

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**NANOYAPIDA ÇİNKO OKSİT PARTİKÜLLERİNİN ÜRETİMİ VE
KARAKTERİZASYONU**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
Elif ARIÇ**

Anabilim Dalı : Metalurji ve Malzeme Mühendisliği

**Programı : Üretim Metalurjisi ve Teknolojileri
Mühendisliği**

OCAK 2010

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**NANOYAPIDA ÇİNKO OKSİT PARTİKÜLLERİNİN ÜRETİMİ VE
KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**Elif ARIĞ
(506081205)**

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 25 Aralık 2009

Tezin Savunulduğu Tarih : 27 Ocak 2010

**Tez Danışmanı : Doç. Dr. Sebahattin GÜRMEN (İTÜ)
Diğer Jüri Üyeleri : Prof. Dr. Cüneyt ARSLAN (İTÜ)
Doç. Dr. Gökhan ORHAN (İÜ)**

OCAK 2010

ÖNSÖZ

Malzemelerin boyutları küçüldükçe üstün özelliklere sahip olduğunun fark edilmesiyle nano boyutlu ileri teknoloji malzemeleri önem kazanmıştır. Bu özellikler partikül boyutunun küçülmesiyle artan yüzey alanının yanında kazanılan üstün manyetik, elektronik, optik, termal, manyetik özelliklerdir. Nano boyutlara inildiğinde gösterdikleri farklı özellikler sayesinde metal oksit partiküllerine ilgi de gün geçtikçe artmaktadır. Bu metal oksit malzemelerden biri olan çinko oksit yarı iletken bir malzemedir. Çinko oksit partiküllerinin yüksek bağlanma enerjisine ve geniş bant aralığına sahip olması en önemli özelliklerindedir ve elektronik sektöründe çok geniş bir alanda kullanılmasını sağlamaktadır. Çinko oksitin çok geniş kullanım alanına sahip olması, üretimi için birçok prosesin geliştirilmesini sağlamıştır. Ultrasonik Sprey Piroliz yöntemi bu yöntemler arasında ekonomik bir yöntem olmasının yanı sıra çok geniş aralıkta değişen kimyasal bileşime, morfolojiye ve boyuta sahip nanoyapıda malzemelerin üretilmesine imkan veren bir yöntemdir.

Bu çalışmada nano boyutlara indiğinde üstün özellikler gösteren çinko oksit nanopartiküllerinin çok yönlü bir yöntem olan ultrasonik sprej pirolizi tekniği ile üretilmesi ve karakterizasyonu hedeflenmiştir.

Ocak 2010

Elif ARIĞ

Metalurji ve Malzeme Mühendisi

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ.....	v
İÇİNDEKİLER.....	vii
KISALTMALAR.....	ix
ÇİZELGE LİSTESİ.....	xi
ŞEKİL LİSTESİ	xiii
ÖZET	xv
SUMMARY.....	xvii
1. GİRİŞ	1
2. NANOTEKNOLOJİ.....	3
2.1 Nanoteknolojinin Tarihçesi.....	3
2.2 Nanopartiküller	4
2.3 Çinko Oksit Nanopartiküllerinin Özellikleri	5
2.4 Çinko Oksit Nanoyapılarının Kullanım Alanları	6
2.4.1 Elektronik Sektörü.....	6
2.4.2 Kimya Sektörü	8
2.5 Çinko Oksit Nanopartiküllerinin Üretim Yöntemleri	9
2.5.1 Buhar taşınım yöntemi.....	9
2.5.2 Kimyasal buhar biriktirme yöntemi	10
2.5.3 Hidrotermal üretim	10
2.5.4 Sol-jel yöntemi	10
2.5.5 Sprey piroliz yöntemi	11
3. ULTRASONİK SPREY PİROLİZ YÖNTEMİ (USP)	13
3.1 USP Yönteminin Genel Çalışma Prensibi	14
3.1.1 Ultrasonik atomizörde damlacık oluşum prensibi.....	14
3.1.2 Damlacık oluşum modeli	15
3.1.3 Damlacıktan partiküle dönüşüm modeli.....	16
3.2 USP Yönteminde Etkin Faktörler	16
4. KONU İLE İLGİLİ DAHA ÖNCE YAPILAN ÇALIŞMALAR.....	19
5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	21
5.1 Kullanılan Malzeme ve Teçhizat	21
5.2 Deneylerin Yapılışı.....	22
6. DENEYSEL SONUÇLAR VE İRDELENMESİ	25
6.1 Termal Parçalanma Sıcaklığının Etkisi	25
6.1.1 Çinko asetat çözeltilerinden elde edilen partiküller- çalışma sıcaklığı	25
6.1.2 Çinko nitrat çözeltilerinden elde edilen partiküller- çalışma sıcaklığı.....	27
6.2 Başlangıç Çözelti Konsantrasyonunun Etkisi.....	31
6.2.1 Çinko asetat çözeltilerinden elde edilen partiküller- başlangıç çözelti konsantrasyonu	31

6.2.2 Çinko asetat çözeltilerinden elde edilen partiküller- başlangıç çözelti konsantrasyonu.....	33
6.3 Farklı Başlangıç Çözeltileri Kullanımının Çinko Oksit Nanopartikülleri Üzerine Etkisi.....	35
6.4 X-Işınları Analizi	38
6.5 Bant Aralığı Ölçümü.....	41
6.6 Partikül Oluşum Mekanizması	41
7. GENEL SONUÇLAR VE DEĞERLENDİRMELER.....	45
KAYNAKLAR.....	47
TEŞEKKÜR	51
ÖZGEÇMİŞ.....	53

KISALTMALAR

nm	: Nanometre
ZnO	: Çinko oksit
µm	: Mikrometre
VLS	: Buhar Taşınım Yöntemi
USP	: Ultrasonik Sprey Piroliz
CENG	: Grenoble Nükleer Araştırma Merkezi
MHz	: Megahertz
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
EDS	: Enerji Dağılım Spektrometresi
XRD	: X-ışınları Difraksiyonu
eV	: Elektronvolt

ÇİZELGE LİSTESİ

Sayfa

Çizelge 5.1 : Çinko nitrat başlangıç çözeltisi- çalışma koşulları	23
Çizelge 5.2 : Çinko asetat başlangıç çözeltisi- çalışma koşulları	23

ŞEKİL LİSTESİ

Sayfa

Şekil 2.1 : Nanoteknolojinin kullanıldığı boyut aralığı	3
Şekil 2.2 : Hekzagonal ZnO yapısı.....	5
Şekil 2.3 : Nanoyapıda ZnO'nun LED uygulaması	8
Şekil 2.4 : Yukarıdan aşağı ve aşağıdan yukarı nanopartikül üretim yöntemleri	9
Şekil 3.1 : USP yönteminin şematik gösterimi	14
Şekil 3.2 : Ultrasonik atomizasyonla damlacık oluşumunun 3 boyutlu simülasyonu	15
Şekil 5.1 : (a) Çinko nitrat tuzu ve (b) çinko asetat tuzu.	21
Şekil 5.2 : (a) Ultrasonik atomizör ve (b) güç kaynağı.	22
Şekil 5.3 : Deney düzeneği	22
Şekil 5.4 : Partiküllerin gaz yıkama şişelerinde toplanması	24
Şekil 6.1 : 0,8 M çinko asetat çözeltisinden farklı termal parçalanma sıcaklıklarında üretile çinko oksit nanopartiküllerinin SEM görüntüleri (a) 400, (b) 600, (c) 800 ve (d) 1000°C.	26
Şekil 6.2 : 0,8M çinko asetat çözeltisinden farklı termal parçalanma sıcaklıklarında (a) 400, (b) 600, (c) 800 ve (d) 1000°C üretilen partiküllerin EDS analizleri.....	27
Şekil 6.3 : Farklı termal parçalanma sıcaklıklarında (a) 600°C , (b)800°C ve (c)1000°C 0.8M çinko nitrat çözeltilerinden oluşan çinko oksit nanopartiküllerinin SEM görüntüleri.....	28
Şekil 6.4 : Farklı termal parçalanma sıcaklıklarında (a) 600°C , (b)800°C ve (c)1000°C 0.8M çinko nitrat çözeltilerinden oluşan çinko oksit nanopartiküllerinin EDS analizleri.	29
Şekil 6.5 : 400°C'de 0.8M çinko nitrat çözeltisinden oluşan çinko oksit nanopartiküllerinin TEM analiz görüntüleri.	30
Şekil 6.6 : 1000°C'de 0.8M çinko nitrat çözeltisinden oluşan çinko oksit nanopartiküllerinin TEM analiz görüntüleri.	30
Şekil 6.7 : USP yöntemiyle (a) 0,05 M, (b) 0,1 M, (c) 0,2 M, (d) 0,4 M ve (e) 0,8M konsantrasyonlara sahip çinko asetat çözeltilerinden üretilen çinko oksit nanopartiküllerinin SEM görüntüleri.....	31
Şekil 6.8 : USP yöntemiyle (a) 0,05 M, (b) 0,1 M, (c) 0,2 M, (d) 0,4 M ve (e) 0,8M konsantrasyonlara sahip çinko asetat çözeltilerinden üretilen çinko oksit nanopartiküllerinin EDS analizleri.	33
Şekil 6.9 : USP yöntemiyle (a) 0,1 ve (b) 0,8M çinko nitrat çözeltilerinden üretilen çinko oksit nanopartiküllerinin SEM görüntüleri.....	34
Şekil 6.10 : USP yöntemiyle (a) 0,1 ve (b) 0,8M çinko nitrat çözeltilerinden üretilen çinko oksit nanopartiküllerinin EDS analizleri	34
Şekil 6.11 : Aynı çalışma koşullarında farklı başlangıç çözeltileri (a) çinko nitrat ve (b) çinko asetat kullanılarak hazırlanan çinko oksit nanopartiküllerinin SEM görüntüleri.	35

Şekil 6.12 : Aynı çalışma koşullarında farklı başlangıç çözeltileri (a) çinko nitrat ve (b) çinko asetat kullanılarak hazırlanan çinko oksit nanopartiküllerinin EDS analizleri.	37
Şekil 6.13 : Farklı sıcaklıklarda (400, 600, 800 ve 1000°C) 0,8 M çinko nitrat çözeltisi kullanılarak USP yöntemiyle üretilen çinko oksit nanopartiküllerinin X-ışınları difraksiyon paternleri	38
Şekil 6.14 : Farklı sıcaklıklarda (400, 600, 800 ve 1000°C) 0,8 M çinko asetat çözeltisi kullanılarak USP yöntemiyle üretilen çinko oksit nanopartiküllerinin X-ışınları difraksiyon paternleri	39
Şekil 6.15 : Farklı çinko nitrat çözeltisi konsantrasyonlarında (0,05 ve 0,8 M), 600°C’de USP yöntemiyle üretilen çinko oksit nanopartiküllerinin XRD paternleri	40
Şekil 6.16 : Farklı çinko asetat çözeltisi konsantrasyonlarında (0,05- 0,8 M), 400°C’de USP yöntemiyle üretilen çinko oksit nanopartiküllerinin XRD paternleri	40
Şekil 6.17 : Termal parçalanma ile elde edilen birincil partiküllerin SEM görüntüsü.	42
Şekil 6.18 : Farklı sıcaklıklarda oluşan farklı yapılar [(a) 0,8M çinko nitrat çözeltisi, 800°C, (b)0,8 M çinko asetat çözeltisi 600°C]	42

NANOYAPIDA ÇİNKO OKSİT PARTİKÜLLERİNİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

ÖZET

Nanoteknolojinin insanlığın yakın geleceğinde yaratacağı değişiklik sadece ana hatları ile tahmin edilebilir. 100 nanometreden daha küçük boyuta sahip partiküller genel olarak nanopartiküller olarak adlandırılırlar.

Çinko oksit son yıllarda yaygın bir şekilde araştırılan yarıiletken bir malzemedir. Tipik bir yarıiletken olması elektronik alanında birçok teknolojik uygulamada kullanılmasını sağlarken, diğer birçok alanda da kullanımını mümkün kılmaktadır. Nanoyapıdaki çinko oksit, geniş iletim bandı, kimyasal ve termal kararlılığı, çeşitli gazlara karşı yüksek duyarlılığı ve yüksek bağlanma enerjisi gibi özellikler çinko oksit nanopartiküllerinin kullanımını arttırmaktadır.

Nanoteknolojik malzemelerin çıkış noktasını oluşturan nanopartiküllerin üretimi için birçok farklı yöntem geliştirilmiştir. Bu yöntemler arasında Ultrasonik Sprey Piroлиз (USP) tekniği çok geniş aralıkta değişen kimyasal bileşime, boyuta ve morfolojiye sahip küresel partiküllerin üretilmesine imkan veren çok yönlü bir yöntemdir.

Bu çalışmada; çinko oksit nanopartiküllerinin USP tekniği ile üretiminde başlangıç malzemesi olarak yüksek safiyette farklı çinko tuzları kullanılmıştır. Üretilen çinko oksit nanopartiküllerinin boyutunu ve morfolojisini etkileyen birçok parametre vardır. Bunların başlıcaları; başlangıç çözeltisinin konsantrasyonu ve termal parçalanma sıcaklığıdır. Çinko oksit nanopartiküllerinin boyut ve morfolojileri 1,6 MHz'lik ultrasonik frekans ve 0,5 l/dak hava akış debisi koşullarında; termal parçalanma sıcaklığına ve başlangıç çözeltisi konsantrasyonuna bağlı olarak incelenmiştir.

PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF NANOSTRUCTURED ZINC OXIDE PARTICLES

SUMMARY

The innovations of nanotechnology to huminity's near future can be predicted only with its main lines. The particles which have sizes less than 100 nanometers are generally called as nanoparticles.

Zinc oxide, which has been extensively investigated during the last years, is a semiconductor material. When zinc oxide is a typical semiconductor, which is an electronic material for a wide range of technological applications, zinc oxide also used for more application in different areas. Its wide optical band gap, chemical and thermal stability, high sensitivity to many gases, large binding energy makes zinc oxide nanoparticles more effective.

The nano particles which are the starting point of the nanotechnology materials can be produced by different methods. One of them is Ultrasonic Spray Pyrolysis (USP) technique that allows synthesizing fine nanoparticles in a wide range of composition, size and morphology.

In this study, zinc oxide nanoparticles will be synthesized with USP technique by using high purity different zinc salts. There are many parameters that affect the final product size and morphology. The main parameters are precursor concentrations and thermal decomposition temperature. The dependence of the zinc oxide particles size and morphology to the precursor concentration and thermal decomposition temperature were investigated under 1.6 MHz ultrasonic frequency and 0.5 l/min air flow rate condition.

1. GİRİŞ

Geleceğin teknolojisi olarak görülen, interdisipliner çalışmayı ön plana çıkaran ve günlük hayatımıza girmiş olan “Nanoteknoloji” alanında nano boyutlu metal partiküllerinin kullanımı ile geliştirilen ileri teknoloji malzemelerinin kullanımı son yıllarda giderek artmaktadır. 100 nanometreden daha küçük boyuta sahip partiküller genel olarak nanopartiküller olarak adlandırılırlar. Nano boyutlu metal ve metaloksit partikülleri, ileri teknoloji malzemelerinin vazgeçilmez hammaddeleri olup, uygulama alanları çok değişik sektörler yayılmış durumdadır. Bilişim ve haberleşme, uzay-havacılık, otomotiv, elektrik-elektronik, kimya, çevre, enerji, biyoloji, genetik mühendisliği ve savunma sanayii en önemli uygulama alanlarıdır [1]. Nanoteknolojinin amaçları; nanometre ölçekli yapıların analizi, nanometre boyutunda yapıların fiziksel özelliklerinin anlaşılması, alışılandan farklı ve üstün malzeme özellikleri ve üretim süreçlerinin elde edilmesi, daha dayanıklı, daha hafif ve daha hızlı yapılar elde etmek ve daha az malzeme ve enerji kullanımına olanak sağlamaktır [2].

Yapılan çalışmalar metal ve metaloksit nanopartiküllerinin boyutlarına, şekillerine, yüzey bileşenlerine ve yüzeydeki atomik düzenlenmelerine bağlı olarak üstün elektronik, manyetik, optik, kimyasal ve katalitik özelliklere sahip olduğunu göstermektedir [3,4].

Çinko oksit çok amaçlı inorganik bir malzemedir. Çinko oksit partikülleri son yıllarda yüksek geçirgenlik, piezoelektrik özellik, yarıiletkenlikte geniş bant aralığı, oda sıcaklığında ferromanyetizma, kimyasal duyarlılık özelliklerine ve özel yüzey, hacim ve kuantum boyut etkisine sahip olmasına bağlı olarak çok dikkate alınmaya başlanmıştır [5,6]. Bu özelliklerden çinko oksitin yarıiletkenlikte 3,37 eV bant aralığına sahip olması ve diğer yüksek bant aralığına sahip malzemelerle karşılaştırıldığında (ZnSe (20meV), GaN (21meV)) 60 meV gibi büyük bir bağlanma enerjisine sahip olması birçok uygulamada iyi bir aday olmasını sağlamaktadır [7,8]. Bunların yanında, çinko oksit nanopartiküller fotokatalitik özelliktedir ve güneş ışığında organik kirliliği ayrıştırabilir [6,9]. Çinko oksit partiküller yeni

katalizörlerin, sensörlerin, piezoelektrik güç çeviricilerinin, geçirgen iletkenlerin ve yüzey dalga araçlarının üretiminde de çok büyük bir rol oynamaktadır [10].

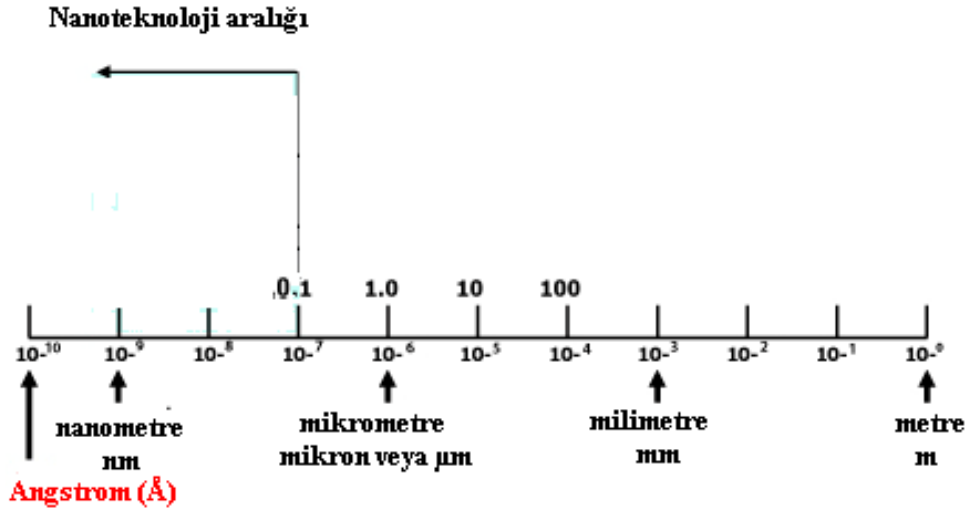
Çinko oksit nanopartiküllerinin üstün özellikleri ve geniş kullanım alanlarının var olmasından ötürü araştırmacılar tarafından birçok üretim yöntemi geliştirilmiştir. Bunlar; sol-jel metodu, mikroemülsiyon sentezi, mekanokimyasal proses, sprej pirolizi ve kurutma, organik başlangıç çözeltilisinin termal dekompozisyonu, RF plazma sentezi, süperkritik akışkan prosesi, hidrotermal proses, buhar taşınım prosesi, sono-kimyasal ve mikrodalgayla sentez yöntemleridir [11]. Kullanılacak metodun düşük maliyetli olması, sürekli bir işlem olması ve yüksek üretim oranına sahip olması üretim yönteminin seçiminde önemli olan etmenlerdir. Kullanım kolaylığı, morfoloji ve kimyasal kompozisyonun rahat kontrolü gibi etkenlerden dolayı ultrasonik sprej pirolizi yöntemi farklı içerikli metalik ve oksit esaslı nanopartiküllerin üretimi için uygun bir tekniktir [12,13].

