

T.C.
KIRIKKALE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

KİMYA ANABİLİM DALI
YÜKSEK LİSANS TEZİ

NİKEL NANOPARTİKÜL SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU

Aysun AKÇAY

TEMMUZ 2018

Kimya Anabilim Dalında Aysun AKÇAY tarafından hazırlanan NİKEL NANOPARTİKÜL SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU adlı Yüksek Lisans Tezinin Anabilim Dalı standartlarına uygun olduğunu onaylarım.

Anabilim Dalı Başkanı
Prof. Dr. Zeki ÖKTEM

Bu tezi okuduğumu ve tezin **Yüksek Lisans Tezi** olarak bütün gereklilikleri yerine getirdiğini onaylarım.

Ortak Danışman
Doç. Dr. Salih Uğur BAYÇA
ALTINOK

Danışman
Dr. Öğr. Üyesi Haydar

Jüri Üyeleri

Başkan : Prof. Dr. Hayrettin TÜMTÜRK
Üye (Danışman) : Dr. Öğr. Üyesi Haydar ALTINOK
Üye : Doç. Dr. Salih Uğur BAYÇA
Üye : Doç. Dr. Osman BİCAN
Üye : Dr. Öğr. Üyesi Murat İNAL

17/07/2018

Bu tez ile Kırıkkale Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Yönetim Kurulu Yüksek Lisans derecesini onaylamıştır.

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü
Prof. Dr. Mustafa YİĞİTOĞLU



Ailem' e
ve
Anneannem' e

ÖZET

NİKEL NANOPARTİKÜL SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU

AKÇAY, Aysun

Kırıkkale Üniversitesi

Fen Bilimleri Enstitüsü

Kimya Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi

Danışman: Dr. Öğr. Üye. Haydar ALTINOK

Ortak Danışman: Doç. Dr. Salih Uğur BAYÇA

Temmuz 2018, 138 sayfa

Çalışmada, nikel nano parçacıkları hidrotermal sentez yöntemi ile sentezlenmiştir. Sentez aşamasında Nikel(II) sülfat heksahidrat ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) ve Nikel(II) Klorür (NiCl_2) gibi iki farklı nikel çözeltisi hidrazin ile indirgenerek nanoparçacıklar elde edilmiştir. Nikel parçacıkların şekline ve boyutuna; pH, sıcaklık, süre gibi reaksiyon parametrelerinin, hekzadesil trimetil amonyum bromür (HTAB) ve poli(etilen glikol) (PEG) gibi sürfaktanların, nikel, hidrazin, etilendiamin tetra asetik asit (EDTA), oksalik asit, sodyum asetat trihidrat (SAT) ve sodyum klorür (NaCl) gibi kimyasalların derişimlerinin etkisi incelenmiştir.

Sentezde ilk olarak nikel çözeltisi çeşitli derişimlerde suda çözülerek hazırlandı ve inert azot gazı atmosferinde üzerine çeşitli miktarlarda hidrazin ilave edilerek ön indirgemeye tabi tutuldu. Daha sonra çözeltiye farklı miktarlarda HTAB, PEG, EDTA, oksalik asit, SAT veya NaCl ilave edildi. Çözelti reaktöre alınarak etüv içerisinde farklı sıcaklık ve zaman aralıklarında hidrotermal işleme tabi tutuldu. Sentezlenen nikel nano parçacıkları taramalı elektron mikroskobu (SEM), X-ışını difraksiyonu (XRD) ve manyetik histerezis eğrileri ile karakterize edildi.

