmuştur. Yanmış tozlarda kirlilik fazları için belirgin noktalar bulunmamıştır. Geniş tepe noktaları, kısa yanma sürelerinden kaynaklanan çözeltide yanmış ürünlerin çok küçük kristalizleri ile ilgilidir. Ayrıca yüksek adyabatik yanma sıcaklığın yoğun yansımalarla ortaya çıkabileceği gibi iyi nanopartiküllerin oluşumunda yol açmaktadır. SEM görüntülerinde aglomera olmuş nanopartiküller bulunmaktadır. Yanmış morfolojileri, yanma işlemi sırasında salınan ısıya ve gazlara bağlıdır. Yanmış ürünler çoğunlukla düzensiz şekillerde izotropik parçacıklardan oluşur. Bununla birlikte pul ve çubuk

morfolojileri sıvı ve gaz arasında arayüzey üzerinde parçacıkların anizotropik büyümesi ile oluşabilir. Anizotropik büyüme kabiliyeti, ürün kristal yapısına, yakıt tipi ve içeriğine, pH ve benzeri ile kontrol edilebilen molekül ağırlıklarına, yüzey gerilimine, vizkoziteye vb. çözeltinin kimyasal özelliklerine bağlı olduğu belirlenmiştir. Yakıt içeriğinin artmasıyla birlikte, yanma reaksiyonları ile daha gazlı ürünler elde edilir. Buda ürün sinterleme ile yüzey alanını azaltma eğiliminde olan büyük partikülün yakıt içerisinde parçalanmasıyla daha büyük spesifik yüzey alanını oluşturmaktadır. Yapılan UV Görünür spektroskopi analizinde yanmış ZnO tozlarının mevcudiyetinden farklı ışınlama sürelerinin ardından absorpsiyonu 664 nm bulunmuştur. Ana absorpsiyon piki tahrip olduğundan UV mahruziet süresi artmıştır. Farklı yakıt içeriklerinde yanmış ZnO tozlarının UV görünür spektroskopi analizinde $\lambda < 400$ nm için absorpsiyondaki artış ZnO' nun temel absorpsiyon kenarından kaynaklanmaktadır. Yakıt içeriğinin artmasıyla absorpsiyon kenarlarında, mikroyapısal etkilere ve yüzey kusurlarına atfedilen bir kayma meydana gelir (Vasei vd., 2018).

Jagannatha Reddy vd. tarafından yapılan çalışmada küresel şekilli ZnO nanopartikülleri düşük bir sıcaklıkta, 5 dakika süreyle yanma sentezi yapılmıştır. Daha sonra 500, 700, 900, 1000 °C' lerde 2 saat boyunca bekletilerek ısıl işlem yapılmıştır. XRD analizi yapılmıştır ve bu analiz sonucuna göre en güçlü pikler 1000 °C 2 saat boyunca tutulan ısıl işlemden görülmüştür. Safsızlıklara karşılık gelen herhangi bir tepe noktası görülmemiştir. Agromerasyon nedeniyle ısıl işleme tepe noktaların arttığı görülmektedir. SEM analizi sonucunda dairesel yapıya sahip partiküller olduğu gözlenmiştir. SEM görüntüleri numunede gözenekli ve boşluklu yapıların olduğunu göstermiştir. Bu yanma sırasında reaksiyon karışımından çıkan çok miktardaki gazlardan dolayı olduğu düşünülmüştür. Yapılan UV görünür spektroskopi analizinde absorpsiyon yaklaşık olarak 375 nm çıkmıştır. Çıkan sonuçtaki kayma kafes içerisinde bulunan safsızlık atomlarına bağlı olarak, bant boşluğunda derin olmayan seviyelerin oluşması ile açıklanabilir. Yarı iletkenlerin enerji bantları üzerindeki kuantum etkileri nanokristallerin büyüklüğü, borh yarıçapı kütlesinden daha düşük olduğunda daha belirgin hale gelir. Delik ve elektron arasındaki etkileşimi nanolaşmış katılarda önemli rol oynar. Yük taşıyıcıların kuantum hapsi yarı iletkenlerin değer ve iletim bantları ile değişir (Reddy vd., 2011).