Ultrasonik Sprej Piroliz Tekniği özellikle ince film üretimiyle ve medikal alandaki uygulamalarıyla bilinmektedir. Bunun yanı sıra, bu yöntemle mikron altı partiküllerin üretimi son 20 yıldır gerçekleştirilmektedir. Ultrasonik atomizasyon tekniği özellikle üstün kaliteli yarıiletken oksit ince filmlerinin üretiminde ön plana çıkmıştır [14]. Sprej piroliziyle ince partiküller oluşturmak için, başlangıç çözeltilisi olarak genellikle ürünün metal tuzu çözeltilisi kullanılır.

Bu çalışmanın amacı; nano boyutlara ulaştığında üstün özellikler kazanan çinko oksit nanopartiküllerinin, USP yöntemiyle çinko metal tuzlarını başlangıç malzemesi olarak kullanarak üretimidir. Çinko oksit nanopartikülleri farklı başlangıç çözeltileri kullanılarak 1,6 MHz'lik ultrasonik frekansa sahip atomizör kullanılması ve 0,5 l/dak hava akış debisi koşullarında; termal parçalanma sıcaklığının ve başlangıç çözelti konsantrasyonunun partikül boyutu ve morfolojisine etkisi araştırılmıştır.

2. NANOTEKNOLOJİ

Bilimsel olarak metrenin milyarda biri büyüklüğünü temsil eden nano teknik ölçü birimi, Latince’de cüce anlamına gelmektedir. Şekil 2.1’de boyut aralığının şematik görünümü verilmektedir.



Şekil 2.1 : Nanoteknolojinin kullanıldığı boyut aralığı [15].

Nanoteknoloji; maddelere metrenin milyarda biri büyüklüğündeki yapılara inerek yeni özellikler kazandıran, atomların tek tek kullanılarak, yalnızca çalışabilen değil, iş gören, makro, farklı niteliklere sahip aygıtların üretilmesi ve kullanılmasını amaçlayan bir alandır. Nanoteknolojide yapılar 100nm’den küçüktür ve bu 100 nm insan saçının kalınlığının 1000’de biri kadardır. Bu 1-100nm aralığındaki partiküller nanopartiküller olarak tanımlanmaktadır [16,17].

2.1 Nanoteknolojinin Tarihçesi

Günümüzde hemen hemen her sektöre damgasını vurmakta olan ve giderek hızlı bir şekilde yaşam alanımızın her kesiminde boy gösteren nanoteknolojinin temelleri birkaç yüz yıl önce farklı alanlarda ortaya çıkmıştır. Geçmiş yıllardan nanoteknoloji teriminin oluştuğu güne doğru geldiğimizde bilgisayar devrelerinin küçülmüş

olduğunu, biyokimyacıların moleköl kökenli yapılar üzerinde çalışmış ve bu yapıları nasıl kontrol edebileceklerini öğrenmiş olduklarını, kimyasalların daha kompleks hale getirilebilmiş olduğunu görüyor olmamız nanoteknolojinin temelinin yıllar öncesine dayandığını göstermektedir [18].

29 Aralık 1959'da Amerikan Fizik Cemiyetinde Richard Feynman'ın Amerikan Fizik Topluluğu'na yaptığı "Aşağıda Daha Çok Yer Var" adlı konuşması nanoteknolojinin başlangıcı olarak değerlendirilmektedir. Feynman bu konuşmasında atomları ve molekülleri çok hassas aletlerle manipüle ederek, çok küçük boyutlarda operasyon yapılabileceğinden küçük boyutlarda yerçekimi gibi kanunlarının öneminin azalacağından, Van der Waals gibi mikro düzeydeki zayıf kuvvetlerin daha önemli hale geleceğinden bahsetmiştir. 1974 yılında, Nanoteknoloji terimi ilk kez Norio Taniguchi tarafından yazılan "Temel Nano-Teknoloji Konseptleri" adlı makalede kullanılmıştır. Norio Taniguchi nanoteknolojiyi: "Atom-atom ya da moleköl-moleköl ayırma, birleştirme, bozma sürecine nanoteknoloji denir" şeklinde tanımlamıştır. Yine 1974 yılında Finlandiya'da Dr. Tuomo Suntola ve arkadaşları tek atom katmanından oluşan ince film üretimi için atomsal katman kaplama prosesini geliştirmişlerdir. K. Eric Drexler 1981 yılında ilk nanoteknoloji makalesini yayınlamıştır. Yine 1981 yılında, taramalı tünelleme mikroskobu (STM) Gerd Binnig ve Gerhard Rohrer tarafından üretilmiştir. 1986 yılında, atomik kuvvet mikroskobu (AFM) Binnig, Quate ve Gerber tarafından bulunmuş ve Drexler'in yazdığı ilk nanoteknoloji kitabı olan "Engines of Creation" bu yılda yayınlanmıştır. 1989'da ilk nanoteknoloji dergisi olan ve hala yayınlanan "Nanotechnology" adlı dergi yayınlanmaya başlamıştır [18-20].

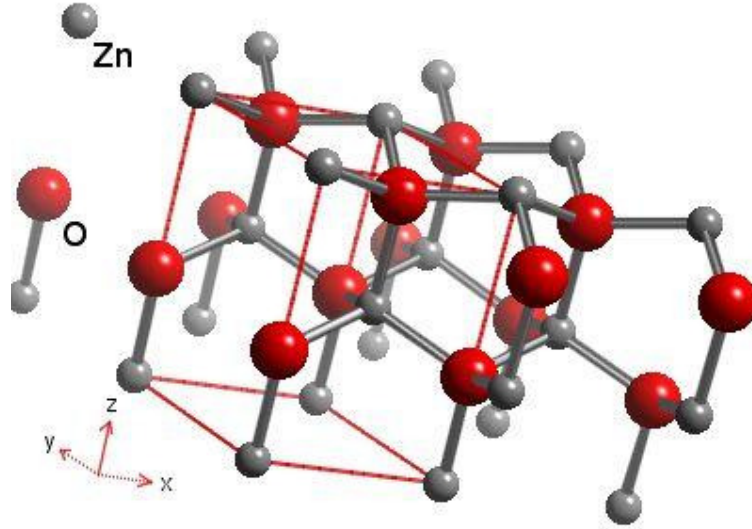
2.2 Nanopartiküller

1-100nm boyuta sahip olan nanopartiküller, kuantum etkileri sayesinde malzemenin hacimsel hali ile karşılaştırıldığında yeni ve kayda değer fiziksel ve kimyasal özellikler gösterdiğinden büyük ilgi uyandırmaktadırlar. Nano boyutlu partiküller benzersiz özelliklere sahip olmaları nedeniyle malzeme biliminde çok önemli hale gelmişlerdir ve disiplinlerarası araştırma alanlarının ortak yanını oluşturmaktadırlar. Nanopartiküllerin reaktiflikleri boyutlarına, şekillerine, yüzey bileşimlerine ve yüzey atomik dizilimlerine göre değişmektedir ki, nanopartiküllerin yüzey/hacim oranlarının yüksek olması, yapıya üstün mekanik, manyetik, optik, termal ve

elektriksel özellikler kazandırmaktadır [3,21]. Örneğin, fotovoltaik hücrelerde solar radyasyon absorpsiyonu nanopartikül bileşimli malzemelerde ince filmlere göre daha yüksektir. Bu bize nanopartiküllerin daha iyi solar absorblayıcı olduğunu göstermektedir [22]. Nanopartiküllere olan ilgi elektronik, kimya veya makine endüstrisindeki süperiletkenler, katalizör, ilaç taşıyıcı, sensör, manyetik malzemeler, pigment, yapısal ve elektronik malzeme uygulamalarındaki kullanımıyla artmaktadır [12].

2.3 Çinko Oksit Nanopartiküllerinin Özellikleri

Çinko oksit (ZnO) geleceğin malzemesi olarak gösterilmektedir. Oda sıcaklığında 3,4eV geniş iletim bant aralığına ve 60meV gibi büyük bir bağlanma enerjisine, 0,4-2 μ optik dalga boyu aralığında yüksek geçirgenliğe sahiptir. 3,4eV daha büyük iletim bant aralığına sahip bileşikler bulunsun da, 60meV gibi bir bağlanma enerjisi değerine sahip olması, optik pompalama için düşük eşik değerine sahip olması, radyasyon direnci ve biyo-uyumluluğu gibi özellikleriyle birçok aygıt yapımı için ideal bir adaydır. Ergime noktası yaklaşık 1975°C, atom ağırlığı 81.408 g/mol, yoğunluğu 5.606 g/cm³ ve ısı kapasitesi 40,3J/mol K'dir. Hekzagonal kristal yapıdaki ZnO'nun şematik görünümü Şekil 2.2'de verilmektedir [8,23,24].



Şekil 2.2 : Hekzagonal ZnO yapısı [24].

ZnO toksik olmaması ve cilde uyumlu olması; UV azaltıcı etkisi gibi özellikleri ile insan sağlığı ile ilgili alanda da kullanımını beraberinde getirmektedir[25]. ZnO

nanopartiküllerinin sıvı ve organik çözücüler ile uyumluluk göstermesi birçok malzeme prosesine katılımını ve geniş bant aralığına sahip olması ise nano ölçekli optoelektronik ve piezoelektrik nanojenaratörlerle birlikte biyoteknolojide kullanılmasını sağlamaktadır [25,26].

2.4 Çinko Oksit Nanoyapılarının Kullanım Alanları

Geniş bant aralığına sahip yarıiletkenliği, yüksek mekanik, termal ve kimyasal kararlılığı, yüksek bağlanma enerjisi, düşük fiyatı, elektriksel, optoelektronik ve piezoelektrik özellikleri, uygun elementlerle doplandığında gösterdiği yüksek iletkenlik özellikleri ZnO nanoyapılarının çok geniş uygulama alanlarında kullanımını mümkün kılmaktadır [27,28].

2.4.1 Elektronik sektörü

ZnO nanoyapılarının elektronik sektörü için önemi üstün özelliklerine bağlı olarak her geçen gün artmaktadır. Varistör yapımında ZnO nanopartiküllerinin kullanılmaları elektronik sektöründeki uygulama alanlarından biridir. Varistörlerin görevleri yüksek gerilim hatlarında ve elektronik devrelerde ani voltaj yükselmelerine karşı koruma sağlamaktır. Bu cihazlar düşük maliyet ve yüksek güvenilirliğe sahiptirler. ZnO varistörler yüksek lineer olmayan akım-voltaj özellikleri ve enerji tutabilme kapasitelerinden dolayı düşük akım elektronik devrelerinde dalga absorblayıcı olarak kullanılırlar. Varistörlerin kritik voltajları tane boyutuyla ilgilidir. Küçük boyuttaki ZnO partikülleri kritik voltaj değerini küçültmektedir. Varistörler ZnO esaslı olmalarına rağmen, bir veya birkaç farklı metal oksitler ile (Bi_2O_3 , Sb_2O_3 , MnO gibi) katkılandırılmaktadırlar [29-31].

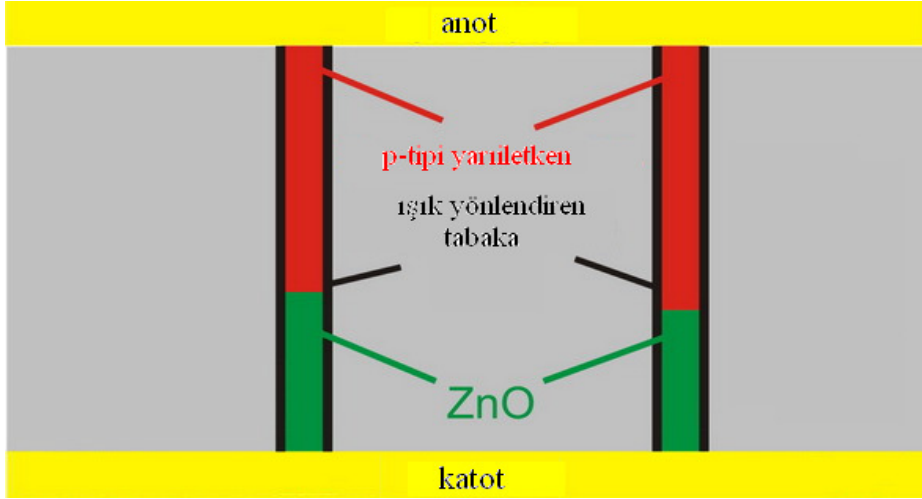
ZnO partiküllerinin elektronik alanda diğer bir kullanımı ise biyosensör uygulamaları için üretilen elektrotlarda kullanılmasıdır. ZnO'nun koloidal taneciklerin elektrik alanda hareket etmediği pH değeri olan izoelektrik noktasının yüksekliği(9,5), biyoyuumluluğu ve hızlı elektron transfer kinetiği özelliklerine sahip olması biyosensör uygulamalarında ilgiyi ZnO'ya çekmiştir. Yüksek izoelektrik noktaya sahip olması düşük izoelektrik noktaya sahip proteinlerin emilimi için ZnO'yu uygun hale getirmektedir [32].

ZnO elektrot malzemesi olarak boya ile duyarlı hale getirilen güneş pillerinde kullanılmaktadır. Boyaya duyarlı nanoporoz ZnO film arařtırmaları, boyadan ZnO nanopartiküllerinin iletim bandına elektron enjeksiyonunun çok hızlı gerekleřtiđini gstermektedir, TiO_2 'yle yapılan arařtırmalarda ise iletim bandına elektron enjeksiyonunun ZnO'nun yanında olduka uzun srdđ grlmřtr. Kullanılan yarıiletken geniř bant aralıđına, yksek yk tařıma hareketliliđine sahip olmalı ve malzemeden retilen film sadece nanoyapılı filmlerde olan, verimli boya duyarlılıđı ve ıřık toplama iin byk yzey alanına sahip olmalıdır. Bu zelliklere sahip olması ZnO'nun boyaya duyarlı güneř pillerinin retiminde kullanılmasına olanak sađlamaktadır [5].

Son yıllarda geliřtirilen dřk maliyetli optoelektronik cihazların geliřimi saydam iletken oksit filmlerin gereksinimini artırmıřtır. Bunlardan biri de gaz-sensr uygulamalarıdır. inko oksit ince filmler diđer oksit filmler ile karřılařtırıldıđında yksek kimyasal ve mekanik kararlılık ile evreye karřı yksek duyarlılıđa sahip olması, bununla birlikte iyi optik ve iletkenlik zellik gstermesi nedeniyle nem kazanan bir malzemedir. ZnO nanotellerin oda sıcaklıđında duyarlılıđı kanıtlanmıřtır oysaki ince film gaz- sensrler yksek sıcaklıkta alıřtırılmalıdır. Duyarlılık prosesi ZnO'nun elektronik zelliklerinin etkisiyle yzeydeki oksijen bořluklarıyla kontrol edilir. Yarı iletken olan ZnO yzeyinde serbest elektron bulundurur ve elektriksel olarak iletken konumdadır. Ancak hava ile temas ettiđinde, oksijen atomlarını tutar ve daha sonra da elektronlar bađlanır bunun sonucunda elektriksel iletkenlik azalma eđilimi gsterir. Ya da indirgeyici bir gazla karřı karřıya geldiđinde oksijen ve elektronlar serbest konuma geerek elektriksel iletkenlik ykselir. Elektronik yarı iletkenin belirli miktarda gaz yođunluđunu havada tespit etmesine dayanan bu sistemde, nemli olan yarı iletkenin hangi gaza karřı tam seici olduđunu seebilmektir. [5,33].

Geniř bant aralıđına, stn fotoelektrik zelliklerine sahip ZnO yarıiletkeni ıřık yayan diyot uygulamalarında tercih edilmektedir. Diyot yapımındaki uygulamalar iin bir boyutlu ZnO nanoyapılara ilgi, ZnO nanotellerden mortesi lazerlerle ilgili ilk rapor yayınlandıđından beri artmaktadır. Uzun yıllar, mor tesi ıřık yayan diyotların ođu GaN'den pahalı buhar faz biriktirme yoluyla yapılmıřtır. Bu pahalı yntemin yanında, esnek ZnO mor tesi ıřık yayan diyot yapıları n tipi ZnO

nanoçubukların üzerine p-tip malzeme konularak düşük sıcaklıkta çözelti bazlı elektrokimyasal biriktirme tekniğiyle hazırlanabilmektedir (Bknz. Şekil 2.3) [34,35].



Şekil 2.3 : Nanoyapıda ZnO'nun LED uygulaması [35].

ZnO nanoyapıların geniş bant aralığına, yüksek izoelektrik noktasına, yüksek bağlanma enerjisine sahip olması gibi özelliklerinden dolayı elektronik sektöründe yaygın olarak kullanılmaktadır ve kullanımı her geçen gün artmaktadır.

2.4.2 Kimya sektörü

Kimya sektörü açısından ZnO nanopartikülleri yüzey boyalarına ilave edildiğinde, dokumalara ve plastik gibi malzemelerle katıldığında faydalı antibakteriyel ve mantar önleyici ajanlar halini almaktadırlar [25].

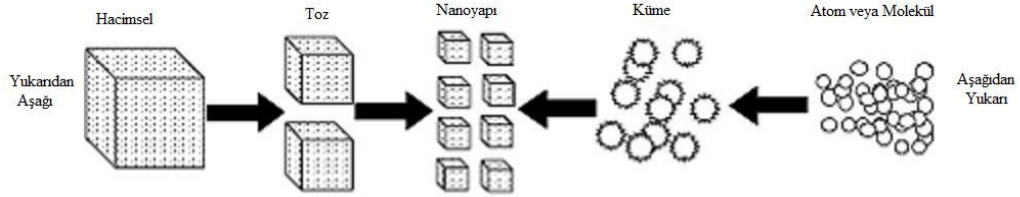
Boya yapımında ZnO nanoparçacıklarının kullanılması boyaya koku önleyici, UV emici ve antibakteriyel özellik kazandırmaktadır [36].

ZnO nanopartikülleri kozmetik uygulamalarda, bakteri ve mantarların gelişimini önlemesinin yanında nano boyuta indiğinde şeffaf hale gelmesi, UVA ve UVB ışınlarına karşı koruma özellikleriyle kişisel bakım ürünlerinin başta güneş kremlerinin üretiminde oldukça yaygın olarak tercih edilmektedir [25,37].

Nanopartiküller bazı tekstil ürünlerine ilave edildiğinde uzun süreli antimikrobiyal özellik sağlarlar, böylece kullanıldığı yüzeylerde mikropların büyümesinin engellenmesi için uygun ortam yaratılmış olur. Ayrıca tekstil ürünlerinde ZnO partiküllerinin kullanılması UV ışınlarına karşı koruma sağlar ve renksiz olduğundan insan gözüyle fark edilmez [37,38].