Anahtar kelimeler: Hidrotermal sentez, Nikel, Manyetik özellikler, Nano
küresel parçacık, Diken parçacık



ABSTRACT

NICKEL NANOPARTICLE SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION

AKÇAY, Aysun

Kırıkkale University

Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Chemistry, M.Sc. Thesis

Supervisor: Dr. Öğr. Üye. Haydar ALTINOK

Co-Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Salih Uğur BAYÇA

July 2018, 138 pages

In this study, nickel nanoparticles have been synthesized by hydrothermal synthesis. Two different nickel solutions, such as Nickel (II) sulphate hexahydrate ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) and Nickel (II) Chloride (NiCl_2), were reduced with hydrazine to produce nanoparticles during the synthesis step. The effect of $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ concentration, the reaction parameters such as pH, temperature, time, the surfactants such as hexadecyl trimethyl ammonium bromide (HTAB) and polyethylene glycol (PEG), and the effects of the amounts of chemicals such as hydrazine, ethylenediaminetetraacetic acid (EDTA), oxalic acid, sodium acetate trihydrate (SAT) and sodium chloride (NaCl) on the shape and size of nickel particles were investigated.

In the synthesis, $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ at various concentrations was first dissolved in water and subjected to preliminary reduction by adding hydrazine in various amounts inside an inert nitrogen atmosphere. Different amounts of HTAB, PEG, EDTA, oxalic acid, SAT or NaCl were added in the solution. The solution was taken into the reactor and subjected to hydrothermal process at different temperature and time intervals in the oven. The synthesized nickel nanoparticles were characterized by scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction (XRD) and magnetic hysteresis curves.

Key words: Hydrothermal synthesis, Nickel, Magnetic properties, Nano spherical particle, Thorn particle



TEŞEKKÜR

Yüksek lisans tez çalışmalarım süresince yardım ve katkılarını esirgemeyen tez danışmanlarım Dr. Öğr. Üyesi Haydar ALTINOK ve Doç. Dr. Salih Uğur BAYÇA'ya sonsuz saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Yüksek lisans eğitimim boyunca, laboratuvar çalışmaları esnasında anlayışlarını, sabır ve bilgilerini benden esirgemeyen; eğlenerek öğrenilebileceğini, beraber her şeyin başarılabilirliğini bana gösteren Dr. Öğr. Üyesi Murat İNAL 'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Ayrıca Dr. Öğr. Üyesi Murat GÖKGÖZ 'e, Arş. Gör. Dr. Nuran ERDURAN 'a ve Arş. Gör. Deniz DOĞAN 'a her zaman yanımda olup her daim destek verdikleri için teşekkürlerimi sunarım.

Laboratuvar arkadaşım Tuğrul ERDOĞAN' a hiçbir zaman yardım ve desteğini esirgemediği için çok teşekkür ederim.

Arkadaşım Arş. Gör. Gül ÖZAVCI YAPICI' ya her zaman yanımda olduğu için teşekkür ederim.

Okul arkadaşlarım Rabia YEŞİL, Şima ÜNNÜ, Melike Burcu KABATAŞ' a yürüdüğüm yolu güzelleştirdikleri için teşekkür ederim.

Her zaman desteklerini hissettiğim, canımın yarısı, ikizim Dilara AKÇAY' a ve biricik arkadaşım Laçın YILMAZ' a sonsuz teşekkür ederim.

Tüm hayatım boyunca maddi manevi desteklerini bir an olsun esirgemeyen kıymetli annem Nimet AKÇAY' a ve kıymetli babam Hafız AKÇAY' a ve en değerlim, kardeşim Oğulcan AKÇAY' a sonsuz teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

Sayfa

ÖZET	i
ABSTRACT	iii
TEŞEKKÜR	v
İÇİNDEKİLER DİZİNİ.....	vi
ÇİZELGELER DİZİNİ.....	xvi
1. GİRİŞ.....	1
1.1. Nano Tanımı	1
1.2. Nanoteknoloji Nedir.....	1
1.2.1. Nanoteknoloji Avantajları.....	2
1.3. Nanoteknolojinin Tarihi	3
1.4. Nano Yapıtaşları	4
1.5. Nano Yapılı Malzemeler	4
1.5.1. Nanoparçacıkların Güncel ve Gelişmekte Olan Uygulamaları.....	6
1.6. Nanoteller, Nanotüpler, Nanoçubuklar	6
1.7. Fullerenler, Nanotüpler ve İlişkili Yapılar.....	8
1.8. Karbon Nanotüpler.....	10
1.9. Nano Malzemelerin Kullanım Alanları	13
1.9.1. Yapı Malzemesi ve İmalat Sektöründe.....	13
1.9.2. Nano Elektronik ve Bilgisayar Teknolojileri.....	14
1.9.3. Sağlık Sektöründe.....	14
1.9.4. Havacılık ve Uzay Araştırmaları	15
1.9.5. Çevre Temizliği ve Enerji.....	15
1.9.6. Savunma Sektörü.....	15
1.9.7. Depolama.....	16