Anandakumar vd. (2013) yaptıkları çalışmada CuO nanoparçacıklarını, yakıt olarak kullanılan malik asit ile enerji verimli ve hızlı bir çözelti yakma tekniği kullanılarak sentezlemişlerdir. XRD analiz sonucunda CuO nanopartiküllerin monoklinik yapıda oldukları belirlenmiştir. SEM analizi sonucunda ise dökme CuO' ların daha az gözenekli olduklarını, CuO nanopartiküllerin ise gözenekli ve topaklanmış oldukları görülmektedir. Gözenek ve boşluklar kaçan gaz miktarında olduğu belirlenmiştir. Aglomerasyon işlemi, partiküllerin yüksek sıcaklıklarda çekirdeklenme oranlarında bir artış nedeniyle gerçekleşmektedir. EDX analiz sonucunda ise CuO nanopartiküller bakırın oksijene düzgün bir şekilde dağıldığını gösterir (Anandakumar vd., 2013).

Bu çalışmada yanma yöntemi ile CuO ve ZnO nanopartikülleri elde edilmiştir. XRD, SEM UV görünür spektroskopi gibi analizler yapılarak nanopartiküllerinin mikroyapısal değişimleri incelenmiştir. Elde edilen ZnO ve CuO nanopartiküllerinin XRD analizleri yapılmıştır. ZnO nanopartikülleri için yapılan XRD analizi sonucunda X-ışını toz kırınım desenleri incelenerek gözlenen pikler ZnO nanopartiküllerinin hegzogonal wurtzite yapısının olduğunu göstermektedir. Toz kırınım desenlerinde genel olarak (100), (002), (101), (102), (110), (103), (200), (112) ve (201) düzlemlerinden kaynaklanan dokuz adet pik gözlenmiştir. ZnO nanopartiküllerinin hegzogonal wurtzite yapısının oluşumunu teyit eden kırınım tepe noktası (100), (002), (101) karşılık gelmektedir. Herhangi bir kirlilik ve tepe noktalarında geniş olan pikler bulunmamaktadır. Yapılan literatür çalışmalarında da çıkan sonuçlara bakıldığında ZnO nanopartiküllerinin hegzogonal wurtzite yapıda olduğu ve son derece saf ve nanokristal yapıların oluştuğu görülmektedir (Reddy vd., 2011; Potti ve Srivastava, 2012; Vasei vd., 2018).

CuO nanopartiküllerinde ise XRD analizi sonucunda X-ışını toz kırınım desenleri incelenerek gözlenen pikler CuO nanopartiküllerinin monoklinik yapıda olduğunu göstermektedir. Toz kırınım desenlerinde genel olarak (110), (002), (111), (202), (020), (202), (113) ve (113) düzlemlerinden kaynaklanan sekiz adet pik gözlenmiştir. Tek fazlı CuO' nun monoklinik yapıya sahip oluşumunu teyit eden (002) ve (111) düzlemlere karşılık gelir. Bu sonuçlar Sadavadi vd. (2013), Dong vd. (2015) ve Anandakumar vd. (2013) makaleleri ile uyum göstermektedir.

SEM analizleri incelendiğinde CuO nanopartiküllerin SEM görüntüsünde yapılar hem

küresel hemde çubuk şeklinde olduğu görülmektedir. Küçük küresel parçacıklar, gözenekli yapılar halinde bulunmaktadır. Bunun sebebi yanma sırasında büyük miktarda gazın salınımı ve yüksek sıcaklıktan olduğu düşünülmektedir. Çubuk şeklinde morfolojinin oluşmasının sebebi ise kimyasal özelliklerden dolayı, sıvı ve gaz arayüzey üzerinde parçacıkların anizotropik büyümesidir. Anandakumar vd. (2013) ve Dong vd. (2015), makalelerinde CuO nanopartiküllerin gözenekli ve topaklanmış oldukları görülmektedir. Gözenek ve boşluklu yapılar kaçan gaz miktarından olduğu belirlenmiştir. Ayrıca küresel CuO' nun büyüklüğü 60-100 nm, CuO nanorotlarının boyutlarının ise sırasıyla 3 µm uzunluğunda ve 500 nm genişliğinde olduğu bulunmuştur. Dong vd. (2015) yaptığı çalışmada yanma işlemi sırasında gazların serbest kalmasıyla nanometre ve mikrometre arasında değişen gözenekli yapılar gözlenmiştir. Bu deneysel çalışmada uygun yakıtın seçilmesi çok önemli olduğu ortaya çıkmıştır. ZnO nanopartiküllerin SEM görüntüsü incelendiğinde ise yapılar küresel olarak birbirine bağlı büyük gözenekli yapıların olduğu görülmektedir. CuO nanopartiküller gibi gözenekli yapıların oluşmasının sebebi yanma sırasındaki gaz miktarından ve yüksek sıcaklıktan dolayı olduğu düşünülmektedir. Potti ve Srivastava (2012), Vasei vd. (2018), Reddy vd. (2011) makaleler ile uyum olduğunu göstermiştir. SEM analizleri sonucunda gözenekli ve küresel yapıli partiküller olduğu gözlenmiştir. Yanma sırasındaki reaksiyon karışımından çıkan çok miktardaki gazlardan dolayı olduğu bildirilmiştir.