2.5 Çinko Oksit Nanopartiküllerinin Üretim Yöntemleri

Hacimsel boyutlu malzemelerle nanoyapıda malzemelerin özellikleri karşılaştırıldığında, üstün özellikler gösteren nanoyapılı malzemeler üretiminde birçok yöntem vardır. Bu yöntemlerin çıkış yolu ise iki; yukarıdan aşağı “Top Down” ve aşağıdan yukarı “Bottom Up” yaklaşımlarıdır (Bknz. Şekil 2.4). Yukarıdan aşağı yaklaşımında hacimsel malzemeden başlanır. Aşınma, öğütme ve mekanik işlemlerle dışarıdan enerji verilmesi sonucunda malzemenin nano boyutlu inmesi hedeflenmektedir. Aşağıdan yukarı yaklaşımı ise atom atoma ya da molekül moleküle yapısını oluşturma esasına dayanmaktadır. Atomik veya moleküler boyuttaki yapıların kimyasal reaksiyonlar ile büyütülmesi ile partikül oluşumu gerçekleştirilir [39,40].



Şekil 2.4 : Yukarıdan aşağı ve aşağıdan yukarı üretim yöntemleri[41].

Çinko oksit nanoyapılarının üstün özellikler göstermesi ve geniş kullanım alanlarına sahip olmasından dolayı araştırmacılar tarafından birçok üretim yöntemi geliştirilmiştir.

2.5.1 Buhar taşınım yöntemi (VLS)

Buhar- sıvı- gaz (VLS) büyüme mekanizması birçok araştırmacı tarafından çalışılmış olsa da, R.S. Wagner ve W.C Ellis tarafından ilk kez sunulmuştur. Bir boyutlu nanoyapı eldesinde çok güçlü bir kaynaktır. Tüp fırın içerisinde düşük sıcaklık bölgelerine yerleştirilen ve katalizör görevi yapan altlıklar; proseste önemli bir rol oynar. Tüp fırın merkezinde elde edilen kaynak malzeme buharı, taşıyıcı gaz vasıtasıyla altlık üzerinde biriktirilerek ürüne yoğun bir ortam oluşur. Doyum noktasına ulaştığında çökeltme aşaması başlar, kaynak malzeme sıvı- katı arayüzeyine doğru çökeltir ve sıvı yüzeyde yapışma katsayısı yüksek olduğu için sıvı yüzeyinde birikme olur. VLS prosesinde seçilmiş katalizör nanoyapı bileşiklerinden daha kararlı olmasına dikkat edilmelidir [42].

2.5.2 Kimyasal buhar biriktirme yöntemi

Kimyasal buhar biriktirme yöntemi(CVD); yüksek saflıkta, iyi özelliklere sahip katı malzeme üretiminde kullanılan kimyasal bir prosestir. Genellikle yarıiletken sanayinde ince film üretimi için kullanılır. Gaz fazından katı çökeltmesini içeren bir prosestir. Malzeme veya kimyasal bileşiklerin buharlaştırılarak, oluşan gazın sıcak bir altlık üzerinde ayrılarak; kararlı bir katı ürünün yüzey üzerinde ince film olarak depolanması temeline dayanmaktadır. Katılaşma başlayana kadar çekirdek tabası buhar kaynak malzemesiyle zenginleştirilir. CVD yönteminin avantajlarından biri altlık ile uyumlu olması, yani karmaşık şekilli parçalarda da uygulanabilir olması ve yüksek saflıkta depolamaya imkan vermesidir ancak yüksek sıcaklıkta gerçekleştiği için yüksek enerji gerektiren bir proses olması nedeniyle pahalı bir yöntemdir.[5,43,44].

2.5.3 Hidrotermal üretim

Hidrotermal üretim yöntemi, saf oksit tozlarının üretiminde en iyi yöntemlerden biridir. Hidrotermal terimi yüksek sıcaklık ve su basıncını ima eden yer biliminden türetilmiştir. Bu üretim tekniğinde H₂O katalizör ve bazen de katı faz bileşeni olarak gerekmektedir. Başlangıç malzemesi mümkün olduğunca saf ve homojen olmalıdır. Hidrotermal üretim yöntemiyle üretilen tozlar doğrudan çözüldüden elde edilirken, toz üretim sıcaklığına bağlı olarak susuz, kristal veya amorf özellik gösterebilirler. Bu yöntemde partikül boyutu sıcaklıkla, partikül şekli ise başlangıç malzemesiyle kontrol edilebilmektedir [45].

2.5.4 Sol- Jel yöntemi

Sol-Jel yöntemi bir aşağıdan yukarı yöntemidir. Seramik ve metal oksit tozlarının elde edilmesinde yıllardır kullanılmasının yanında kaplama, fiber üretimi gibi amaçlar için de kullanılmaktadır. Sol-jel yöntemi genel olarak başlangıç malzemesinin hidroliz ve yoğunlaşma kademelerinden oluşan bir prosestir. Genellikle sol oluşturmak için bu yöntemde metal alkoksitler kullanılırlar. Metal alkoksit bileşikleri su ile hidroliz edilir (Bknz. Eşitlik 2.1) ve bu türlerin kondensasyonu sonucunda metal alkoksit nanoparçacıklar oluşur. Elde edilen çökelti

yıkayıp kurutulduktan sonra yüksek sıcaklıklarda kalsine edilerek kristal yapıdaki metal alkoksitlere dönüştürülür [44,46].



$M(OR)_n$ alkoksitlerin genel gösterimidir. Burada M metali, R CH_3 , C_2H_5 gibi alkil grubunu, n ise metalin değerliğini ifade etmektedir.

2.5.5 Sprey piroliz yöntemi

Diğer yöntemlerle karşılaştırıldığında oldukça ekonomik olan sprej piroliz yöntemiyle çözeltilerden aglomere olmamış, küresel, geniş aralıkta değişen kimyasal bileşime ve morfolojiye sahip metalik, intermetalik bileşikler ve seramik malzemelerin toz ve ince film halinde üretilmesi mümkündür. Bu yöntemde başlangıç malzemesi olarak üretilecek malzemeyi içeren çözelti kullanılmaktadır. Farklı atomizasyon teknikleriyle çözeltilerden aerosol damlacıklarının oluşumu sağlanır, oluşan bu damlacıklar ısıtılmış bölgeye geçer, çözücünün sıcaklığın etkisiyle damlacıktan uzaklaşmasıyla damlacığın dönüşümü gerçekleşir ve katı partikül oluşur. Kullanılan farklı atomizasyon teknikleri sprej piroliz yönteminin kendi içinde sınıflandırılmasına imkan vermektedir çünkü atomizasyonun çeşidine göre oluşan aerosol boyutu dolayısıyla partikül boyutu değişmektedir. Bu atomizasyon teknikleri; iki akışkan atomizasyonu, basınçlı nozzle atomizasyonu, ultrasonik atomizasyon ve ultrasonik modüle edilmiş iki akışkan atomizasyonudur [46-48].

3. ULTRASONİK SPREY PİROLİZ YÖNTEMİ (USP)

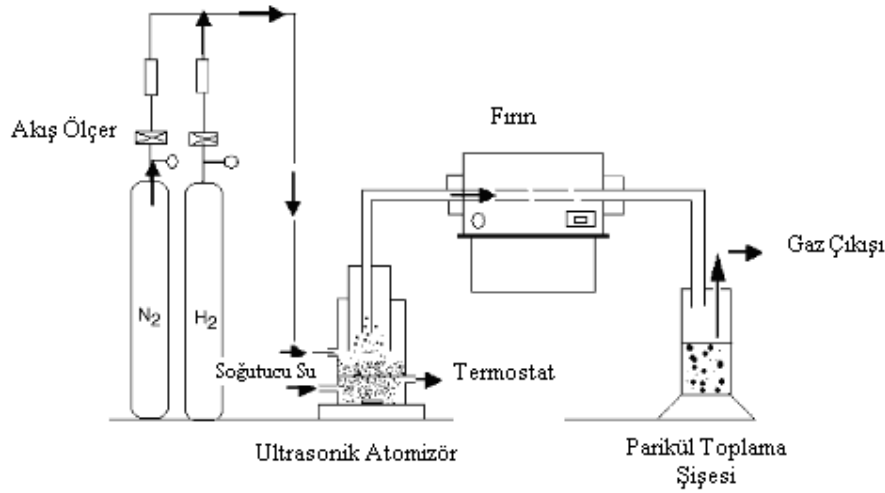
Çok geniş aralıkta değişen kimyasal bileşime, boyuta ve morfolojiye sahip küresel partiküllerin üretilmesine olanak sağlayan ultrasonik sprej piroliz yöntemi uzun yıllar tıp alanındaki uygulamalarıyla bilinmektedir. Bu yöntem, bir araştırma grubu tarafından Grenoble Nükleer Araştırma Merkezi'nde (CENG) geliştirilmiştir. Ultrasonik sprej piroliz yönteminin patenti 1971 yılında PirosoI tekniğı ismiyle bu grup tarafından alınmış, yıllar boyunca özellikle yüksek kalitede transparan oksit filmlerinin üretiminde ve çeşitli uygulamalarda kullanılmıştır. PirosoI tekniğinin ileri uygulamaları araştırmak için 1982 yılında “ Laboratoire des Materiaux et du Genie Physique” Grenoble Nükleer Araştırma Merkezi'nden izin almıştır. Bu tarihten itibaren, yöntem kolaylığı ve güvenilirliğiyle Grenoble'de ve dünyada birçok laboratuarda çeşitli malzemelerin manyetik, optik, yarı iletken ve süperiletken özelliklere sahip birçok ince taneli toz ve ince filmlerinin üretimi için kullanılmaktadır [3,14].

Yüksek saflıkta partikül üretimine olanak tanıyan USP yöntemi etkili ve ucuz bir yöntemdir. Bu yöntemle üretilen partiküllerin boyut dağılımları ve bu partiküllerin bileşimleri kontrol edilebilir [3,8].

USP yöntemi geniş kimyasal içeriğe sahip metalik, alaşım, metal oksit partiküllerin üretimine olanak sağlamaktadır. Başlangıç çözeltisi, ürünün yüksek safiyetteki metal tuzlarıyla hazırlanmaktadır. Hazırlanan çözeltinin ultrasonik atomizöre konulmasından sonra USP yöntemi dört ana adımda gerçekleşir. Bu dört ana adım: (1) başlangıç çözeltisinden damlacık oluşumu, (2) damlacığın buharlaşmaya bağlı çekilmesi, (3) başlangıç çözeltisinin okside dönüşmesi ve (4) katı partikülün oluşmasıdır. İlk adımda gerçekleşen aerosol oluşumu yüksek frekanslı ultrasonik dalganın gaz sıvı ara yüzeyine ultrasonik yönlendirilmesiyle gerçekleşir. USP yönteminde reaksiyon mekanizması olarak damlacıktan partiküle dönüşüm modeli temel alınmaktadır [12,49,50].

3.1 USP Yönteminin Genel Çalışma Prensibi

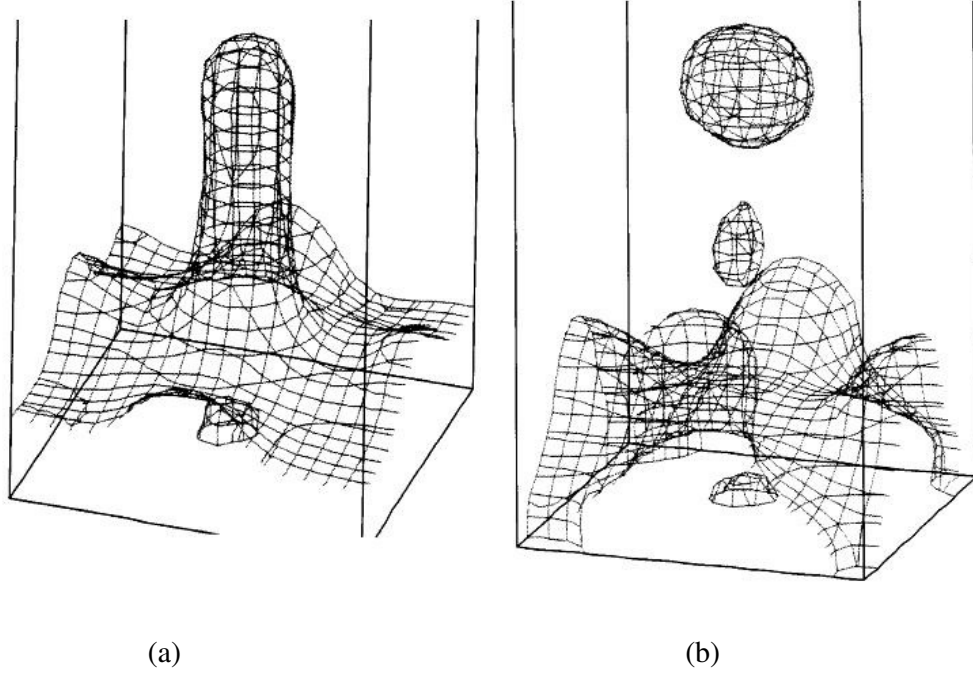
USP yöntemi dört temel adımdan oluşur. İlk adım, başlangıç çözeltisinden damlacıkların oluşması, ikinci adım ultrasonik atomizörle oluşan damlacığın taşıyıcı ya da redükleyici gazlarla fırına taşınması sırasında ısıtılmış bölgeye yaklaşmasıyla beraber buharlaşmayla çekilmesi, üçüncü adım ısı parçalanma veya redüksiyonla damlacığın dönüşümü son adım ise katı partiküllerin oluşmasıdır [46]. Şekil 3.1’de USP yönteminin şematik gösterimi verilmiştir.



Şekil 3.1 : USP yönteminin şematik gösterimi [3].

3.1.1 Ultrasonik atomizörde damlacık oluşum prensibi

USP yönteminde damlacık, ultrasonik atomizör yardımıyla oluşmaktadır. Şekil 3.2’de ultrasonik atomizasyonla damlacık oluşumunun simülasyonu gösterilmektedir.



Şekil 3.2 : Ultrasonik atomizasyonla damlacık oluşumunun 3 boyutlu simülasyonu [52].

Atomizörün içersindeki ultrasonik sinyal oluşturan piezoelektrik seramik parça elektrik enerjisini ses dalgaları gibi mekanik titreşimlere çevirirken, bu titreşimler sıvı yüzeyinde geyser oluşumunu ve daha sonra yeterli frekansa ulaşıldığında ise aerosol oluşumunu meydana getirmektedir. Ultrasonik atomizörün frekansı oluşan damlacığın buna bağlı olarak da elde edilen partikülün boyutunu etkilemektedir [48,51].

3.1.2 Damlacık oluşum modeli

Ultrasonik atomizsyon çözeltinin küçük damlacıklara dönüşmesi için elverişli bir yöntemdir. Bu teknikte sıvının ayrışmasında iki temel hipotez vardır. Bunlar kapiler dalga hipotezi ve kavitasyon hipotezidir. Kapilar dalga hipotezine göre kapilar dalga boyuyla ortalama damlacık boyutu arasında önemli bir ilişki vardır. Kavitasyon hipotezi ise genellikle yüksek frekanslı ve yüksek enerji yoğunluğuna sahip sistemlerde gerçekleşir. Sıvı film dalgaları yaydığında, kavitasyon damlacıkları sıvı filmde oluşur. Ultrasonik atomizasyonda sıvı atomizasyonu ve aerosol oluşumu akustik dalga belli bir genlik değerine ulaştığında gerçekleşir. Ortalama damlacık boyutu ile ultrasonik atomizörün frekansı arasındaki ilişki aşağıdaki bağıntıyla tanımlanmıştır (Bknz. Eşitlik 3.1).

$$d = 0,34 \cdot \left(\frac{8\pi\gamma}{\rho \cdot f^2} \right)^{1/3} \quad (3.1)$$

Bu eşitlikte; d ortalama damlacık çapı, γ yüzey gerilimi, ρ atomize edilen çözeltinin yoğunluğu ve f ultrasonik dalganın frekansıdır. 0,34 ise yapılan çalışmalar sonucunda kapiler dalga boyuyla damlacık boyutu arasındaki sabit oran olarak hesaplanmıştır. Damlacık boyutu atomizörün frekansına, sıvının fiziksel özelliklerine bağlı olmasının yanında atomizörün genliğine ve sıvı film kalınlığına da bağlıdır. Eğer genlik film kalınlığına uyarak ihmal edilebilirse, dönüşüm denkleme bağlı gerçekleşir. Birçok araştırmacı bu uyumu varsayarak denklemi kullanmaktadır [52-54].

3.1.3 Damlacıktan partiküle dönüşüm modeli

USP yönteminde esas alınan model damlacıktan partiküle dönüşüm modelidir. Ultrasonik atomizörle oluşmuş her damlacığın bir partiküle dönüştüğü kabul edilerek; elde dilecek partikülün ortalama boyutu teorik olarak hesaplanabilmektedir. Kullanılan denklem aşağıda verilmiştir (Bknz. Eşitlik 3.2).

$$d_p = d \cdot \left(\frac{c_{pr} \cdot M_p}{p_p \cdot M_{pr}} \right)^{1/3} \quad (3.2)$$

Bu eşitlikte, d_p partikül çapı, d damlacık çapı, c_{pr} çözelti konsantrasyonu, M_p üretilen ürünün molekül ağırlığı, p_p üretilen ürünün yoğunluğu, M_{pr} ise kullanılan başlangıç çözeltisinin molekül ağırlığıdır [55].

Eşitlik 3.1 ve Eşitlik 3.2 göz önünde bulundurulduğunda atomizörün frekansı, kullanılan sıvının ve üretilen ürünün özelliklerinin partikül boyutunu etkileyen parametreler olduğu görülmektedir. Ancak bu hesaplamalarda reaksiyon sıcaklığı dikkate alınmamıştır.

3.2 USP Yönteminde Etkin Faktörler

USP yöntemiyle oluşan partiküllerin boyutunu ve morfolojisini etkileyen birçok parametre vardır. Bu parametrelerin başlıcaları: başlangıç çözeltisinin türü, başlangıç çözelti konsantrasyonu, çalışma sıcaklığı ve ultrasonik atomizör frekansıdır.

USP yönteminde başlangıç çözeltisi hazırlanmasında genellikle çözücü olarak su veya alkol kullanılırken, çözünen olarak hazırlanan malzemenin nitrat, klorür ve asetat gibi tuzları kullanılmaktadır. Farklı tuzlar kullanılarak hazırlanan başlangıç çözeltilerinden USP yöntemiyle elde edilen partiküllerin yüzey morfolojileri farklı olurken kristal yapıları aynı olmaktadır [56].

Başlangıç çözeltisinin konsantrasyonu damlacık konsantrasyonunu dolayısıyla ürün partikülün oluşumu etkiler. Yüksek konsantrasyonda bir başlangıç çözeltisi kullanıldığında hacim çökmesi meydana gelir ve çalışma süresi yeterli ise yoğun ve boyut dağılımı dar katı partiküller üretilmektedir. Düşük konsantrasyona sahip bir çözelti kullanıldığında ise yüzey çökmesi meydana gelir ve bu çökmenin gerçekleşmesi durumunda içi boş, yoğun veya geniş boyut dağılımına sahip partiküller de elde edilebilir [48].

USP yönteminde çalışma sıcaklığı elde edilen ürünlerin morfoloji ve boyutlarında önemli bir etkiye sahiptir. Düşük sıcaklıklarda birincil partiküller oluşurken, sıcaklığın artmasıyla birlikte partiküllerin sinterlenmesi gerçekleşir ve daha düşük yüzey alanına sahip ikincil partiküller oluşur. Artan çalışma sıcaklığıyla birlikte partikül boyutları artarken, kristalizasyon daha iyi gerçekleşir [57].