1.9.8. Tekstil Sektörü.....	16
1.10. Nikel Metali ve Özellikleri	16
1.11. Nikel Nanopartikül Üretimi.....	19
1.11.1. Sol-Jel Yöntemi.....	19
1.11.2. Mikroemülsiyon Yöntemi	21
1.11.3. Poliol Yöntemi	22
1.11.4. Hidrotermal Sentez Yöntemi.....	23
1.12. Nikel Nanopartikül Özellikleri ve Kullanım Alanları	26
1.13. Nikel Nanopartikül Karakterizasyon Yöntemleri	26
1.13.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)	27
1.13.2. Transmisyon Elektron Mikroskobu (TEM).....	28
1.13.3. X- Işını Kırınımı (XRD).....	29
1.13.5. Manyetik Histerezis.....	31
2. MATERYAL VE YÖNTEM.....	35
2.1. Kullanılan Kimyasal Maddeler.....	35
2.2. Kullanılan Cihazlar	38
2.3. Analiz ve Görüntüleme Cihazları	39
2.4. Nikel(II) Klorür Başlangıç Malzemesinden Nanoparçacık Eldesi ve Uygulanan Parametreler	41
2.4.1. Nikel(II) Klorür Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine pH Etkisi	41
2.4.2. Nikel(II) Klorür başlangıç malzemesinden nikel parçacık sentezi üzerine Sıcaklık Etkisi	42
2.4.3. Nikel(II) Klorür Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Otoklav Süresinin Etkisi	43
2.4.4. Nikel(II) Klorür Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Hidrazin Etkisi	43
2.4.5. Nikel(II) Klorür Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine HTAB Etkisi	44

2.5. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Deneysel Yöntemi	45
2.5.1. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Poli(EtilenGlikol) Etkisi	45
2.5.2. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Etilendiamin Tetra Asetik Asit Etkisi.....	46
2.5.3. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Oksalik Asit Etkisi	47
2.5.4. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Sodyum Asetat Trihidrat Etkisi	48
2.5.5. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine HTAB Etkisi	49
2.5.6. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Sodyum Klorür Etkisi	50
2.5.7. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Nikel(II) Sülfat Hekzahidrat Derişiminin Tepkimeye Etkisi	51
2.6. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullara Uygulanan Parametreler	52
2.6.1. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda Hidrazin Parametresinin Uygulamaları.....	52
2.6.2. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda Sıcaklık Parametresinin Uygulamaları	53
2.6.3. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda Zaman Parametresinin Uygulamaları.....	54
2.6.4. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda NiSO ₄ Derişim Parametresinin Uygulamaları	55
2.6.5. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda Ph Parametresinin Uygulamaları	56
2.6.6. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda Sıcaklık Parametresinin Uygulamaları	57

2.6.7. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda Oksalik Asit Parametresinin Uygulamaları.....	58
2.6.8. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda Sodyum Klorür Parametresinin Uygulamaları	59
2.7. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda Manyetik Histeresiz Çalışmaları	60
2.8. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda SEM Çalışmaları	61
3. ARAŞTIRMA BULGULARI	63
3.1. Nikel(Iı) Klorür Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi İçin Yapılan Çalışmalar	63
3.1.1. Nikel(Iı) Klorür Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Ph Etkisi.....	63
3.1.2. Nikel(II) Klorür Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Sıcaklık Etkisi	65
3.1.3. Nikel(II) Klorür Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Otoklav Süresinin Etkisi	67
3.1.4. Nikel(II) Klorür Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Hidrazin Etkisi	68
3.1.5. Nikel(II) Klorür Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine HTAB Etkisi	71
3.2. Nikel(Iı) Sülfat Hekzahidrat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi İçin Yapılan Çalışmalar	72
3.2.1. Nikel(Iı) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Poli(EtilenGlikol) Etkisi	72
3.2.2. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Etilendiamin Tetra Asetik Asit Etkisi.....	74
3.2.3. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Oksalik Asit Etkisi	77
3.2.4. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Sodyum Asetat Trihidrat Etkisi	80