ZnO nanopartikülün UV-Görünür spektrumu, 360 nm dalga boyunda ZnO' nun karakteristik bir soğurma tepe noktasını gösterir ve ZnO' nun bu içsel bant boşluğu absorpsiyonu, valans bandından iletim bandına elektron geçişinden kaynaklanmaktadır. Potti ve Srivastava (2012), yaptığı çalışmada absorpsiyon 370 nm, 351 nm, 366 nm ve 369 nm bulunmuştur. ZnO nanopartiküllerinin UV bölgesinde maksimum absorpsiyon gösterdiği sonucuna varılmıştır. Vasei vd. (2018) makalesinde ise yapılan UV Görünür spektroskopi analizinde yanmış ZnO tozlarının mevcudiyetinden farklı ışınlama sürelerinin ardından absorpsiyonu 664 nm bulunmuştur. Ana absorpsiyon piki tahrip olduğundan UV mahruziyet süresinin arttığını bildirilmiştir. Farklı yakıt kullanılarak üretilen ZnO tozlarının absorpsiyon sonuçlarında $\lambda < 400$ nm için absorpsiyondaki artışın ZnO' nun temel absorpsiyon kenarından kaynaklandığı belirtilmiştir. Yakıt içeriğinin artmasıyla absorpsiyon kenarlarında, mikroyapısal etkilere ve yüzey kusurlarından dolayı kayma meydana geldiği sonucuna varılmıştır.

BÖLÜM 5

SONUÇ VE ÖNERİLER

5.1 Genel Sonuçlar

Gerçekleştirilen çalışmada, damıtılmış su içerisinde çinko nitrat ve üre eritilerek hazırlanan çözeltiye, yanma sentezi yapılarak ZnO nanopartiküllerin üretimi gerçekleştirilirken, aynı şekilde damıtılmış su içerisine Bakır (II) nitrat ve üre eritilerek hazırlanan çözeltiye, yanma sentezi yapılarak CuO nanopartiküllerin üretimi gerçekleştirilmiştir. Üretilen nanopartiküller 300 °C’ de yanma işlemine tabi tutulmuştur. Yanma yöntemiyle elde edilen nanopartiküllerin mikroyapısal özellikleri ve antibakteriyel özellikleri incelenmiştir. CuO ve ZnO nanopartiküllerine ait XRD, SEM, EDS, UV-görünür spektroskopisi analizleri ile elde edilen sonuçlar karşılaştırmalı olarak incelenerek değerlendirilmiştir.

Deneysel çalışmalar sonucunda elde edilen genel sonuçlar aşağıda maddeler halinde sıralanmıştır:

1. Yanma sentezi kullanılarak ZnO ve CuO nanopartiküllerinin üretimleri başarılı bir şekilde gerçekleştirilmiştir.
2. ZnO ve CuO nanopartiküllerinin antimikrobiyal etkinliğini incelemek için yapılan minimum inhibitör konsantrasyon (MIC) ve minimum bakterisidal/bakteriyostatik konsantrasyon (MBC) analizlerinde nanopartiküllerin antibakteriyel etki gösterdikleri saptanmıştır.
3. Yanma sentezi ile üretilen ZnO ve CuO nanopartiküllerin XRD analiz sonuçlarına göre CuO nanopartikülleri monoklinik kristal yapıya sahipken, ZnO nanopartiküllerinin ise hegzogonal kristal yapıda olduğu tespit edilmiştir.
4. CuO nanopartiküllerin parçacık boyutu analizinde CuO nanopartiküllerinin ortalama partikül büyüklüğü 3.7 µm olarak belirlenirken, ZnO nanopartiküllerinin ortalama partikül büyüklüğü 6.8 µm olarak belirlenmiştir.

5. ZnO ve CuO nanopartiküllerin mikroyapısal analizleri incelendiğinde CuO nanopartiküllerinin SEM görüntüleri hem küresel hem de çubuk şeklindeki bir yapı gösterirken, ZnO nanopartiküllerinin yalnızca küresel yapı gösterdiği belirlenmiştir. SEM analizlerinde her iki metal oksit nanopartikülün gözenekli bir yapıda görülmüştür. Bu durumun çözümlenmesinde yanma yönteminde gerçekleşen şiddetli gaz çıkışı ve yüksek sıcaklığa bağlı olarak gözenekliliğin oluşmasına sebebiyet verdiği için oluşum gösterdiği tespit edilmiştir. Bunun yanında gerçekleştirilen EDS analizleri neticesinde, sentezlenen iki metal oksit nanopartikülün stokiometrik olarak dengede oldukları ve teorik değerlerle iyi bir uyum içinde oldukları belirlenmiştir.