Çalışma frekansının artmasıyla damlacık boyutunda dolayısıyla partikül boyutunda bir düşüş gözlenirken, düşük çalışma frekanslarında daha büyük partikül boyutlarına sahip yapıların elde edildiği gözlemlenmiştir [49].

4. KONUS İLE İLGİLİ DAHA ÖNCE YAPILAN ÇALIŞMALAR

1971 yılında Pirosol yöntemi adı altında patenti alınan USP yöntemi yıllar boyunca özellikle yüksek kalitede transparan oksit filmlerinin üretiminde ve çeşitli uygulamalarda kullanılmıştır. 1982 yılından beri yöntem kolaylığı ve güvenilirliğiyle manyetik, optik, yarı iletken ve süperiletken özelliklere sahip birçok ince taneli toz ve ince filmlerinin üretimi için kullanılmaktadır [14].

Nano boyutlara inildiğinde artan yüzey/hacim oranına bağlı olarak gösterdiği üstün özellikler çinko okside ilginin gün geçtikçe artmasını sağlamaktadır. Bu özellikler sayesinde birçok kullanıl alanı vardır ve dolayısıyla ZnO nanoyapı üretiminde çalışmalar son yıllarda artmaktadır.

2007 yılında yayınlanan çalışmalarında Alver ve arkadaşları [58] USP yöntemiyle 1-3µm boyutlarında ZnO üretmişler, ürettikleri çubukların SEM görüntülerini ve XRD paternlerini almışlardır. SEM görüntüleri düzenli ZnO çubuklarının oluştuğunu, XRD paternleri ise ZnO çubukların mükemmel ZnO kristal yapısına sahip olduğunu göstermiştir.

Singh ve arkadaşları [8] USP yöntemiyle ZnO ince film ve nanotoz üretmiş, bunların karakterizasyon çalışmalarını gerçekleştirmişlerdir. Yaptıkları karakterizasyon çalışmalarıyla ürettikleri nanotozların saf hekzagonal kristal yapısına sahip ZnO olduğu, ZnO'nun sadece oda sıcaklığında değil yüksek sıcaklıklarda da kararlı olduğu sonucuna varmışlardır.

Yang ve arkadaşları [57] kimyasal çöktürme yoluyla ürettikleri ZnO nanopartiküllerin yapısına sıcaklığın etkisini incelemişlerdir. Deneylerini 200, 500 ve 700°C'lerde gerçekleştirmişler, artan sıcaklıkla birlikte kristalizasyonun daha iyi gerçekleştiği, partikül boyutlarının arttığını gözlemlemişlerdir.

Han ve arkadaşları [59] 2006 yılında yayınlanan çalışmalarında, homojen ZnO nanopartiküllerini çinko hidroksit karbonat çözeltisi kullanarak çöktürme- piroliz yöntemiyle üretmişler, TEM analizleri sonuçlarında sıcaklığı değiştirerek elde ettikleri 8-80nm arasında değişen partikül boyutlarına sahip partiküllerin

oluşmasında, sıcaklığın baskın parametre olduğunu, artan sıcaklığın ortalama boyutu artırdığını gözlemlediklerini belirtmişlerdir.

2008 yılında yayınlanan çalışmalarında Salavati-Niasari ve arkadaşları [11] 12-20nm ortalama çapa sahip ZnO nanopartiküllerini termal parçalanma yöntemiyle üretmişler, partikül boyutu kontrolü için değişik yüzey aktif maddeler kullanmışlardır. Analizler sonucunda ürün nanopartiküllerin iyi morfolojiye sahip olduklarını gözlemlemişlerdir.

Romero ve arkadaşları [27] başlangıç çözeltisi olarak Zn asetat ve Zn klorürü kullanarak sprey piroliz yöntemiyle ZnO ve Al'la doplanmış ZnO film üretmişlerdir. Alüminyumla doplamak için ise alüminyum klorür ve alüminyum nitrat çözeltileri kullanmışlardır. Farklı sıcaklıklarda gerçekleştirilen deneylerde, düşük sıcaklıklarda elde edilen partiküllerin yüksek sıcaklıkta elde edilen partiküllere göre kalın ve kaba oldukları, farklı başlangıç çözeltileri kullanıldığında elde edilen filmlerin morfolojilerinin farklı olduğu, Al'nin ZnO filmlerin morfolojisini değiştirdiği ve sürenin diğer koşullar sabit tutulduğunda kristal boyutuna lineer bir etkisi olduğu gözlemlenmiştir.

Ergin ve arkadaşları [28] ZnO filmleri USP yöntemiyle üreterek, güneş pillerinde potansiyel kullanımını araştırmak için filmin morfolojisini, yapısını, optik ve elektriksel özelliklerini incelemişlerdir.

Xie ve arkadaşları [39] düşük sıcaklıklarda Zn/OH molar oranları farklı olan sulu çözeltiler kullanarak nanoçubuk üretmişler, başlangıç çözeltisinin ZnO partiküllerinin morfolojisine etkisini irdelemişlerdir.

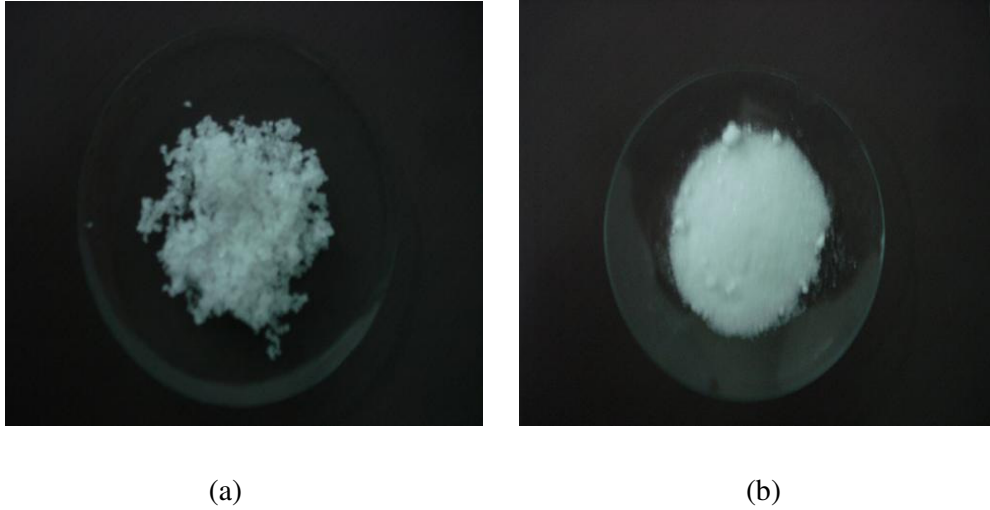
Bacaksız ve arkadaşları [56] 500°C'de 0.1M çinko nitrat, çinko asetat ve çinko klorür çözeltileri kullanarak USP yöntemiyle ince film üretmişler, farklı çözeltilerden elde ettikleri ZnO ince filmlerin tamamen farklı yüzey morfolojisine sahip olduğunu, kristal yapılarının hekzagonal olduğunu gözlemlemişler, optik özelliklerini araştırmak için yaptıkları UV- spektrometresi analizinden sonra ZnO teorik bant aralığına çok yakın değerlere sahip ZnO filmleri ürettiklerini belirtmişlerdir.

5. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Azalan partikül boyutuyla üstün özellikler kazanan çinko oksit nanopartiküllerinin üretildiği deney düzeneğine, üretimi için kullanılan malzeme ve teçhizata bu bölümde yer verilmiştir.

5.1 Kullanılan Malzemeler ve Teçhizat

Deneyisel çalışmalarda farklı konsantrasyonlarda çinko nitrat (Merck kalite) ve çinko asetat (Merck kalite) çözeltileri kullanılmıştır. Şekil 5.1.a ve 5.1.b’de kullanılan yüksek safiyetteki başlangıç hammaddeleri gösterilmektedir.



Şekil 5.1 : (a) Çinko nitrat tuzu ve (b) çinko asetat tuzu.

Deneylerde başlangıç çözeltilisinden damlacık oluşumu Şekil 5.2’de gösterilen 1,6 MHz frekanslı ultrasonik atomizörde gerçekleştirilmiştir. Oluşan damlacıklar hava yardımıyla ısı parçalanmanın gerçekleştiği Nabertherm marka R 50/250/12 model tüp fırına taşınmaktadır. Kullanılan kuvars tüp 700 mm uzunluğa ve 20 mm çapa, kullanılan gaz yıkama şişeleri ise 250ml hacme sahiptir.



(a)



(b)

Şekil 5.2 : (a) Ultrasonik atomizör ve (b) güç kaynağı.

Hazırlanan başlangıç çözeltisinin ultrasonik atomizöre konulmasından sonra ve yukarıda bahsedilen teçhizat ve malzemeler Şekil 5.3'teki gibi monte edilerek deney düzeneği kurulmuştur.



Şekil 5.3 : Deney düzeneği.

5.2 Deneylerin Yapılışı

Şekil 5.3'te verilen deney düzeneğinde çinko oksit nanopartiküllerin üretimi laboratuvar ölçeğinde gerçekleştirilmiştir. İki farklı başlangıç çözeltisi kullanılarak gerçekleştirilen deneylerde taşıyıcı gaz olarak hava kullanılmıştır. İki farklı başlangıç çözeltisi için farklı sıcaklıklar ve farklı konsantrasyon değerlerinin yer aldığı çalışma parametreleri Çizelge 5.1 ve 5.2'de verilmiştir.

Çizelge 5.1: Çinko nitrat başlangıç çözeltisinin- çalışma koşulları

Sıcaklık(°C)	Çözelti Kons. (Mol/l)	Hava Debisi (l/dak)
400	0,05	0,5
400	0,1	0,5
400	0,2	0,5
400	0,4	0,5
400	0,8	0,5
600	0,8	0,5
800	0,8	0,5
1000	0,8	0,5

Çizelge 5.2: Çinko asetat başlangıç çözeltisi- çalışma koşulları

Sıcaklık(°C)	Çözelti Kons. (Mol/l)	Hava Debisi (l/dak)
600	0,05	0,5
600	0,1	0,5
600	0,2	0,5
600	0,4	0,5
600	0,8	0,5
400	0,8	0,5
800	0,8	0,5
1000	0,8	0,5

Yukarıdaki Çizelge 5.1 ve 5.2’de görüldüğü üzere farklı başlangıç çözeltileri kullanılarak yapılan deneylerde kullanılan havanın debisi sabit tutulmuş, farklı termal parçalanma sıcaklıkları ve başlangıç çözelti konsantrasyonlarında çalışılmış ve USP tekniği ile üretilen ZnO nanopartiküller gaz yıkama şişelerinde toplanmıştır (Bknz. Şekil 5.4).



Şekil 5.4 : Partiküllerin gaz yıkama şişelerinde toplanması.

Yapılan deneyler sonucunda elde edilen çinko oksit nanopartiküllerin karakterizasyon çalışmalarında Philips marka 1700 temelli X-ışınları difraktometresi, Jeol FEG-SEM taramalı elektron mikroskobu, Shimadzu marka UV-mini 1240 UV-VIS spektrofotometresi ve FEI marka Tecnai 200kV HR- TEM geçirimli elektron mikroskobu kullanılmıştır. X-ışınları analizi için numune cam altlık üzerine kaplanırken, SEM analizi için numune zımparalanmış alüminyum altlık üzerine birkaç damla ürünün damlatılıp kurutulmasıyla hazırlanmıştır.

6. DENEYSEL SONUÇLAR VE İRDELENMESİ

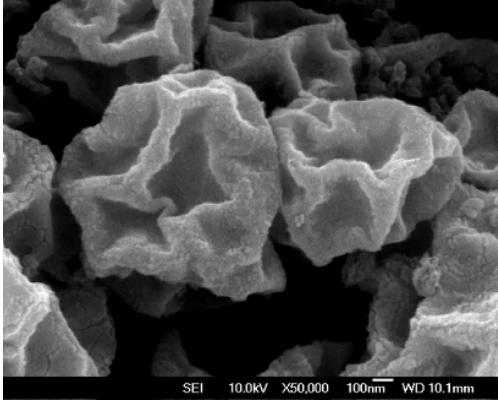
Bu bölümde çinko asetat ve çinko nitrat başlangıç çözeltilerinden USP yöntemiyle üretilen çinko oksit nanopartiküllerinin deneysel çalışmalarının sonuçları irdelenmiştir. Başlangıç çözeltisinin, termal parçalanma sıcaklığının ve başlangıç çözelti konsantrasyonunun partikül morfolojisine etkileri incelenmiş olup, üretilen nanopartiküllerin karakterizasyon çalışmaları yorumlanmıştır.

6.1. Termal Parçalanma Sıcaklığının Etkisi

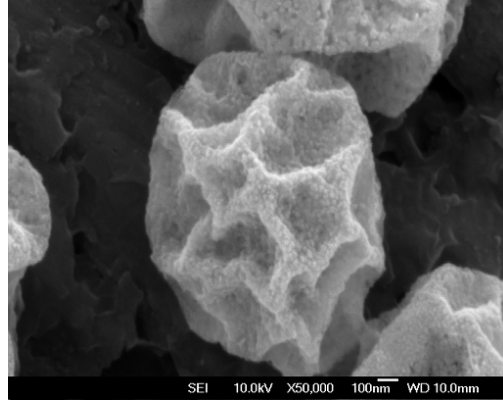
USP yöntemiyle toz üretiminde partikül boyut ve morfolojisini etkileyen en önemli parametrelerden biri çalışma sıcaklığıdır. Çalışma sıcaklığın yükselmesiyle birlikte sinterlenmenin fazla olması, buna bağlı olarak aglomerasyon sonucu daha büyük partiküllerin oluşmuş olacağı düşünülmektedir. Bu bölümde çinko asetat ve çinko nitrat başlangıç çözeltilerinden farklı sıcaklıklarda çinko oksit nanopartikülleri üretilmiş ve çalışma sıcaklığının çinko oksit nanopartiküllerinin morfolojilerine etkileri incelenmiştir.

6.1.1 Çinko asetat çözeltisinden elde edilen partiküller- çalışma sıcaklığı

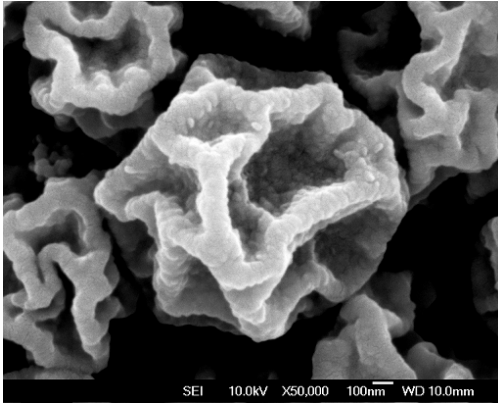
0,8 M konsantrasyona sahip çinko asetat çözeltisinden 0,5 l/dak hava akış debisinde farklı termal parçalanma sıcaklıklarında (400, 600, 800 ve 1000°C) çinko oksit nanopartikülleri üretilmiştir. 1,6 MHz frekanslı ultrasonik atomizör kullanılarak 0.8M konsantrasyonda çinko asetat çözeltisinden USP yöntemiyle üretilen çinko oksit nanopartiküllerinin taramalı elektron mikroskopunda elde edilen görüntüleri Şekil 6.1.'de verilmiştir.



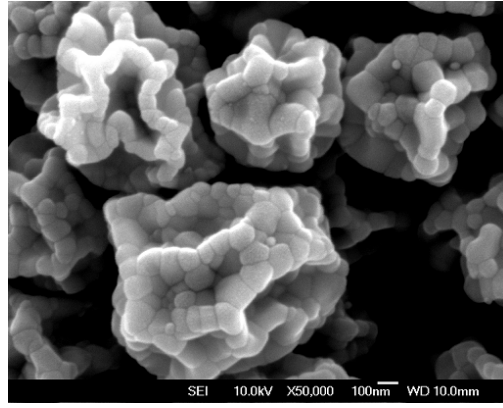
(a)



(b)



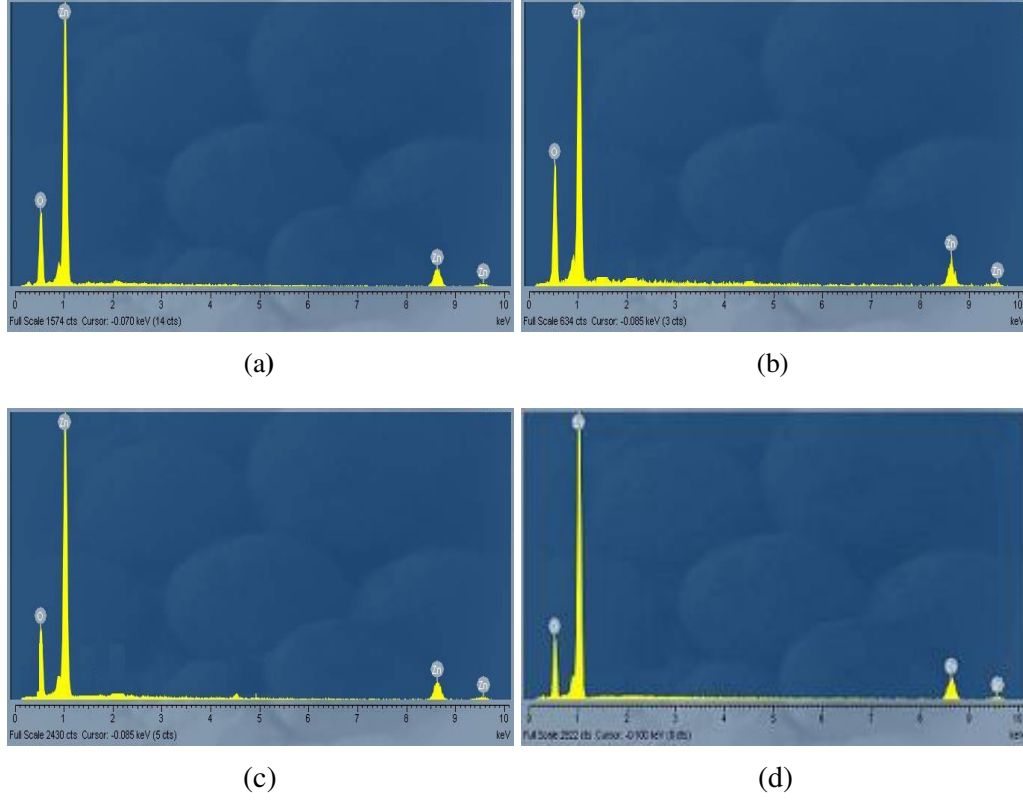
(c)



(d)

Şekil 6.1 : 1,6 MHz, 0,8 M çinko asetat çözeltisinden farklı termal parçalanma sıcaklıklarında üretilen çinko oksit nanopartiküllerinin SEM görüntüleri (a) 400, (b) 600, (c) 800 ve (d) 1000°C.