3.2.5. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine HTAB Etkisi	83
3.2.6. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Sodyum Klorür Etkisi	86
3.2.7. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Nikel(II) Sülfat Hekzahidrat Derişiminin Tepkimeye Etkisi	89
3.3. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullar İçin Yapılan Çalışmalar.....	90
3.3.1. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda Hidrazin Parametresinin Uygulamaları.....	90
3.3.3. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda Zaman Parametresinin Uygulamaları.....	95
3.3.4. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda NiSO ₄ Derişim Parametresinin.....	97
Uygulamaları	97
3.3.5. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda Ph Parametresinin Uygulamaları	99
3.3.6. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda Sıcaklık Parametresinin Uygulamaları	101
3.3.7. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda Oksalik Asit Parametresinin Uygulamaları.....	103
3.3.8. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda Sodyum Klorür Parametresinin Uygulamaları	104
3.4. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda SEM Çalışmaları	106
3.5. Nikel(II) sülfat başlangıç malzemesinden nikel parçacık sentezi üzerine Optimum Koşullarda Manyetik Histerezis Çalışmaları	107
3.6. XRD Deneysel Sonuçları.....	109
4. SONUÇLAR	111
KAYNAKLAR.....	114

ŞEKİLLER DİZİNİ

ŞEKİL

Sayfa

1.1. Fulleren veya Buckminster fullerene(buckyballs)	9
1.2. Karbon Nanotüp	11
1.3. Tek Duvarlı Karbon Nanotüp ve Çok Duvarlı Karbon Nanotüp	12
1.4. İşlenmiş ve ham halde nikel görünümleri	17
1.5. Sol-jel üretiminde temel adımlar.....	20
1.6. Mikroemülsiyon yaklaşımı ile nanopartiküllerin oluşumu için önerilen mekanizma.....	22
1.7. SEM cihazında numune üzerine çarpan elektronların dağılımı	28
1.8. TEM aparatının şematik gösterimi	29
1.9. (a) Bir kristal düzleminde X-ışını kırınımının meydana gelişi ve (b) kırınım olayında x ışınlarının aldığı yolların uzunlukları arasındaki farkların ayrıntılı bir şekilde gösterimi	30
1.10. Manyetik Histerezis Örnek Grafik.....	31
2.1. Nikel (II) Sülfat Hekzahidrat	35
2.2. Hidrazin Hidrat Solüsyon.....	35
2.3.Sodyum Asetat Trihidrat.....	36
2.4. Poli(EtilenGlikol).....	36
2.5. Hekzadesiltrimetilamonyum Bromid	37
2.6. Etilendiamin Tetra Asetik Asit(EDTA).....	37
2.7. Oksalik Asit	38
2.8. ODTÜ Merkez Lab. X- Işını Difraktometresi.....	39
2.9. ODTÜ Merkez Lab. Taramalı Elektron Mikroskobu.....	40
2.10. Nikel(II) Klorür ile Hidrazin Tepkimesi	41
3.1. NaOH ile pH=10.5 Etkisinin Farklı Büyütmelerdeki Görüntüsü.....	63
3.2. NaOH ile pH=12.0 Etkisinin Farklı Büyütmelerdeki Görüntüsü	64
3.3. NH ₄ OH ile pH=10.5 Etkisinin Farklı Büyütmelerdeki Görüntüsü	64
3.4. NH ₄ OH ile pH=12.0 Etkisinin Farklı Büyütmelerdeki Görüntüsü	65
3.5. 110°C' de Isıtılmış NiCl ₂ 'nin Farklı Büyütmelerdeki SEM Görüntüsü	66
3.6. 170°C' de Isıtılmış NiCl ₂ 'nin Farklı Büyütmelerdeki SEM Görüntüsü	66