6. UV- Görünür spektroskopisi analizinde, CuO nanopartiküllerinin 297 nm' de geniş absorpsiyon piki gösterdiği, ZnO nanopartiküllerinin ise absorpsiyon pikini 360 nm' de gösterdiği belirlenmiştir. Her iki nanopartikül için maksimum absorpsiyon UV bölgesinde olduğu tespit edilmiştir. CuO ve ZnO nanopartikül numunelerinin tümü UV bölgesinde maksimum absorpsiyon göstermiştir.

5.2 Öneriler

Bu tez kapsamında elde edilen veriler doğrultusunda gelecekte yapılacak olan çalışmalar için öneriler aşağıda maddeler halinde sunulmaktadır:

1. Yanma sentezi yönteminde farklı sıcaklık, süre vb. test koşullarında deneysel çalışmaların gerçekleştirilerek optimum proses ve test koşullarının belirlenmesi ve karşılaştırmalı verilerin üretilmesi,
2. TiO_2 , CaO , SrO , CdO , NiO gibi farklı nanopartiküllerin antibakteriyel ve kristal yapı, şekil, UV absorplama, bileşim oranı vb. özelliklerinin incelenerek, CuO ve ZnO nanopartiküllerle elde edilen sonuçlarla karşılaştırılması ve en iyi performans gösteren nanopartikül özelliklerinin belirlenmesi,
3. Nanopartiküllerin üretiminde yanma sentezi dışında diğer alternatif üretim yöntemlerinin kullanılarak en olumlu sonuçların elde edildiği üretim yönteminin belirlenmesi ve üretim yöntemlerinin birbirleri ile karşılaştırılarak literatüre kapsamlı veri eldesinin sağlanması,
4. Yanma sentezi yönteminde kullanılan yakıt malzemesi değiştirilerek ZnO ve CuO dışında diğer nanopartiküllerin de üretimleri gerçekleştirilerek, karşılaştırmalı olarak aglomerasyon yapıları gelecek çalışmalarda incelenebilir.

KAYNAKLAR

- Anandakumar, B.S., Reddy, M.B.M., Tharamani, C.N., Pasha, M.A. ve Chandrappa, G.T. (2013). Combustion-derived CuO nanoparticles: an effective and environmentally benign catalyst in the synthesis of aromatic nitriles from aromatic aldehydes. *Chinese Journal of Catalysis*, 34: 704–710.
- Alves, K.A., Bergmann, C.P. ve Berutti, F.A. (2013). Combustion synthesis, Chapter 2. In *Novel synthesis and characterization of nanostructured materials*, Berlin Heidelberg, pp.11-22.
- Aytekin, B. (2015), Yanma Yöntemiyle TiO₂ Sentezi, Karakterizasyonu ve Adsorpsiyon Özellikleri, Hacettepe Üniversitesi, Yüksek Lisans Tezi, Kimya Anabilim Dalı, Ankara, 77 s.
- Ananth, A., Dharaneedharan, S., Heo, M.S. ve Mok, Y.S. (2015). Copper oxide nanomaterials: synthesis, characterization and structure-specific antibacterial performance. *Chemical Engineering Journal* 262: 179–88.
- Allhoff, F., Lin P. ve Moore D. (2017). *Nanoteknoloji Nedir ve Neden Önemlidir?*. 1. Basım, TÜBİTAK Popüler Bilim Kitapları 901, Ankara, 432s.
- Aparna, Y., Venkateswara Rao, K. ve Srinivasa Subbarao, P. (2012). Preparation and characterization of CuO nanoparticles by novel sol-gel technique. *Journal of Nano-and Electronic Physics*, 4: 03005-03005-4.
- Azem, A.N.F. ve Birlik, I. (2018), Sol-jel yöntemi ile hazırlanmış ZnO nanopartiküllerin optimizasyonu. *Dokuz Eylül Üniversitesi-Mühendislik Fakültesi Fen ve Mühendislik Dergisi*, 20 (58), 121-127.
- Altmann, J. (2004). Military uses of nanotechnology: perspectives and concerns. *Security Dialogue*, 35 (1): 61-79.
- Arıç, E. (2010). Nanoyapıda Çinko Oksit Partiküllerinin Üretimi ve Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Anabilim Dalı, İstanbul, 53 s.
- Ateş, H. ve Bahçeci, E. (2015). Nano malzemeler için üretim yöntemleri. *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi Part C: Tasarım ve Teknoloji*, 3 (2): 483-499.
- Bulcke, F. (2015). Synthesis and Characterization of Copper Oxide Nanoparticles and Investigation of Their Effects on the Vitality and Metabolism of Astrocytes, PhD Thesis. Staats-und Universität Bremen.
- Baykara, T. (2016). *Nanoteknolojiler Dünyasına Doğru*, 1. Basım, Nobel Akademik Yayıncılık, Ankara, 437 s.
- Balaguru, R.J.B. ve Jeyaprakash, B.G. (2013). Quantum size effect, electrical conductivity and quantum transport. *NPTEL*, India, pp. 1-12.