Şekil 6.1’de verilen SEM görüntüleri incelendiğinde; farklı sıcaklıklarda üretilen çinko oksit nanopartiküllerinin yapılarında bazı farklılıklar olduğu görülmektedir. Her sıcaklıkta elde edilen üründe de birincil partiküller sıcaklığın etkisiyle sinterlenerek çiçeksi ikincil partikülleri oluşturmuşlardır. SEM görüntülerine bakıldığında 600°C’de üretilen çinko oksit birincil partiküllerinin boyutları yaklaşık 10nm iken, 1000°C’de üretilen çinko oksit birincil partiküllerinin boyutu ise 30nm civarındadır. Yang ve arkadaşlarının [57] çalışmalarında gözlemledikleri gibi artan termal parçalanma sıcaklığıyla birlikte çinko oksit nanopartiküllerinin partikül boyutları artmıştır. Şekil 6.2 farklı sıcaklıklarda üretilen çinko oksit nanopartiküllerinin yapılan EDS analiz sonuçlarını göstermektedir.

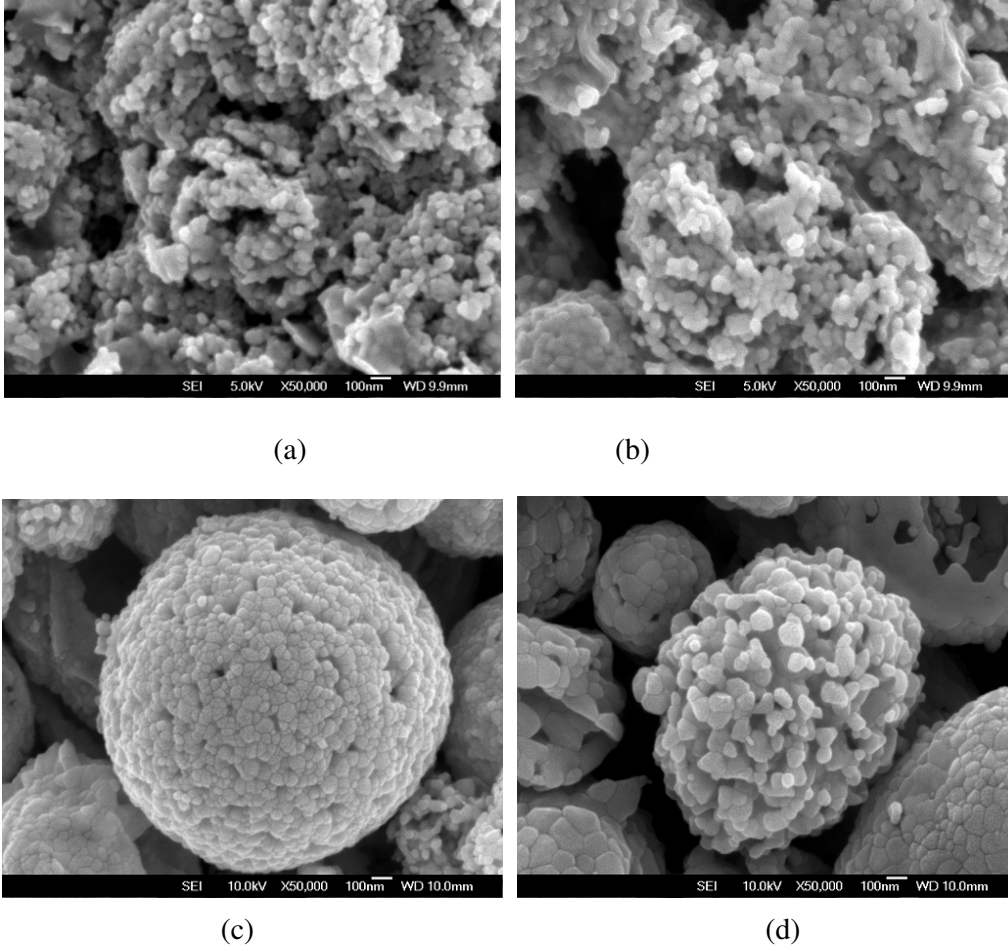


Şekil 6.2 : 0,8M çinko asetat çözeltisinden farklı termal parçalanma sıcaklıklarında (a) 400, (b) 600, (c) 800 ve (d) 1000°C üretilen partiküllerin EDS analizleri.

Yapılan EDS analizi çinko oksit nanopartiküllerinin yüksek saflıkta olduğu ve yapıda karbon olmaması çözeltideki tüm çinko asetat çözeltisinin termal parçalandığını göstermektedir.

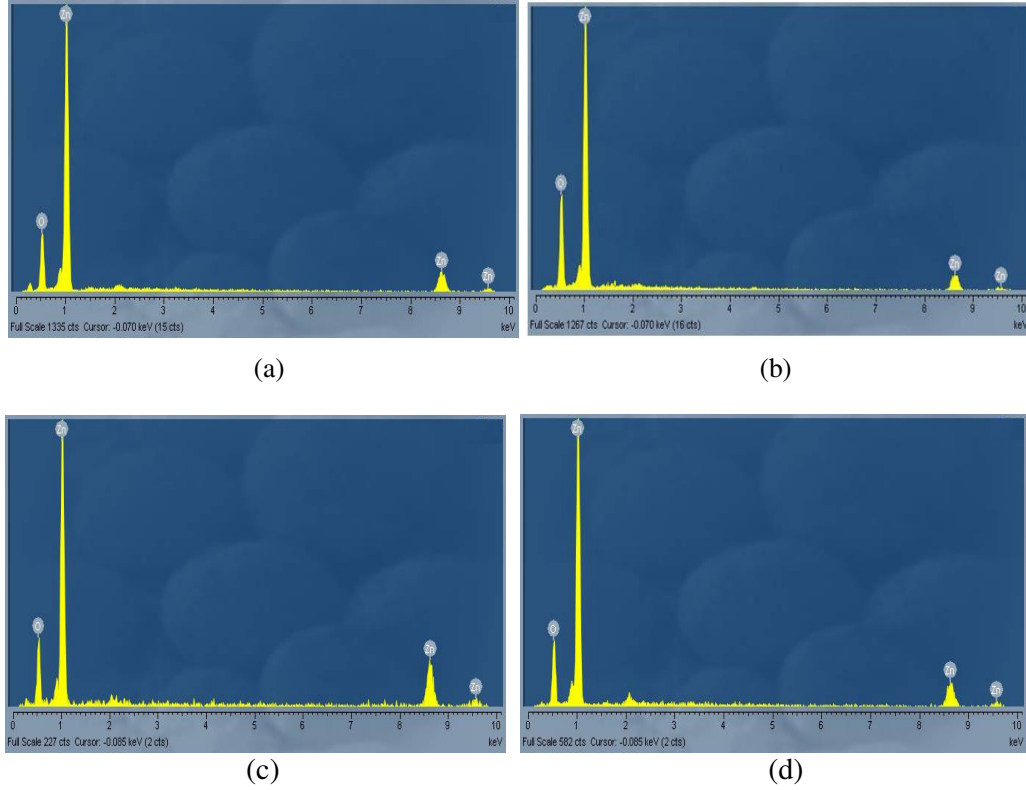
6.1.2 Çinko nitrat çözeltisinden elde edilen partiküller- çalışma sıcaklığı

USP yöntemi kullanılarak 0,8M'lık çinko nitrat çözeltilerinden farklı 600, 800 ve 1000°C termal parçalanma sıcaklıklarında, 0,5 l/dak. hava akış debisi ve 1,6 MHz'lik ultrasonik frekans değerinde çinko oksit nanopartikülleri üretilmiştir (Bknz. Şekil 6.3).



Şekil 6.3 : Farklı termal parçalanma sıcaklıklarında (a) 400°C , (b)600°C , (c)800°C ve (d) 1000°C 0,8M çinko nitrat çözeltilerinden oluşan çinko oksit nanopartiküllerinin SEM görüntüleri.

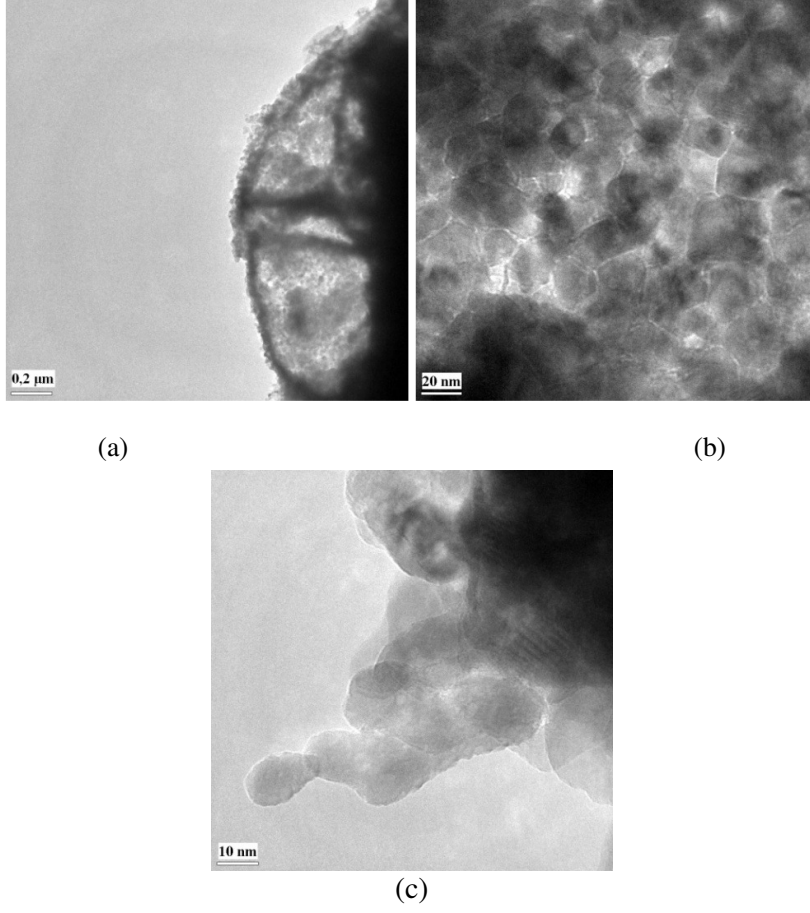
Farklı termal parçalanma sıcaklıklarında (400, 600, 800 ve 1000°C) üretilen çinko oksit nanopartiküllerinin Şekil 6.3’de verilen SEM görüntüleri incelendiğinde, partikül morfolojilerinin genelde küresel olduğu görülmektedir. 400 ve 600°C termal parçalanma sıcaklığında elde edilen yapılarda birincil partiküller biraz daha belirgin olarak görülmektedir (Bknz. Şekil 6.3.a). 800°C’de elde edilen partiküllerde 100nm’nin altındaki partiküllerin birleşerek oluşturduğu agrega yapılar göze çarparken (Bknz. Şekil 6.3.b), 1000°C’de elde edilen partiküllerde bu yapılara daha fazla rastlanmaktadır (Bknz. Şekil 6.3.c). Üretilen partiküllerin SEM analizleri sonucu görülen boyut aralıkları 30-50nm’dir. 0,8M’lık çinko nitrat çözeltilerinden farklı sıcaklıklarda üretilen çinko oksit nanopartiküllerinin kimyasal yapısı Şekil 6.4’te verilen EDS analizi ile belirlenmiştir.



Şekil 6.4 : Farklı termal parçalanma sıcaklıklarında (a) 400°C , (b)600°C , (c)800°C ve (d) 1000°C 0,8M çinko nitrat çözeltilerinden oluşan çinko oksit nanopartiküllerinin EDS analizleri.

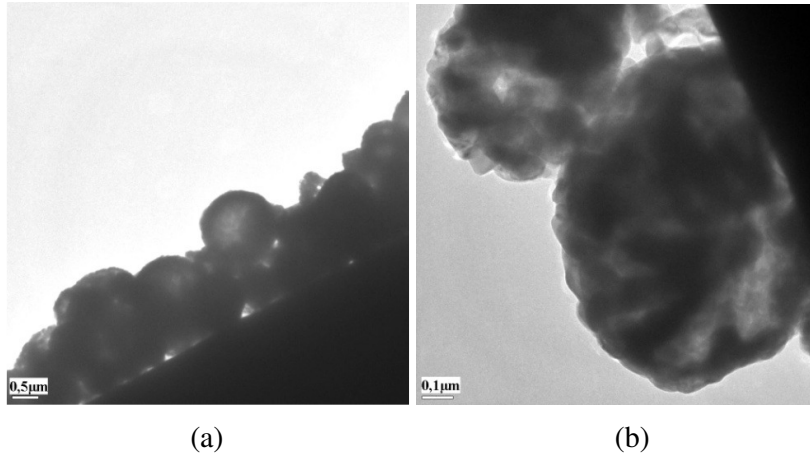
EDS analizleri sonucunda üretilen partiküllerin yapısında sadece çinko ve oksijen bulunduğu, herhangi bir yabancı elementin bulunmadığı görülmüştür. Elde edilen çinko oksit nanopartiküllerinin bileşim oranının teorik ZnO bileşim oranına eşit olduğu tespit edilmiştir (%80.34 Zn ve %19.66 O).

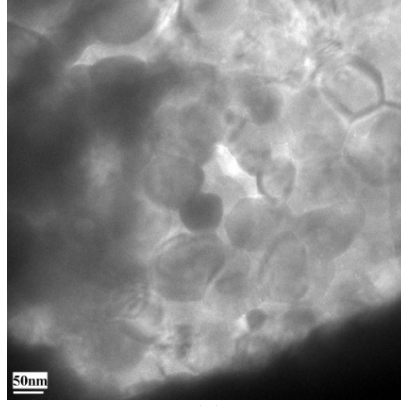
Şekil 6.5 ve Şekil 6.6’da 0,8M konsantrasyona sahip çinko nitrat çözeltisinden 400°C ve 1000°C’lerde üretilen nanopartiküllerin TEM analizi görüntüleri verilmektedir. Şekil 6.5’teki 400°C’de üretilen partiküllerin TEM görüntüleri incelendiğinde birincil partiküller net bir şekilde görülmüştür ve bu birincil partiküllerin ortalama 20nm çapa sahip oldukları belirlenmiştir.



Şekil 6.5 : 400°C’de 0,8M çinko nitrat çözeltisinden oluşan çinko oksit nanopartiküllerinin TEM analiz görüntüleri.

Şekil 6.6’daki 1000°C’de üretilen partiküllerin TEM görüntüleri incelendiğinde, daha büyük çapa sahip birincil partiküllerden oluşan ikincil partiküller görülebilmektedir. Elde edilen birincil partiküllerin ortalama çaplarının 25nm civarında olduğu belirlenmiştir.





(c)

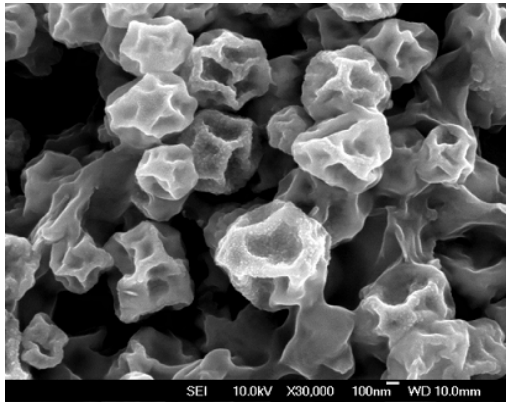
Şekil 6.6 : 1000°C’de 0,8M çinko nitrat çözeltisinden oluşan çinko oksit nanopartiküllerinin TEM analiz görüntüleri.

6.2. Başlangıç Çözelti Konsantrasyonunun Etkisi

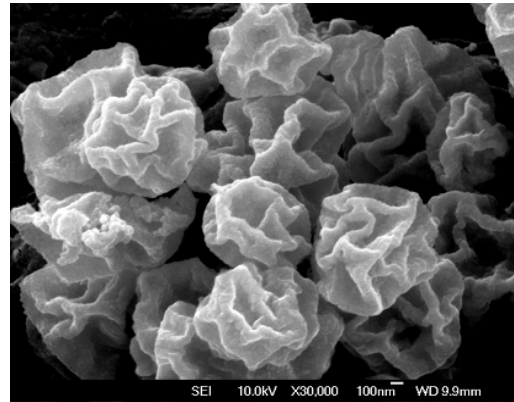
Bu bölümde başlangıç çözeltisi olarak kullanılan farklı konsantrasyonlardaki çinko asetat ve çinko nitrat tuzlarından çinko oksit partikülleri üzerine başlangıç çözelti konsantrasyonunun etkisi incelenmiştir.

6.2.1 Çinko asetat çözeltilerinden elde edilen partiküller- başlangıç çözelti konsantrasyonunu

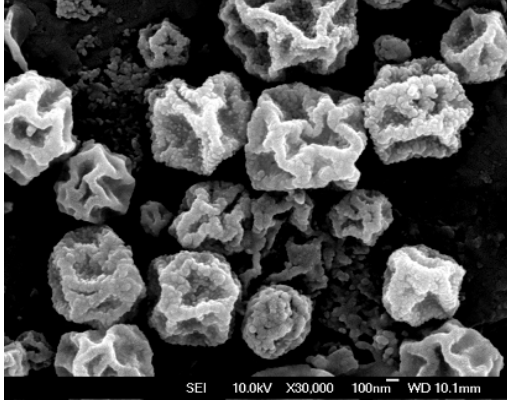
0,05 ile 0,8M konsantrasyonlarına sahip çinko asetat tuzu çözeltilerinden 400°C termal parçalanma sıcaklığında, 0,5 l/dak hava akış debisinde çinko oksit nanopartikülleri üretilmiştir. Üretilen partiküllerin SEM görüntüleri Şekil 6.7’te verilmiştir.