3.7. 10 Saat Isıtılan NiCl_2 'nin Farklı Büyütmelerdeki SEM Görüntüsü	67
3.8. 40 Saat Isıtılan NiCl_2 'nin Farklı Büyütmelerdeki SEM Görüntüsü	68
3.9. 2 mL Hidrazin Miktarının Farklı Büyütmelerdeki SEM Görüntüleri	69
3.10. 5 mL Hidrazin Miktarının Farklı Büyütmelerdeki SEM Görüntüleri	69
3.11. 20 mL Hidrazin Miktarının Farklı Büyütmelerdeki SEM Görüntüleri	70
3.12. 25 mL Hidrazin Miktarının Farklı Büyütmelerde SEM Görüntüleri	70
3.13. 1 mL HTAB'ın Farklı Büyütmelerdeki SEM Görüntüleri	71
3.14. 3 mL HTAB'ın Farklı Büyütmelerdeki SEM Görüntüleri	72
3.15. 2 mL PEG Miktarının NiSO_4 Üzerine Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri	73
3.16. 3 mL PEG Miktarının NiSO_4 Üzerine Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri	73
3.17. 1 mL PEG Miktarının NiCl_2 Üzerine Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri	74
3.18. 5 mL EDTA Miktarının NiSO_4 Üzerine Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri	75
3.19. 10 mL EDTA Miktarının NiSO_4 Üzerindeki Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri	75
3.20. 20 mL EDTA Miktarının NiSO_4 Üzerindeki Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri	76
3.21. 30 mL EDTA Miktarının NiSO_4 Üzerindeki Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri	76
3.22. 40 mL EDTA Miktarının NiSO_4 Üzerindeki Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri	77
3.23. 5 mL Oksalik Asit Miktarının Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri	78
3.24. 10 mL Oksalik Asit Miktarının Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri ..	78
3.25. 20 mL Oksalik Asit Miktarının Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri ..	79
3.26. 30 mL Oksalik Asit Miktarının Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri ..	79
3.27. 40 mL Oksalik Asit Miktarının Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri ..	80
3.28. 10 mL SAT Miktarının $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ Üzerine Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri	81
3.29. 20 mL SAT Miktarının Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri	81
3.30. 30 mL SAT Miktarının Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri	82

3.31. 60 mL SAT Miktarının Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri.....	82
3.32. 20 mL HTAB Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri.....	83
3.33. 40 mL HTAB Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri.....	84
3.34. 40 mL Hacimde, 1 saat Isıtılarak HTAB Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri	84
3.35. 40 mL Hacimde, 2 saat Isıtılarak HTAB Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri	85
3.36. 40 mL Hacimde, 5 saat Isıtıldığında HTAB Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri	85
3.37. 40 mL Hacimde, 10 saat Isıtıldığında HTAB Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri	86
3.38. 1 mL NaCl Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri	87
3.39. 10 mL NaCl Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri	87
3.40. 20 mL NaCl Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri	88
3.41. 30 mL NaCl Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri	88
3.42. 0,1 M NiSO ₄ Derişiminin Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri.....	89
3.43. 0,07 M NiSO ₄ Derişiminin Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri.....	90
3.44. Optimum Koşullarda, 2 mL N ₂ H ₄ Miktarının Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri	91
3.45. Optimum Koşullarda, 3 mL N ₂ H ₄ Miktarının Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri	91
3.46. Optimum Koşullarda, 5 mL N ₂ H ₄ Miktarının Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri	92
3.47. Optimum Koşullarda, 10 mL N ₂ H ₄ Miktarının Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri	92
3.48. Optimum Koşullarda, 120°C Sıcaklığın Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri	93
3.49. Optimum Koşullarda, 140°C Sıcaklığın Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri	94
3.50. Optimum Koşullarda, 160°C Sıcaklığın Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri	94
3.51. Optimum Koşullarda, 5 saat Isıtılan NiSO ₄ ' in İncelendiği SEM Görüntüleri	95