- Bhagyaraj, M.S. ve Oluwafemi, O.S. (2018). Nanotechnology: the science of the invisible, Chapter 1. In *Synthesis of Inorganic Nanomaterials*, Eds.; Bhagyaraj S, Oluwafemi O, Kalarikkal N, Thomas S.; Woodhead Publishing, pp. 1-18.
- Černík, M. ve Thekkae Padil, V.V. (2013). Green synthesis of copper oxide nanoparticles using gum karaya as a biotemplate and their antibacterial application. *International Journal of Nanomedicine*, 8 (1): 889-898.
- Choi, C., Tolochko, O. ve Kim, B. (2002). Preparation of iron nanoparticles by chemical vapor condensation. *Materials Letters*, 56 (3): 289–294.
- Ceylan, A., Abdul, K.R. ve Ismat Shah, S. (2007). Inert gas condensation of evaporated Ni and laser ablated CoO. *Journal of Applied Physics*, 101 (9): 294-302.
- Charitidis, C.A., Georgiou, P., Kokoti, M.A., Trompeta, A.F. ve Markakis, V. (2014). Manufacturing nanomaterials: from research to industry. *Manufacturing Review*, 1 (11): 1-19.
- Czerwińska, M. (2014). Military institute of armament technology in zielonka, *Chemik*, Poland, 68 (6); 536–543.
- Celep, Ş. ve Koç, E. (2007). Nanoteknoloji ve tekstilde uygulama alanları. *Ç.Ü Fen Bilimleri Enstitüsü*, 17 (7); 49-52.
- Çağlar, Ö. (2017). Seryum Oksit Nanopartiküllerinin Fungal Üretimi, Yüksek Lisans Tezi, Atatürk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Moleküler Biyoloji ve Genetik Anabilim Dalı, Biyoteknoloji Bilim Dalı, Erzurum, 73 s.
- Carp, O. (2004). Photoinduced reactivity of titanium dioxide. *Progress in Solid State Chemistry*, 32 (1-2), 33–177.
- Doğan, E.Ş. (2016). Kuantum Nokta Yapılarda Elektrik Alan Etkisinin Pertürbasyon Yöntemiyle İncelenmesi, Yüksek Lisans Tez, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Fizik Anabilim Dalını, Konya, 56s.
- Dong, C., Xiao, X., Chen, G., Guan, H. ve Wang, Y. (2015). Morphology control of porous CuO by surfactant using combustion method. *Applied Surface Science*, 349, 844–848.
- Dar, N.G. (2015). Metal Oxide Nanostructures and Their Applications, Phd Thesis, University of Patras Department of Materials Science University of Patras, Greece, 154p.
- Dhineshababu, N.R., Rajendran, V., Nithyavathy, N. ve Vetumperumal, R. (2016). Study of structural and optical properties of cupric oxide nanoparticles. *Appl Nanosci*, 6: 933–939.
- Dharma, J. ve Pisal, A., *Application Note, UV/Vis/NIR Spectrometer*, PerkinElmer, Inc. 940 Winter Street, Waltham, MA 02451, USA.