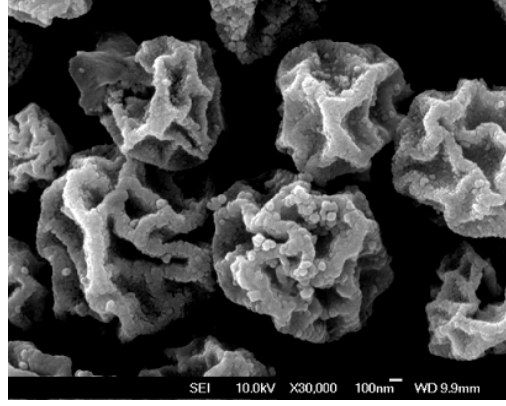
(a)



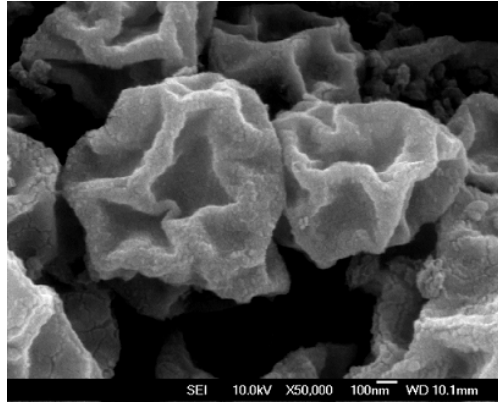
(b)



(c)



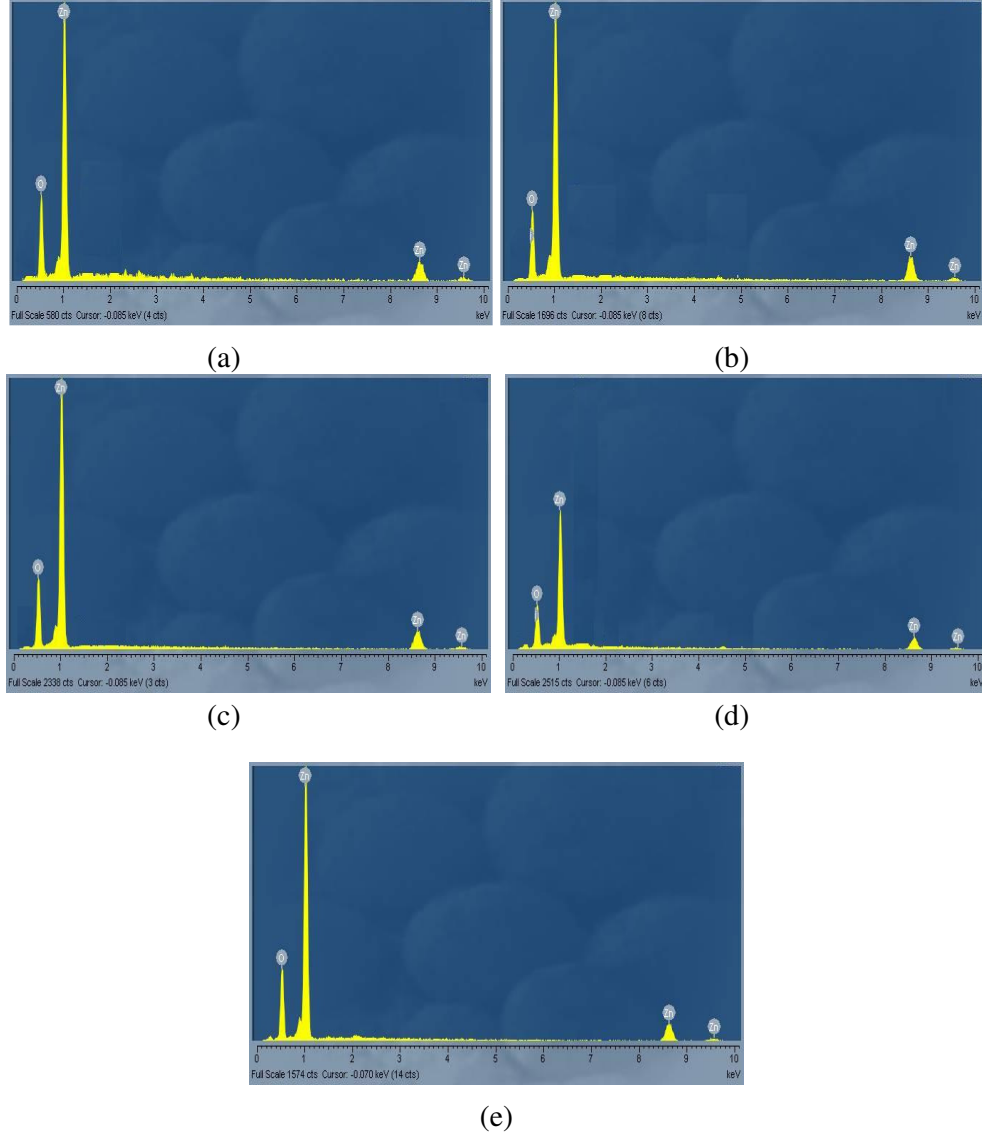
(d)



(e)

Şekil 6.7 : USP yöntemiyle (a) 0,05 M, (b) 0,1 M, (c) 0,2 M, (d) 0,4 M ve (e) 0,8M konsantrasyonlara sahip çinko asetat çözeltilerinden üretilen çinko oksit nanopartiküllerinin SEM görüntüleri.

Şekil 6.7’teki SEM görüntüleri incelendiğinde farklı konsantrasyonlara sahip başlangıç çözeltileri kullanılarak üretilen çinko oksit nanopartiküllerinin çiçeksi yapıya sahip olduğu görülmektedir. Konsantrasyon artışıyla birlikte küresel morfolojiye sahip birincil partiküller daha net bir şekilde görülmektedir. Üretilen partiküllerin EDS analiz sonuçları Şekil 6.8’da gösterilmiştir.



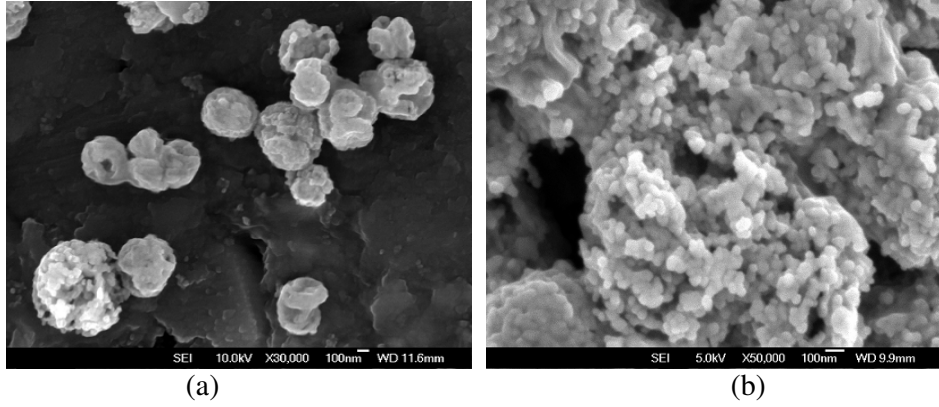
Şekil 6.8 : USP yöntemiyle (a) 0,05 M, (b) 0,1 M, (c) 0,2 M, (d) 0,4 M ve (e) 0,8M konsantrasyonlara sahip çinko asetat çözeltilerinden üretilen çinko oksit nanopartiküllerinin EDS analizleri.

EDS analizleri sonuçları incelendiğinde üretilen partiküllerin yapısında sadece çinko ve oksijen bulunduğu, herhangi bir yabancı elementin bulunmadığı görülmüştür. Elde edilen partiküllerinin bileşim oranı teorik ZnO bileşim oranına eşittir (%80.34 Zn ve %19.66 O).

6.2.2 Çinko nitrat çözeltisinden elde edilen partiküller- başlangıç çözelti konsantrasyonu

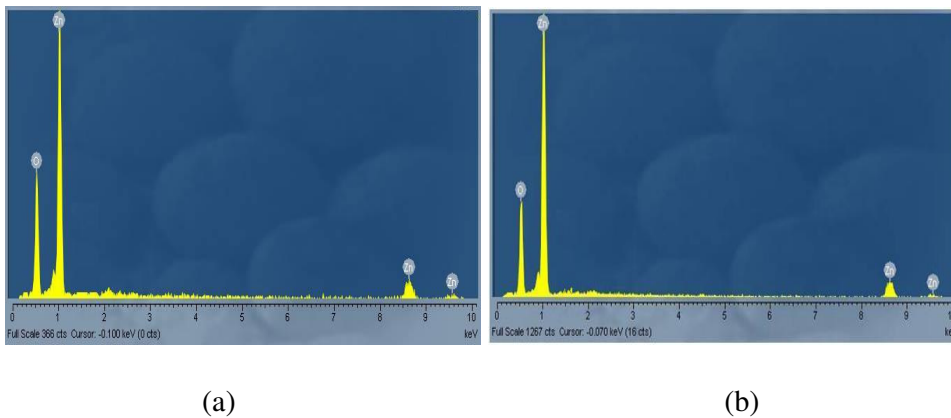
Çinko oksit nanopartiküllerinin üretimi için 0,1 ve 0,8M konsantrasyona sahip çinko nitrat sulu çözeltilerinden 600°C termal parçalanma sıcaklığında ve 0,5 l/dak hava

akış debisinde USP tekniğiyle çalışılmıştır. Farklı başlangıç konsantrasyon değerlerinde elde edilen çinko oksit partiküllerinin SEM görüntüleri Şekil 6.9’de verilmiştir.



Şekil 6.9 : USP yöntemiyle (a) 0,1 ve (b) 0,8M çinko nitrat çözeltilerinden üretilen çinko oksit nanopartiküllerinin SEM görüntüleri.

Şekil 6.9.a’da görülen partiküllerin, Şekil 6.9.b’deki partiküllere daha boşluklu bir yapıya sahip olduğu, konsantrasyon artmasıyla birlikte daha sıkı bağlanmış birincil partiküllerin varlığı, partikül boyutunun arttığı gözlemlenmektedir. Başlangıç konsantrasyonu arttığında elde edilen ürünün partiküller arası boşlukların azaldığını ve artan konsantrasyonla birlikte partikül boyutlarının arttığını Tsai ve arkadaşları [49] ultrasonik sprey piroliziyle nanopartikül üretimi adlı çalışmalarında belirtmişlerdir. Farklı konsantrasyonlardaki çinko nitrat çözeltilerinden hazırlanan çinko oksit nanopartiküllerinin EDS analizler sonuçları Şekil 6.10’de gösterilmiştir.



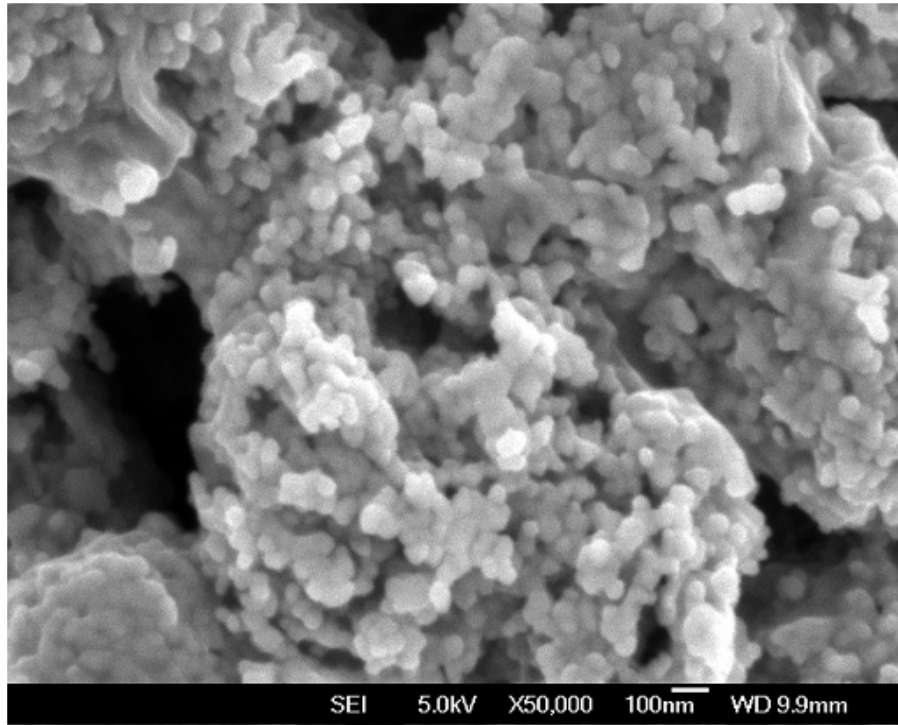
Şekil 6.10 : USP yöntemiyle (a) 0,1 ve (b) 0,8M çinko nitrat çözeltilerinden üretilen çinko oksit nanopartiküllerinin EDS analizleri.

Şekil 6.10’deki EDS analiz sonuçları ZnO partiküllerinin herhangi bir safsızlık içermediğini göstermektedir. 600°C’de farklı konsantrasyonlarda elde edilen

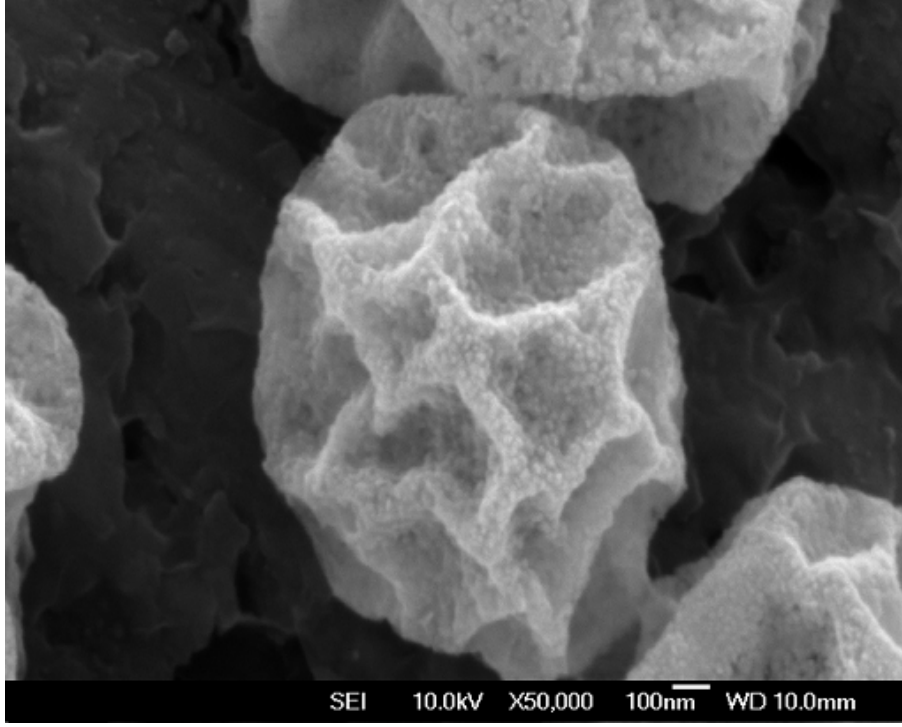
partiküllerde de çinko nitrat çözeltisinin içerdiği azotun yapıda kalmadığı görülmektedir.

6.3 Farklı Başlangıç Çözeltileri Kullanımının Çinko Oksit Nanopartikülleri Üzerine Etkisi

Bu bölümde aynı konsantrasyonda, aynı termal parçalanma sıcaklığında ve aynı hava akış debisinde farklı başlangıç çözeltilerinden üretilen çinko oksit nanopartikülleri üretilmiş, başlangıç çözeltisi farkının çinko oksit nanopartikülleri arasındaki etkisi incelenmiştir. Deneyler 600°C, 0,5 l/dak hava akış debisinde, 0,8 M konsantrasyona sahip çinko asetat ve çinko nitrat çözeltileri kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Üretilen partiküllerin SEM görüntüleri Şekil 6.11'da verilmiştir.



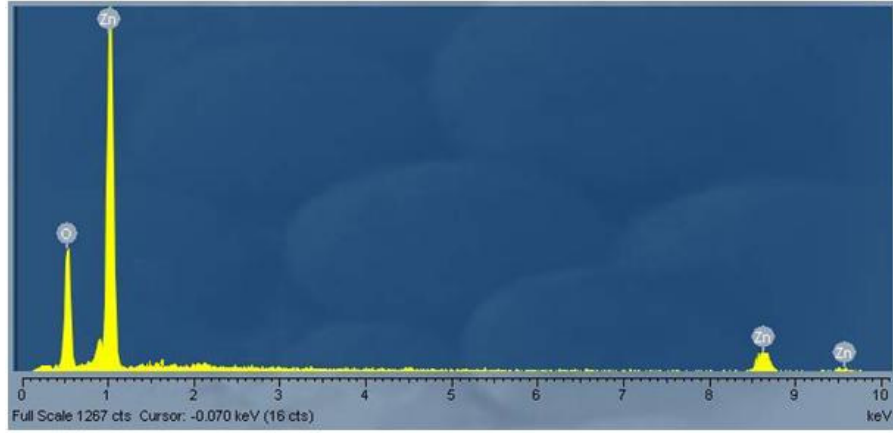
(a)



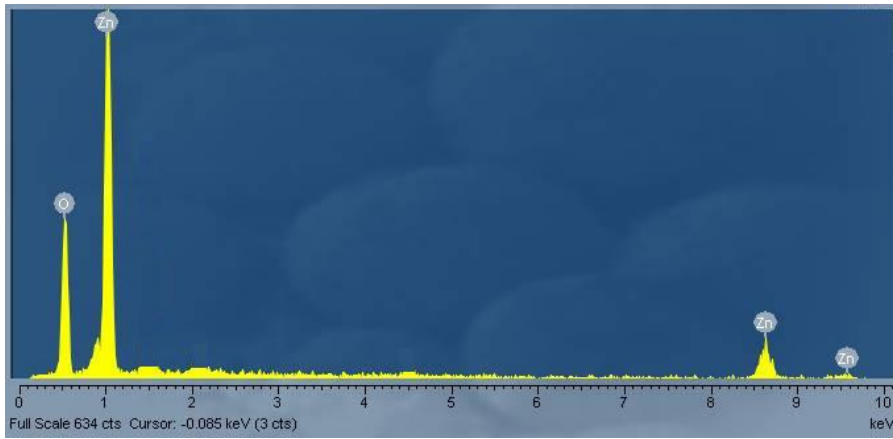
(b)

Şekil 6.11 : Farklı başlangıç çözeltileri (a) çinko nitrat ve (b) çinko asetat kullanılarak hazırlanan çinko oksit nanopartiküllerinin SEM görüntüleri.

Farklı başlangıç çözeltileri kullanılarak üretilen çinko oksit nanopartiküllerinin SEM görüntüleri incelendiğinde; çinko asetat ve çinko nitrattan oluşan birincil partiküllerin küresel olduğu ancak başlangıç çözeltisi olarak çinko nitrat çözeltisi kullanıldığında birincil partiküllerinden oluşan ikincil partiküller halen küreselken, başlangıç çözeltisi olarak çinko asetat çözeltisi kullanıldığında birincil partiküllerden oluşan ikincil partiküllerin çiçeksi bir yapıya sahip olduğu görülmektedir. Romeo'nun arkadaşlarıyla [27] ve Bacaksız'ın arkadaşlarıyla [56] gerçekleştirdikleri çalışmaların sonucunda belirttikleri gibi farklı başlangıç çözeltileri kullanıldığında elde edilen ürünlerin farklı yüzey morfolojilerine sahip olduğu gözlemlenmiştir. Farklı başlangıç çözeltileri kullanılarak üretilen çinko oksit nanopartiküllerinin EDS analiz sonuçları Şekil 6.12'da gösterilmiştir.



(a)



(b)

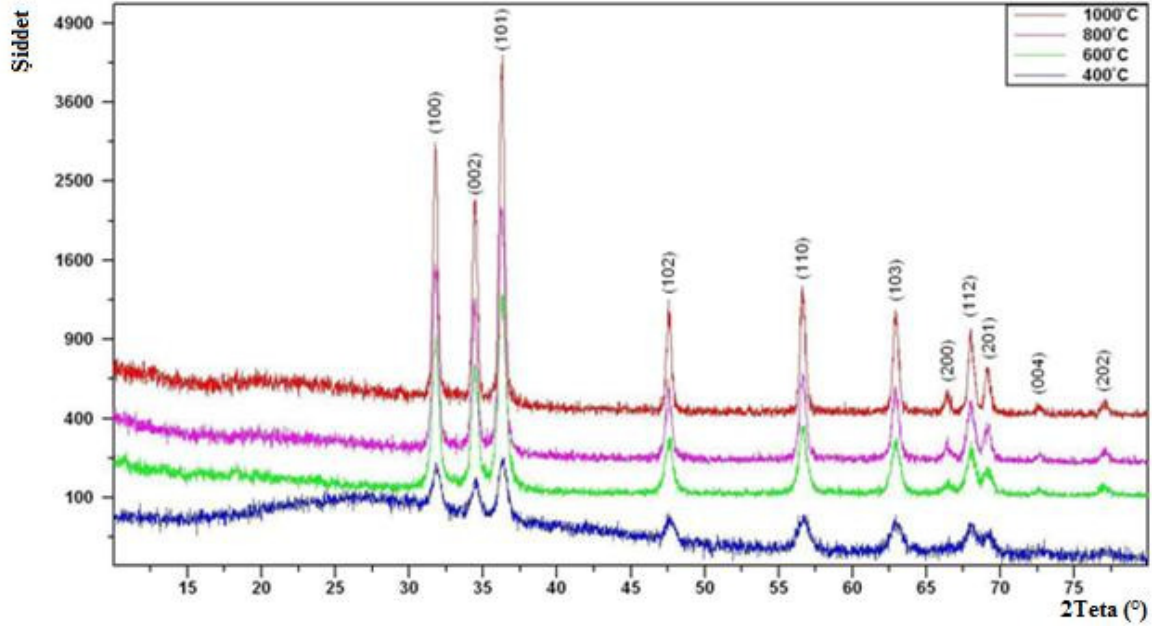
Şekil 6.12 : Farklı başlangıç çözeltileri (a) çinko nitrat ve (b) çinko asetat kullanılarak hazırlanan çinko oksit nanopartiküllerinin EDS analizleri.

Çinko oksit ve çinko asetat çözeltilerinin her ikisi kullanıldığında da oluşan partiküllerde çinko ve oksijen dışında herhangi bir safsızlığa rastlanmadığı Şekil 6.12'deki EDS analiz sonuçlarından görülebilmektedir.

6.4 X-Işınları Analizi

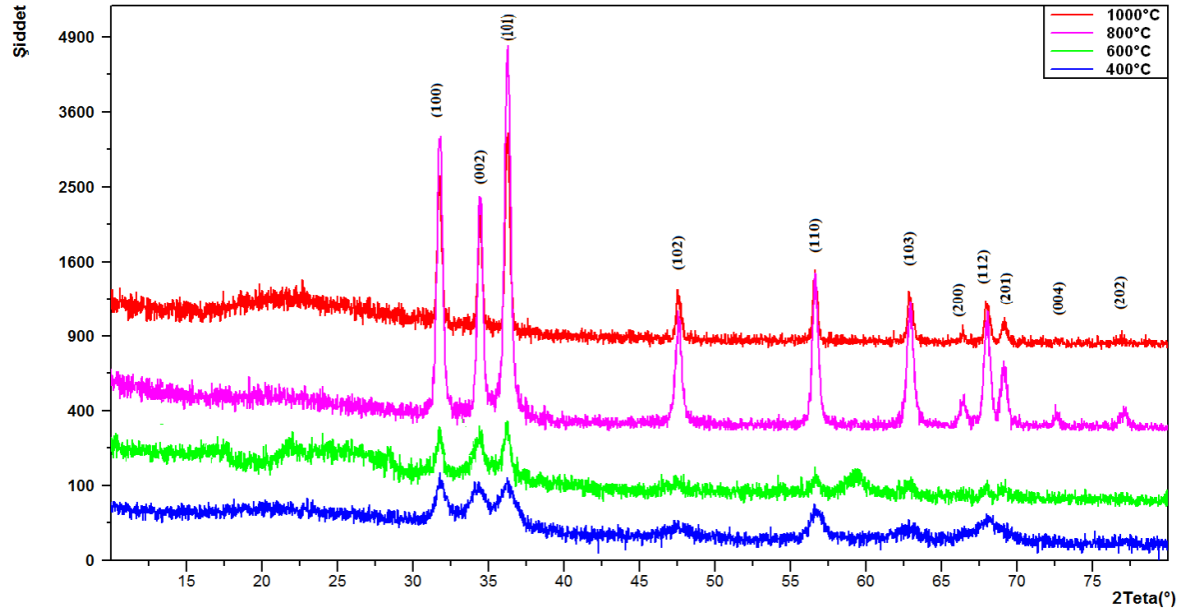
Farklı konsantrasyonlara sahip çinko asetat veya çinko nitrat tuzu çözeltileri kullanılarak farklı termal parçalanma sıcaklıklarında üretilen çinko oksit nanopartiküllerin termal parçalanma sıcaklığının ve başlangıç çözelti konsantrasyonunun çinko oksit nanopartiküllerinin kristalizasyonuna etkisi X-ışınları analiz yöntemi ile incelenmiştir.

Farklı termal parçalanma sıcaklıklarında 0,8 M çinko nitrat çözeltisinden üretilen çinko oksit nanopartiküllerinin X-ışınları difraksiyon paternleri Şekil 6.13’de gösterilmektedir.



Şekil 6.13 : Farklı sıcaklıklarda (400, 600, 800 ve 1000°C) 0,8 M çinko nitrat çözeltisi kullanılarak USP yöntemiyle üretilen çinko oksit nanopartiküllerinin X-ışınları difraksiyon paternleri.

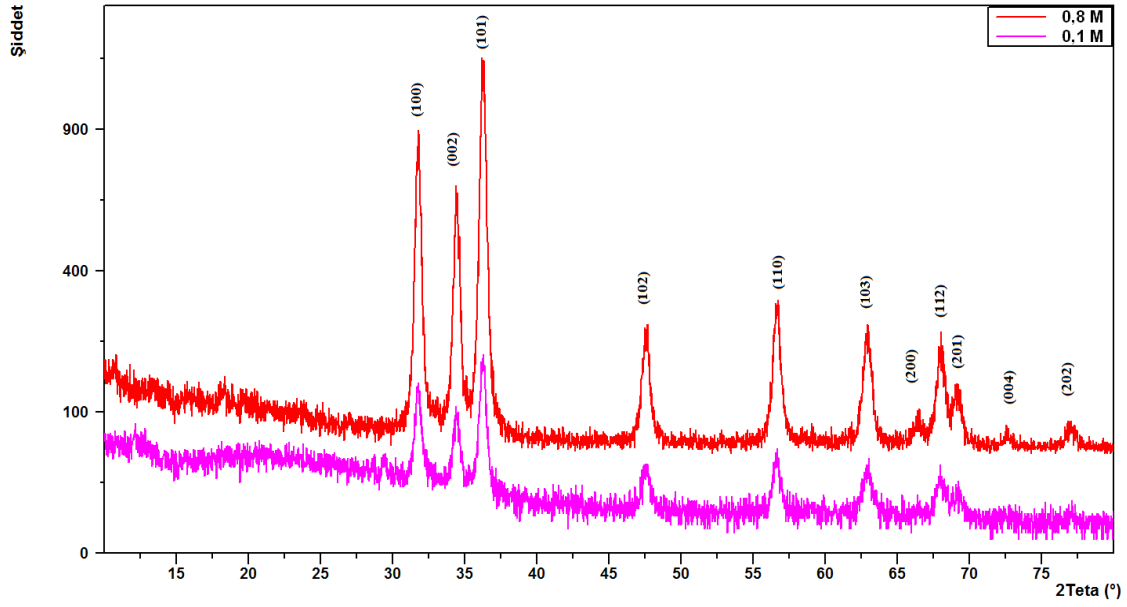
0,8 M çinko nitrat çözeltisinden farklı sıcaklıklarda elde edilen partiküllerin XRD paternleri incelendiğinde çinko oksit nanopartiküllerinin hekzagonal kristal yapısına sahip olduğu, artan sıcaklıkla birlikte pik şiddetlerinin yükseldiği ve pik genişliklerinin azaldığı gözlenmiştir. 0,8 M çinko asetat çözeltisinden farklı sıcaklıklarda elde edilen partiküllerin XRD paternleri ise Şekil 6.14’te gösterilmektedir.



Şekil 6.14 : Farklı sıcaklıklarda (400, 600, 800 ve 1000°C) 0,8 M çinko asetat çözeltisi kullanılarak USP yöntemiyle üretilen çinko oksit nanopartiküllerinin X-ışınları difraksiyon paternleri.

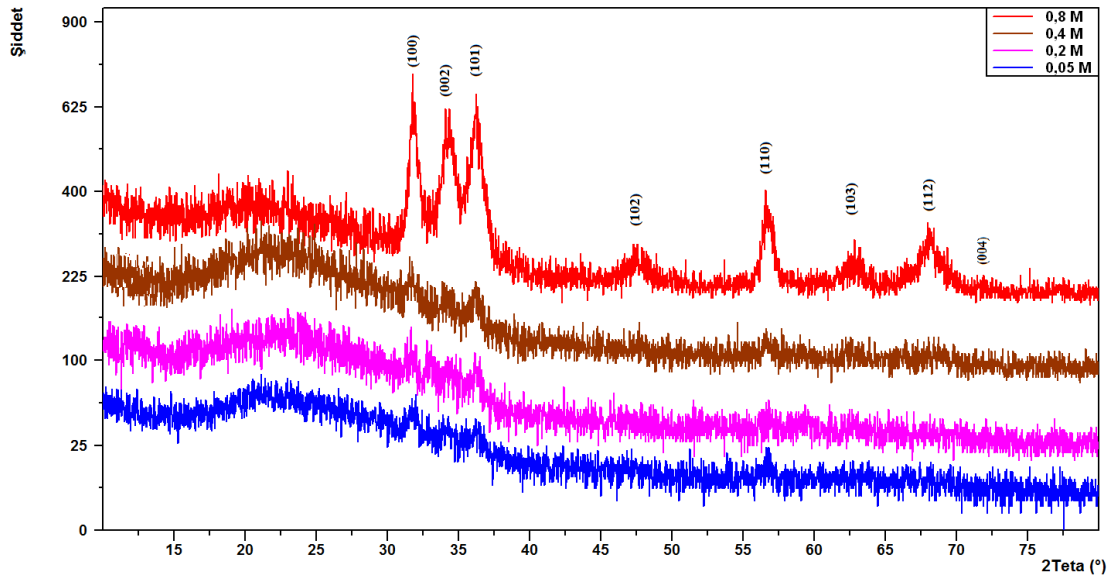
0,8 M konsantrasyona sahip çinko asetat çözeltisinden 400, 600, 800 ve 1000°C termal parçalanma sıcaklıklarında üretilen çinko oksit nanopartiküllerinin XRD analizleri incelendiğinde; yapının hekzagonal kristal yapısına sahip olduğu görülmüştür. Termal parçalanma sıcaklığının düşmesiyle toz boyutunun küçülmesine bağlı olarak piklerin yayvanlaştığı gözlemlenmiştir.

Başlangıç çözelti konsantrasyonunun çinko oksit nanopartiküllerinin kristalizasyonuna etkisi de incelenmiştir. 600°C’de, başlangıç çözeltisi olarak 0,1 M ve 0,8 M çinko nitrat çözeltisi için incelenmiştir (Bknz. Şekil 6.15).



Şekil 6.15 : Farklı çinko nitrat çözeltisi konsantrasyonlarında (0,1 ve 0,8 M), 600°C’de USP yöntemiyle üretilen çinko oksit nanopartiküllerinin XRD paternleri.

0,1 ve 0,8 M konsantrasyonlara sahip çinko nitrat çözeltilerinin kullanıldığı deneylerde oluşan partikülün hekzagonal kristal yapıda çinko oksit partikülü olduğu görülmektedir. Farklı konsantrasyonlardaki (0,05, 0,2, 0,4 ve 0,8 M) çinko asetat çözeltilerinin ise 400°C’de yapılan deneylerinde elde edilen ürünlerin XRD paternleri ise Şekil 6.16’da gösterilmektedir.



Şekil 6.16 : Farklı çinko asetat çözeltisi konsantrasyonlarında (0,05- 0,8 M), 400°C’de USP yöntemiyle üretilen çinko oksit nanopartiküllerinin XRD paternleri.

400°C’de farklı konsantrasyonlarda çinko asetat çözeltileri kullanılarak gerçekleştirilen deneylerde elde edilen ürünlerin XRD paternlerine bakıldığında yapının hekzagonal kristal yapısına sahip çinko oksit olduğu görülmüştür. Yapılarda ayrıca amorf yapı da bulunmaktadır. Bu amorfliğin kullanılan cam altlıktan veya düşük sıcaklıkta nanokristal yapının oluşamamasından dolayı kaynaklandığı düşünülmektedir.

6.5 Bant Aralığı Ölçümü

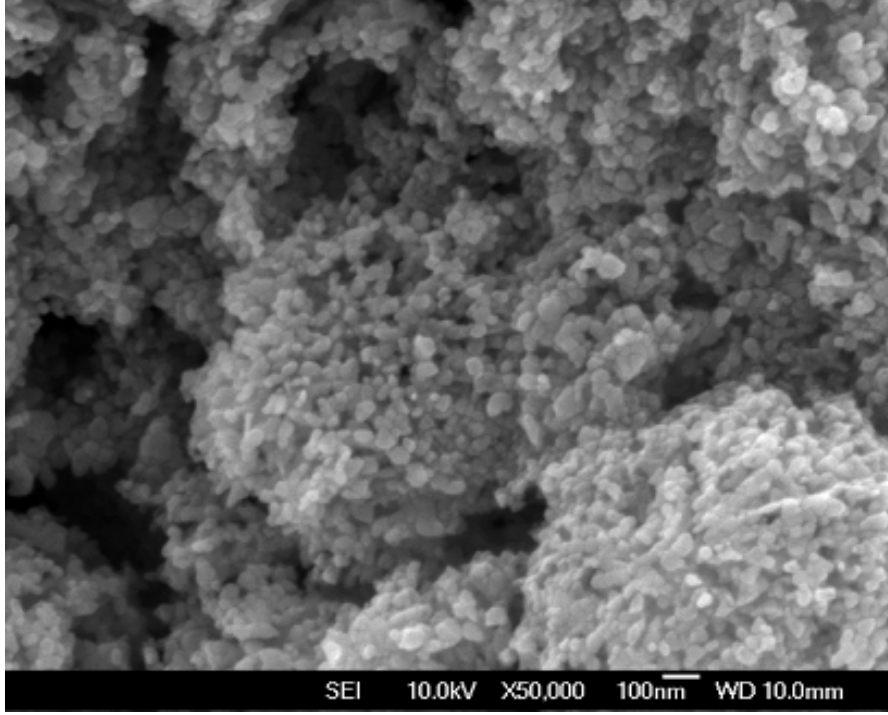
3,37 eV teorik iletim bant aralığına sahip, bu yüksek bant aralığına bağlı olarak bir çok uygulama alanında kullanılabilen ZnO nanopartiküllerinin bant aralıkları UV-Spektrofotometre ile dalga boyu ölçülerek hesaplanmıştır. Hesaplamalarda aşağıdaki denklem (Bknz. Eşitlik 6.1) kullanılmıştır.

$$E_g = \frac{hc}{\lambda} \quad (6.1)$$

Denklemde E_g bant aralığını, h Planck sabitini, c ışık hızını ve λ dalga boyunu göstermektedir. Çinko nitrat başlangıç çözeltisi kullanıldığında 400, 600 ve 1000°C’lerde üretilen partiküllerin bant aralıkları sırasıyla 3,38, 3,45 ve 3,28eV hesaplanmıştır. Çinko asetat başlangıç çözeltisi kullanıldığında ise 600, 800 ve 1000°C’lerde üretilen partiküllerin bant aralıkları sırasıyla 3,39, 3,27 ve 3,31eV hesaplanmıştır. Elde edilen değerler çinko oksit teorik bant aralığına oldukça yakın değerlerdir.

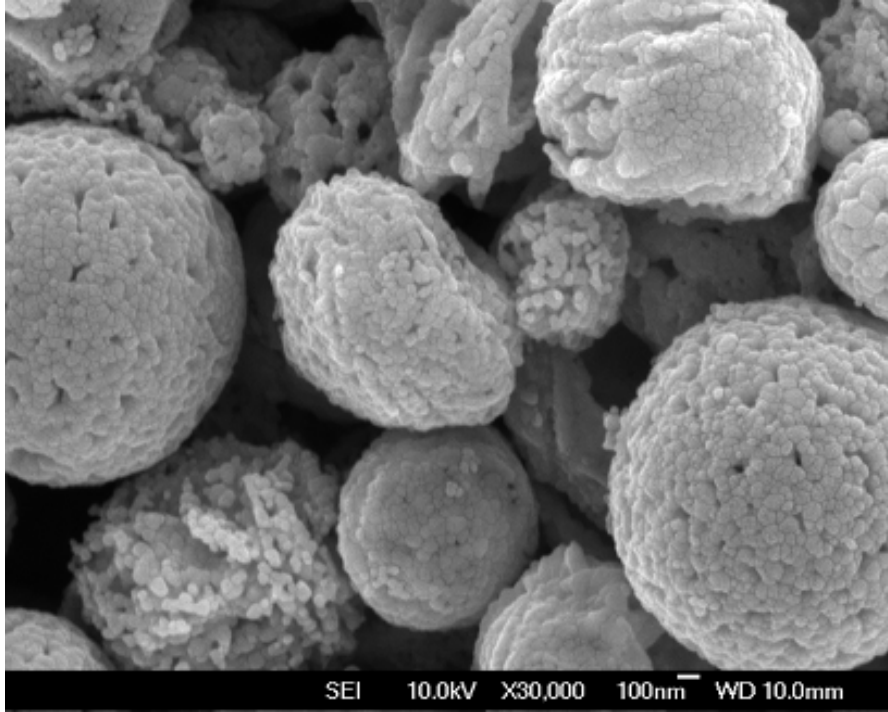
6.6 Partikül Oluşum Mekanizması

Ultrasonik sprej piroliz yöntemi ile nanopartikül üretiminde temel alınan model damlacık partikül dönüşüm modelidir. Bu modele göre ultrasonik atomizör vasıtasıyla çinko nitrat veya çinko asetat çözeltilerinden elde edilen damlacıkların istenilen sıcaklığa ulaşmış fırın ortamına taşınmasıyla buharlaşmanın etkisiyle damlacık boyutunda çekilme meydana gelir ve damlacık çapı azalırken çinko iyonu konsantrasyonu artmaktadır. Daha sonra çinko iyonu konsantrasyonu yüksek damlacık suyunu tamamen atmakta ve partikül dönüşümü termal parçalanma sonucu meydana gelmektedir. Şekil 6.17’e bakıldığında 100nm’nin altında boyuta sahip birincil nanopartiküller görülmektedir.

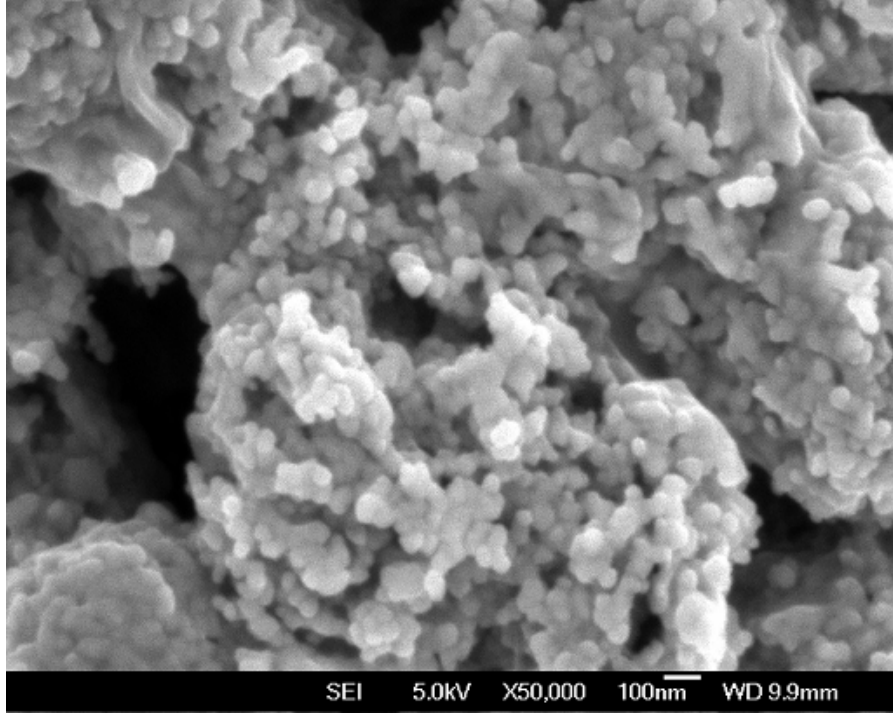


Şekil 6.17 : Termal parçalanma ile elde edilen birincil partiküllerin SEM görüntüsü.