- Duman, Ş. ve Özkal, B. (2019) Farklı Püskürtmeli Kurutucu Proses Parametreleri ve Çözelti Konsantrasyonunda ZnO Nanopartiküllerin Sentezlenmesi ve Karakterizasyonu, *Academic Platform Journal of Engineering and Science* 7-2, 324-331
- Essic, J. ve Mather, R. (1993). Characterization of a bulk semiconductors band gap via near- absorption edge optical transmission experiment. *Am J Phys*, 61: 646–649.
- Etefagh, R., Rozati, S.M., Azhir, E., Shahtahmasebi, N., Hosseini, A.S. ve Madahi, P. (2017). Synthesis and antimicrobial properties of ZnO / PVA, CuO / PVA, and TiO₂ / PVA nanocomposites. *Scientia Iranica. Transaction F, Nanotechnology*, 24(3):1717-1723.
- Fanfair, D., Desai, S. ve Kelty, C. (2007). The Early History Of Nanotechnology. *Nanotechnology: Content And Context*, 1-15.
- Fernández-García, M., ve Rodriguez, J.A. (2011). Metal oxide nanoparticles. *Encyclopedia of Inorganic and Bioinorganic Chemistry*, 1-22.
- Gürmen, S., Ebin, B., ve İTÜ., M. (2008). Nanopartiküller ve üretim yöntemleri 1. *Metallurji Dergisi*, 150, 31-38.
- Hulla, J., Sahu, S., ve Hayes, A. (2015). Nanotechnology: history and future. *Human and Experimental Toxicology*, 34 (12): 1318-1321 s.
- Harding F. (2006). *Breast cancer: Cause prevention cure*. Aylesbury, Tekline Publishing, 83.
- Jadhav, S., Gaikwad, S., Nimse., N. ve Rajbhoj, A. (2011). Copper oxide nanoparticles: Synthesis, characterization and their antibacterial activity. *Journal of Cluster Science*, 22 (2): 121–29.
- Karthikeyan, S. ve Karuppuswamy, P. (2017). Overview on the methods of preparation of nanoparticles, 5: 2321-9653.
- Loos, M. (2015). Nanoscience and nanotechnology, Chapter 1. In *Carbon Nanotube Reinforced Composites*, William Andrew Publishing, Oxford 1-36 p.
- Matei, A., Țucureanu, V., Popescu, M.C., Romanițan, C., ve Mihalache, I. (2019). Influence of Cu dopant on the morpho-structural and optical properties ZnO nanoparticles. *Ceramics International*, 1-26 p.
- Mukasyan, A.S. ve Dinka, P. (2007). Novel Approaches to Solution–Combustion Synthesis of Nanomaterials, *International Journal of Self-Propagating High-Temperature Synthesis*, 16(1): 23-35.
- Nimesh, S. (2013). Nanotechnology: an introduction. *Gene Therapy*, 1–12 p.

- Nagarajan, R. (2008). Nanoparticles: Building blocks for nanotechnology. Nanoparticles: Synthesis, stabilization, passivation and functionalization, 2–14 p.
- Nam, N.H., ve Luong, N.H. (2019). Nanoparticles: synthesis and applications, Chapter 7 In *Materials For Biomedical Engineering*, 211–240.
- Naplocha, K. (2018). Self-propagating high-temperature synthesis (SHS) of intermetallic matrix composites, Chapter 8. In *Intermetallic Matrix Composites*, Eds.; Mitra R; Woodhead Publishing, Poland, 203–220.
- Ostiguy, C., Roberge, B., Woods, C. ve Soucy, B. (2010). Engineered nanoparticles: current knowledge about ohs risks and prevention measures. Report R-656, second ed., IRSST-Canada, Institut de recherche Robert-Sauvé en santé et en sécurité du travail, 153 p.
- Örün, H. (2018). MnO Nanopartiküllerinin Sentezi, Karakterizasyonu ve Fotokatalitik Proseste Uygulaması, Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Mühendisliği Anabilim Dalını, Konya, 63 s.
- Potti, P.R. ve Srivastava, V.C. (2012). Comparative studies on structural, optical, and textural properties of combustion derived ZnO prepared using various fuels and their photocatalytic activity. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 51 (23), 7948–7956.
- Reddy, A.J., Kokila, M.K., Nagabhushana, H., Chakradhar, R.P.S., Shivakumara, C., Rao, J.L. ve Nagabhushana, B.M. (2011). Structural, optical and EPR studies on ZnO:Cu nanopowders prepared via low temperature solution combustion synthesis. *Journal of Alloys and Compounds*, 509(17), 5349–5355.
- Ramsden, J. (2011). *Nanoteknolojinin esasları*. 1.Basım, ODTÜ Yayıncılık, Ankara, 156s.
- Reddy, A.J., Kokila, M.K., Nagabhushana, H., Rao, J.L., Shivakumara, C., Nagabhushana, B.M. ve Chakradhar, R.P.S. (2011). combustion synthesis, characterization and raman studies of ZnO nanopowders. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 81 (1).
- Rane, A.V., Kanny, K., Abitha, V.K. ve Thomas, S. (2018). Methods for synthesis of nanoparticles and fabrication of nanocomposites, Chapter 5, In *Synthesis of Inorganic Nanomaterials*, 121–139.
- Sönmez, M.Ş. (2019). Çözelti Yanma Sentezi ile Metal Oksit Tozlarının Üretilmesi. *DEUFMD*, 21(63), 697-706.
- Sharon, M. (2019). History of nanotechnology: from prehistoric to modern times. John Wiley ve Sons, 213-270.
- Sadabadi, H., Aftabtalab, A., Zafarian, S., Chakra, S., Rao, K.V. ve Shaker, S. (2013). Influence of fuel and condition in combustion synthesis on properties of copper (II) oxide nanoparticle. *Advanced Materials Research*, 829: 152–156.

- Sharma, B.K., Shah, D.V. ve Roy, D.R. (2018). Green synthesis of CuO nanoparticles using *Azadirachta indica* and its antibacterial activity for medicinal applications. *Mater. Res. Express* 5 (9): 1-20
- Sevinç, B.A. ve Hanley, L. (2010). Antibacterial activity of dental composites containing zinc oxide nanoparticles. *Journal of Biomedical Materials Research - Part B Applied Biomaterials*, 94 (1): 22–31.
- Strambeanu, N., Demetrovici, L., Dragos, D. ve Lungu, M. (2014). Nanoparticles: definition, classification and general physical properties, Chapter 1. In *Nanoparticles Promises and Risks*, Springer International Publishing Switzerland, 3–8.
- Sarıbel, M. (2017). SnO Nanopartiküllerinin Sentezi, Karakterizasyonu ve Fotokatalitik Aktivitesinin İncelenmesi, Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalını, Konya, 60 s.
- Siddiqui, H., Qureshi, M. S. ve Haque, F.Z. (2014). Structural and optical properties of CuO nanocubes prepared through simple hydrothermal route. *International Journal of Scientific & Engineering Research*, 5 (3): 173-177.
- Şahan, N. (2011). Faz Değiştiren Maddelerin Nano Malzemelerle Kullanımının Araştırılması, Çukurova Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Kimya Anabilim Dalı, Adana, 55 s.
- Türker, M. (2002). Asal gaz yoğunlaştırma metodu ile nanoboyutlu Ag tozlarının üretimi ve özelliklerinin değerlendirilmesi. *Turkish J. Eng. Env. Sci*, 26: 147-154.
- Telçeken, Y. ve Bükülmez E. (2016). Dr. Akın Çakmakçı V. tez ödülleri 2016: Sanayide uygulanmış akademik tez çalışmaları, *Türkiye Teknoloji Geliştirme Vakfı (TTGV)*, 76s.
- Yılmaz, E. (2017). Çözelti Yanma Senteziyle Üretilen Vanadyum Oksitlerin İnce Film Kaplanması ve Optik ve Elektrokimyasal Karakterizasyonu, Yüksek Lisans Tezi, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, 89 s.
- Yokoyama, T. (2018). Basic properties and measuring methods of nanoparticles, Chapter 1. In *Nanoparticle Technology Handbook*, 3-47 p.
- Yeşiltepe, D. ve Gürmen S. (2016). Production of nano zinc oxide (ZnO) by hydrothermal method, *TMMOB Metalurji ve Malzeme Mühendisleri Odası Bildiriler Kitabı*, 18. Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi, 297-299 s.
- URL-1 (2019). [http://content.lms.sabis.sakarya.edu.tr/Uploads/48944/49262/nano_\(yeni_malzemeler\)_8._hafta_\(6_4_2016\).pdf](http://content.lms.sabis.sakarya.edu.tr/Uploads/48944/49262/nano_(yeni_malzemeler)_8._hafta_(6_4_2016).pdf), (15.02.2019).
- URL-2 (2019). <http://nanoteknolojinedir.com/upload/files/201303190540Nanoteknoloji-ve-uygulamalari.pdf>, (20.02.2019).
- URL-3 (2019). <http://www.enteknomaterials.com>, (20.02.2019).