Elde edilen birincil partiküller sıcaklık ve fırın içerisinde kalma süresine bağlı olarak sinterlenerek farklı morfolojilere sahip partiküllerin oluşmasına sebep olurlar. Farklı sıcaklıklarda elde edilen farklı yapıların SEM görüntüleri Şekil 6.18’de verilmiştir.



(a)



(b)

Şekil 6.18 : Farklı sıcaklıklarda oluşan farklı yapılar [(a) 0,8M çinko nitrat çözeltisi, 800°C, (b)0,8 M çinko asetat çözeltisi 600°C].

Şekil 6.18.a’ da birincil partiküller sinterlenerek birbirlerine bağlanmış ve aralardaki boşlukları doldurarak agrega adı verilen ikincil partikülleri oluşturmuşlardır. Şekil 6.18.b’de ise birincil partiküllerden sıcaklığın daha düşük olmasına bağlı olarak ikincil partiküller oluşmamışlardır.

7. GENEL SONUÇLAR VE DEĞERLENDİRMELER

- 1.** Çinko oksit nanopartikülleri USP tekniğiyle çinko nitrat ve çinko asetat başlangıç çözeltilerinden üretilmiştir.
- 2.** Çinko nitrat başlangıç çözeltisi kullanıldığında küresel morfolojiye sahip ZnO nanopartikülleri üretilmiştir. Reaksiyon sıcaklığının artışına bağlı olarak nanopartiküllerin sinterlenmesiyle küresel morfolojiye sahip mikronaltı (ikincil) partiküllerin oluştuğu tespit edilmiştir.
- 4.** Çinko asetat başlangıç çözeltisinden USP tekniği ile küresel morfolojiye sahip nanopartiküllerinden oluşan çiçek benzeri çinko oksit yapıları elde edilmiştir.
- 5.** Termal parçalanma sıcaklıklarının artışıyla elde edilen partikül boyutlarında artış belirlenmiştir.
- 6.** EDS analizleri sonucunda farklı başlangıç çözeltilerinden USP tekniği ile üretilen partiküllerin tamamen çinko oksit olduğu, yapıda herhangi bir safsızlık bulunmadığı görülmüştür.
- 7.** Üretilen çinko oksit nanopartikülleri hekzagonal kristal yapısına sahiptir.
- 8.** Çinko oksit nanopartiküllerinin kristal boyutları termal parçalanma sıcaklığına ve başlangıç çözelti konsantrasyonlarına bağlıdır.
- 9.** Üretilen nanopartiküllerin ölçülen bant aralıkları literatürde belirtilen çinko oksit bant aralığıyla uygunluk göstermektedir.
- 10.** ZnO nanopartiküllerinin çinko nitrat çözeltisi kullanılarak USP ile üretimi için 0,8 M çözelti konsantrasyonu ve 400°C reaksiyon sıcaklığı optimum koşullar olarak belirlenmiştir.
- 11.** ZnO nanopartiküllerinin çinko asetat çözeltisi kullanılarak USP ile üretimi için 0,2 M çözelti konsantrasyonu ve 400°C reaksiyon sıcaklığı optimum koşullar olarak belirlenmiştir.

KAYNAKLAR

- [1] **Enderby, J. and Dowling, A.**, 2004. Nanoscience and nanotechnologies: opportunities and uncertainties, *The Royal academy of Engineering Report*, London.
- [2] **Bayındır, M. and Köylü, Ö.**, 2006. Türkiye’de Nanoteknoloji, *Bilim ve Teknik Dergisi – Yeni Ufuklar*, **469**, 1-23.
- [3] **Gürmen, S., Stopic, S. and Friedrich, B.**, 2006, Synthesis of nanosized spherical cobalt powder by ultrasonic spray pyrolysis, *Materials Research Bulletin*, **41**, 1882-1890.
- [4] **K. Muraia et al.**, 2007. Preparation of copper nanoparticles with an organic coating by a pulsed wire discharge method, *Journal of Ceramic Processing Research*, **8**, 114-118.
- [5] **Mende, L. and Driscoll, J.**, 2007. ZnO nanostructures, defects and devices, *Materials Today*, **10**, 40-47.
- [6] **Shao, Z.B., Wang, C.Y., Geng, S.D., Sun, X.D. and Geng, S.J.**, 2006. Fabrication of nanometer-sized zinc oxide at low decomposing temperature, *Journal of Materials Processing Technology*, **178**, 247-250.
- [7] **Niasari, M.S., Mir, N. and Davar, F.**, 2008. ZnO nanotriangles: Synthesis, characterization and optical properties, *Journal of Alloys and Compounds*, **476**, 908-912.
- [8] **Singh, P., Kumar, A., Deepak and Kaur, D.**, 2007. Growth and characterization of ZnO nanocrystalline thin films and nanopowder via low-cost ultrasonic spray pyrolysis, *Journal of Crystal Growth*, **306**, 303-310.
- [9] **Gupta, A., Bhatti, H.S., Kumar, D., Verma, N.K. and Tandon, R.P.**, 2006. Nano and bulk crystals of ZnO: synthesis and characterization, *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*, **1**, 1-9.
- [10] **Castaneda, L.**, 2009. Synthesis and characterization of ZnO micro- and nanocages, *Acta Materialia*, **57**, 1385-1391.
- [11] **Niasari-Salavati, M., Davar, F. and Mazaheri, M.**, 2008. Preparation of ZnO nanoparticles from [bis(acetylacetonato)zinc(II)]-oleylamine complex by thermal decomposition, *Materials Letters*, **62**, 1890- 1892.
- [12] **Okuyama, K. and Lenggoro, I.**, 2003. Preparation of nanoparticles via spray route, *Chemical Engineering Science*, **58**, 537-547.
- [13] **Rossignol, C., Verelst, M., Dexpert-Ghys, J. and Rul, S.**, 2006. Synthesis of undoped ZnO nanoparticles by spray pyrolysis, *Advanced in Science and Technology*, **45**, 237-241.

- [14] **Raa, C. N. R.**, 1992. International Union of Pure and Applied Chemistry, *Blackwell Scientific Publications*.
- [15]**Url-1**<<http://www.horibalab.com/image.php?id=1314>>, alındığı tarih 12.08.2009.
- [16]**Url-2**<<http://www.gsbocid.com/documents/NanoTerms.pdf>>, alındığı tarih 17.10.2009.
- [17]**Url-3**<<http://webofscience.blogcu.com/nano-teknoloji-nedir-nerelerde-kullanilir/4161246>>, alındığı tarih 15.10.2009.
- [18]**Url-4**<http://www.nanotech-now.com/Press_Kit/nanotechnology-history.htm>, alındığı tarih 09.10.2009.
- [19]**Url-5**<http://en.wikipedia.org/wiki/History_of_nanotechnology>, alındığı tarih 09.10.2009.
- [20]**Url-6**<<http://www.nanomedicinecenter.com/article/history-of-nanotechnology>>, alındığı tarih 10.10.2009.
- [21] **Yao, T. and Hong, S.**, 2009. Oxide and Nitride Semiconductors, Springer, Berlin.
- [22]**Url-7** <<http://en.wikipedia.org/wiki/Nanoparticle>>, alındığı tarih 25.07.2009.
- [23] **Jagadish, C. and Pearton, S.**, 2006. Zinc Oxide Bulk, Thin Films and Nanostructures, Elseiver, China.
- [24]**Url-8**<http://www.webelements.com/compounds/zinc/zinc_oxide.html>, alındığı tarih 13.11.2009.
- [25]**Url-9**<<http://www.americanelements.com/Z-MITE%20PRODUCT%20INFORMATION.pdf>>, alındığı tarih 02.11.2009.
- [26] **Padmavathy, N. and Vijayaraghavan, R.**, 2008. Enhanced bioactivity of ZnO nanoparticles- an antimicrobial study, *Science and Technology of Advanced Materials*, **035004**, 1-7.
- [27] **Romeo, R., Leinen, D., Dalchiele, E. A., Ramos-Barrado, J.R. and Martin, F.**, 2006. The effects of zinc acetate and zinc chloride precursors on the preferred crystalline orientation of ZnO and Al-doped ZnO thin films obtained by spray Pyrolysis, *The Solid Films*, **5151**, 1942-1949.
- [28] **Ergin, B., Ketenci, E. and Atay, F.**, 2009. Characterization of ZnO films obtained by ultrasonic spray pyrolysis technique, *International Journal of Hydrogen Energy*, **34**, 5249-5254.
- [29] **Toplan, H. Ö. and Karkas, Y.**, 2000. *ZnO Varistörlerin Mikroyapısal ve Elektriksel Özellikleri*, *Metalurji Dergisi*, **125**, 19-23.
- [30] **Wang, Q., Qin, Y., Xu, G.J., Chen L., Li Y., Duan, L., Li, Z.X., Li, Y.L. and Cui, P.**, 2008. Low voltage ZnO varistor fabricated by the solution-coating method, *Ceramics International*, **34**, 1697-1701.
- [31] **Singhal, M., Chhabra, V., Kang, P. and Shsh, D.O.**, 1996. Synthesis of ZnO nanoparticles for varistor application using Zn-substituted aerosol ot microemulsion, *Materials Research Bulletin*, **32**, 239-247.

- [32] **Kumar, S. and Chen, S.**, 2008. Nanostructured zinc oxide particles in chemically modified electrodes for biosensor applications, *Analytical Letters*, **41**, 141-158.
- [33] **Yüksel, B. and Özkan, T.O.**, 2006. Molce % 0,5 ve 2 B₂O₃ katkısının ZnO'ın elektiriksel özelliklerine ve mikroyapısına etkisi, *13. Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi*, İstanbul, 46.
- [34] **Liu, J. and Huang, X.**, 2006. A low-temperature synthesis of ultraviolet-light-emitting ZnO nanotubes and tubular whiskers, *Journal of Solid State Chemistry*, **179**, 843-848.
- [35] **Url-10**<http://www.helmholtz-berlin.de/forschung/enma/heterogene-materialsysteme/arbeitsgebiete/zno-nanodevices_en.html>, alındığı tarih 27.10.2009.
- [36] **Çeliker, G.**, 2008. Boya ve kimya sektörü nanoteknoloji, *Nanoteknolojide Ürüne Dönüştürülebilir Araştırma ve Ticarileştirme Konferansı*, İstanbul.
- [37] **Url-11**<<http://www.nanophase.com/markets/details.aspx?MarketId=8>>, alındığı tarih 20.20.2009
- [38] **Lines, M.G.**, 2007. Nanomaterials for practical functional uses, *Journal of Alloys and Compounds*, **449**, 242-245.
- [39] **Enderby, J. and Dowling, A.**, 2004. Nanoscience and nanotechnologies: oppurtunities and uncertainties, *The Royal Society & The Royal Academy of Engineering Report*, London.
- [40] **Gürmen, S. and Ebin, B.**, 2008. Nanopartiküller ve üretim yöntemleri-1, *Metalurji Dergisi*, **150**, 31-38.
- [41] **Url-12**
<http://www.gitam.edu/eresource/nano/NANOTECHNOLOGY/role_of_bottomup_and_topdown_a.htm>, alındığı tarih 12.08.2009.
- [42] **Jian, J.K., Wang, C., Zhang, Z.H., Chen, X.L., Xu, L.H. and Wang, T.M.**, 2006. Nectie- like ZnO nanobelts grown by a self-catalytic VLS process, *Materials Letters*, **60**, 3809-3812.
- [43] **Url-13**<http://en.wikipedia.org/wiki/Chemical_vapor_deposition>, alındığı tarih 15.08.2009.
- [44] **Url-14**<ww2.aku.edu.tr/~evcin/nanomaterials/fabrication.pdf>, alındığı tarih 17.08.2009.
- [45] **Somiya, S. and Roy, R.**, 2000. Hydrothermal synthesis of fine oxide powders, *Bulletin of Material Science*, **23**, 453-460.
- [46] **Gencer, Ö.**, 2008. Bakır ve Bakır Oksit Nanopartiküllerinin Ultrasonik Sprey Piroiliz Yöntemi ile Üretimi, Yüksek Lisans Tezi, *İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul.
- [47] **Wang, W. N., Itoh, Y., Lenggoro, I. W., and Okuyama, K.**, 2004. Nickel and nickel oxide nanoparticles prepared from nickel nitrate hexahydrate by a low pressure spray pyrolysis, *Materials Science and Engineering*, **111**, 69- 76.

- [48] **Ebin, B.**, 2007. Demir Nanopartiküllerinin Ultrasonik Sprey Piroliz ve Hidrojen Redüksiyonu Yöntemi ile Üretimi, Yüksek Lisans Tezi, *İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul.
- [49] **Tsai, S.C., Song, Y.L., Tsai, C.S., Yang, C.C., Chiu, W.Y. and Lin, H.M.**, 2004. Ultrasonic spray pyrolysis for nanoparticles synthesis, *Journal of Materials Science*, **39**, 3647-3657.
- [50] **Jung, K. Y., Lee, J. H., Koo, H. Y., Kang, Y. C. and Park, S. B.**, 2007. Preparation of solid nickel nanoparticles by large-scale spray pyrolysis of $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ precursor: effect of temperature and nickel acetate on the particle morphology, *Materials Science and Engineering*, **B137**, 10-19.
- [51] **Url-15**
<http://www.wipo.int/pctdb/en/wo.jsp?IA=CN2006000800&DISPLAY=DESC>, alındığı tarih 11.11.2009.
- [52] **Al- Suleimani, Y., Yule, A.J. and Collins, A.P.**, 1999. How orderly is ultrasonic atomization, *Illass- Europe'99*, Toulouse.
- [53] **Avvaru, B., Patil, M.N., Gogate, P.R. and Pandit, A.B.**, 2006. Ultrasonic atomization: effect of liquid phase properties, *Ultrasonics*, **44**, 146-158.
- [54] **Caccioppoli, G., Clausen, B., Bonjour, C. and Pralong, P.**, 2002. Fabrication of metal powders by ultrasoniz atomisation, *Materiaux*.
- [55] **Jokanovic, V., Nikcevic, I., Dacic, B. and Uskokovic, D.**, 2004. Synthesis of nanostructured carbonated calcium hydroxyapatite by ultrasonic spray pyrolysis, *Journal of Ceramic Processing Processing Research*, **5**, 157-162.
- [56] **Bacaksız, A., Parlak, M., Tomakin., Özçelik, A., Karakız, M. and Altunbaş, M.**, 2008. The effects of zinc nitrate, zinc acetate and zinc chloride precursors on investigation of structural and optical properties of ZnO thin films, *Journal of Alloys and Compounds*, **466**, 447-450.
- [57] **Yang, J., Liu, X., Yang, L., Wang, Y., Zhang, Y. and Lang, J.**, 2009. Effect of annealing temperature on the structure and optical properties of ZnO nanoparticler, *Journal of Alloys and Compounds*, **477**, 632-635.
- [58] **Alver, U., Kılınç, T., Bacaksız, E., Küçükömeroğlu, T., Nezir, S., Mutlu, İ.H. and Aslan, F.**, 2007. Synthesis and characterization of spray pyrolysis zinc oxide microrods, *Thin Solid Films*, **515**, 3448-3451.
- [59] **Han, Y., Ding, Y., Yin, W. and Ma, Z.**, 2006. Preparation of homogeneous ZnO nanoparticles via precipitation-pyrolysis with $\text{Zn}_5(\text{CO}_3)_2(\text{OH})_6$ as precursor, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, **16**, 1205-1212.

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans tez çalışmalarım kapsamında göstermiş olduğu özverili katkılarından dolayı, bilgi ve deneyimlerinden yararlandığım, manevi desteğini benden hiçbir zaman esirgemeyen tez danışmanım değerli hocam Doç Dr. Sebahattin GÜRMEN'e teşekkür ve saygılarımı sunarım. Çalışmalarım sırasında bana yardımcı olan ve S-301 araştırma laboratuvarında çalışmamıza imkan sağlayan değerli hocam Prof. Dr. Cüneyt ARSLAN'a teşekkür ederim. Ayrıca çalışmamın her anında her türlü bilgi birikimini benimle paylaşan, hiçbir fedakarlıktan kaçınmayan Araş. Gör. Burçak EBİN'e teşekkür ederim.

Karakterizasyon çalışmalarımı gerçekleştirmeme imkan tanıyan Prof. Dr. Mustafa ÜRGEN, Prof. Dr. İsmail DUMAN ve Doç. Dr. Gültekin GÖLLER'e, SEM analizlerinde bana yardımcı olan Hüseyin SEZER ve Talat Tamer ALPAK'a, X-ışınları analizlerinde bana yardımcı olan Sevgin TÜRKELİ'ye, mühendislik eğitimim boyunca değerli bilgilerinden faydalandığım İ.T.Ü. Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü hocalarıma teşekkürü bir borç bilirim.

Yürütücülüğü Yard. Doç. Dr. Burak ÖZKAL tarafından yapılan TÜBİTAK 107M505 numaralı "ZnO ve Ag nano-partikül ve nano-fiberlerin üretimi ve bu tozlardan hareketle antibakteriyal polimer matrisli kompozit yapıların enjeksiyon kalıplama yöntemiyle geliştirilmesi." projesi kapsamında sağladığı destekten dolayı Yard. Doç. Dr. Burak ÖZKAL'a ve TÜBİTAK MAG'a çok teşekkür ederim.

En sıkıntılı günlerimde yanımda olan, sevgili arkadaşlarım Aslı DEMİREL, Deniz TUNCER ve Merve YILMAZ'a sonsuz sevgilerimi sunarım.

Yaşantımın her anında bana desteklerini ve sevgilerini esirgemeyen fedakar canım aileme; annem Aynur ARIĞ, babam İsmail ARIĞ ve birtanecik kardeşim Salih Anıl ARIĞ'a sonsuz teşekkür ve sevgilerimi sunarım. Ayrıca bana gösterdikleri anlayış, sevgi, sabır ve destekten dolayı dayım Mustafa ULU, yengem Şeyda ULU, canım kuzenim Ata Berk ULU'ya, her zaman bana destek olan sevgili teyzelerim Asil ULU ve Aydan ULU'ya ve dualarını üzerimden hiç eksik etmeyen anneannem Aliye ULU'ya çok teşekkür ederim. Ayrıca hayatta olsalardı benimle gurur duyacaklarını bildiğim babaannem Emine ARIĞ'a ve dedelerim Faik ULU ile Salih ARIĞ'a özlemle teşekkürü bir borç bilirim.

ÖZGEÇMİŞ

Ad Soyad: Elif Arıĝ

Doĝum Yeri ve Tarihi: Karabük, 07.06.1985

Lisans Üniversitesi: İstanbul Teknik Üniversitesi

Yayın Listesi:

Elif Arıĝ, Burçak Ebin, Sebahattin Gürmen, Burak Özkal, "Fabrication and Characterization of Zinc Oxide Nanoparticles", 08/2009, s. 178, International Conference on Nanomaterials and Nanosystems, İTÜ, İstanbul, Türkiye, 10.08.2009 - 13.08.2009”