- URL-4 (2019). <https://www.nano.gov/you/nanotechnology-benefits>, (22.02.2019).
- URL-5 (2019). <http://www.understandingnano./nanotechnology-energy.html>, (28.02.2019).
- URL-6 (2019). <https://www.nanowerk.com/spotlight/spotid=42713.php>, (28.02.2019)
- URL-7 (2019). <http://www.newwarfare.com/index.php?task=highlight&&id=151>, (01. 03. 2019).
- URL-8 (2019). <https://uterotremulo.blogspot.com/2011/12/historia-da-nanotecnologia.html>, (01.03.2019).
- URL-9 (2019). <http://nanoturkiye.blogspot.com/2008/04/nano-101-tarama-telleme-mikroskopu.html>, (05.03.2019).
- URL-10 (2019). <http://www.trynano.org/about/history-nanotechnology>), (08.03.2019).
- URL-11 (2019). <https://www.azonano.com/article.aspx?ArticleID=3348>, (15.05.2019).
- URL-12 (2019). https://tr.hwnanomaterial.com/99-8-white-pigment-zno-zinc-oxide-nano-powders_p299.html, (15.05.2019).
- URL-13 (2019). <https://www.azonano.com/article.aspx?ArticleID=3395>, (17.05.2019).
- Vardar, D. Ö., Aydın, S. ve Başaran, N. (2018). Kuantum nokta nanopartiküllerin toksik etkilerine genel bakış. *Journal of Literature Pharmacy Sciences*, 7 (1): 82-88.
- Vaseem, M., Umar, A. ve Hahn, Y., (2010). ZnO nanoparticles: growth, properties, and applications, Chapter 4. In *Metal Oxide Nanostructures and Their Applications*, Publisher: American Scientific Publishers, pp. 1-36.
- Verma, M., Kumar, V. ve Katoch, A. (2018). Göstericin based synthesis of CuO nanoparticles and their structural, thermal and optical studies. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 76: 55–60.
- Varma, A., Mukasyan, A.S., Rogachev, A.S., ve Manukyan, K.V. (2016). Solution Combustion Synthesis of Nanoscale Materials. *Chemical Reviews*, 116 (23); 14493–14586.
- Vasei, H.V., Masoudpanah, S.M., Adeli, M. ve Aboutalebi, M.R. (2018). Solution combustion synthesis of ZnO powders using CTAB as fuel. *Ceramics International*, 44 (7): 7741–7745.
- Widiarti, N., Sae, J.K. ve Wahyuni, S. (2017). Synthesis CuO-ZnO nanocomposite and its application as an antibacterial agent. In *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 172
- Wen, W. ve Wu, J.M. (2014). Nanomaterials via solution combustion synthesis: a step nearer to controllability. *RSC Adv.*, 4(101):58090–58100.

- Zaman, S. (2012). Synthesis of ZnO, CuO and Their Composite Nanostructures for Optoelectronics, Sensing and Catalytic Applications, PhD Thesis, Linköping University, Physical Electronics and Nanotechnology Department of Science and Technology, 59 p.
- Zak, A.K., Razali R., Majid, A.W. ve Darroudi, M. (2011). Synthesis and characterization of a narrow size distribution of zinc oxide nanoparticles, *International Journal of Nanomedicine*, 6: 1399–1403.
- Zak, A.K., Abrishami, M.E., Majid, W.A., Yousefi, R. ve Hosseini, S.M. (2011). Effects of annealing temperature on some structural and optical properties of ZnO nanoparticles prepared by a modified sol–gel combustion method. *Ceram Inter*, 37: 393–398.
- Zhang, D.H., Xue, Z.Y. ve Wang, Q.P. (2002). Formation of ZnO nanoparticles by the reaction of zinc metal with aliphatic alcohols, *Journal of Physics D*, 35: 2837–2840.
- Xu, R. ve Su, Q. (2011). High-temperature Synthesis, Chapter 1. In *Modern Inorganic Synthetic Chemistry*, Elsevier, 9–38.
- Xie, Y., He, Y., Irwin, P.L., Jin, T. ve Shi., J. (2011). Antibacterial activity and mechanism of action of zinc oxide nanoparticles against campylobacter jejuni. *Applied and Environmental Microbiology*, 77 (7): 2325–31.

ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler

Adı Soyadı : Yasemin Kamacı
Doğum Yeri ve Tarihi : Gebze, 11.06.1992

Eğitim Durumu

Lisans Öğrenimi : Bartın Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği
Yüksek Lisans Öğrenimi : Bartın Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği
Anabilim Dalı

Bildiği Yabancı Diller : İngilizce

Bilimsel Faaliyet/Yayımlar : Rajendrachari, S., Kamaci Y., Tas R., Ceylan, Y., Savas
Bülbül, A., Uzun, O. and Karaoglanli, A.C. (2019).
Antimicrobial investigation of CuO and ZnO
nanoparticles prepared by a rapid combustion method.
Phys. Chem. Res., 7 (4): 799-812 .
Kamaci, Y., Tas, R., Rajendrachari, S., Karaoglanli,
A.C. (2019). Synthesis of metal oxide nanoparticles by
an effective combustion method, *International Natural
Science, Engineering and Materials Technology
Conference*, Sep 9-10, 2019, İstanbul / TURKEY

İş Deneyimi

Stajlar : Koza Döküm Makine Elektrik San.Tic. Ltd. Şti.,
Akademi Metalurji
Çalıştığı Kurumlar : Koza Döküm Makine Elektrik San.Tic. Ltd. Şti.,

İletişim

E-Posta Adresi : yasemin.kmc24@gmail.com

Tarih : 10/09/2019 (Tez Savunma Tarihi)