3.52. Optimum Koşullarda, 10 saat Isıtılan NiSO_4 ' in İncelendiği SEM Görüntüleri	96
3.53. Optimum Koşullarda, 15 saat Isıtılan NiSO_4 ' in İncelendiği SEM Görüntüleri	96
3.54. Optimum Koşullarda, 0,05 M NiSO_4 Derişiminin İncelendiği SEM Görüntüleri	97
3.55. Optimum Koşullarda, 0,07 M NiSO_4 Derişiminin İncelendiği SEM Görüntüleri	98
3.56. Optimum Koşullarda, 0,1 M NiSO_4 Derişiminin İncelendiği SEM Görüntüleri	98
3.57. Optimum Koşullarda, 0,4 M NiSO_4 Derişiminin İncelendiği SEM Görüntüleri	99
3.58. Optimum Koşullarda, pH 11.0' in Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri	100
3.59. Optimum Koşullarda, pH 12.0' in Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri	100
3.60. Optimum Koşullarda, pH 12.5' in Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri	101
3.61. Optimum Koşullarda, 1 saat 160°C ' de Sıcaklık Değişiminin İncelendiği SEM Görüntüleri	102
3.62. Optimum Koşullarda, 1 saat 180°C ' de Sıcaklık Değişiminin İncelendiği SEM Görüntüleri	102
3.63. Optimum Koşullarda, 0,1 mM Oksalik Asit Derişiminin İncelendiği SEM Görüntüleri	103
3.64. Optimum Koşullarda, 0,1 mM NaCl Derişiminin İncelendiği SEM Görüntüleri	104
3.65. Optimum Koşullarda, 0,3 mM NaCl Derişiminin İncelendiği SEM Görüntüleri	105
3.66. Optimum Koşullarda, 0,5 mM NaCl Derişiminin İncelendiği SEM Görüntüleri	105
3.67. Optimum Koşullarda, 0,01 M Derişimde NaCl Çözeltisinde Başlatılan Reaksiyonun SEM Görüntüleri.....	106

3.68. Optimum Koşullarda, 0,02 M Derişimde NaCl Çözeltisinde Başlatılan Reaksiyonun SEM Görüntüleri.....	107
3.69. Optimum Koşullarda, 0,05 M Derişimde NaCl Çözeltisinde Başlatılan Reaksiyonun SEM Görüntüleri.....	107



ÇİZELGELER DİZİNİ

ÇİZELGE

Sayfa

1.1. Nanoparçacıkların Güncel ve Gelişmekte Olan Uygulamaları.	6
2.1. pH parametresinin NaOH ile ayarlanması.....	42
2.2. pH parametresinin NH ₄ OH ile ayarlanması.....	42
2.3. Sıcaklık Parametresinin Şematik Gösterimi	43
2.4. Zamanın Reaktörün Aldığı Isıya Etkisi	43
2.5. Hidrazin Miktarının Tepkimeye Etkisi	44
2.6. NiCl ₂ Çözeltisine HTAB Etkisi	45
2.7. NiSO ₄ .6H ₂ O Çözeltisine PEG Etkisi.....	46
2.8. NiSO ₄ .6H ₂ O Çözeltisine EDTA Etkisi.....	47
2.9. NiSO ₄ .6H ₂ O Çözeltisine Oksalik Asit Etkisi.....	48
2.10. NiSO ₄ .6H ₂ O Çözeltisine SAT Etkisi	49
2.11. Çözeltiye %2,5'luk HTAB Etkisi.....	50
2.12. NiSO ₄ .6H ₂ O - %2,5'luk HTAB Çözeltisine Zaman Etkisi	50
2.13. NiSO ₄ .6H ₂ O Çözeltisine NaCl Etkisi	51
2.14. NiSO ₄ .6H ₂ O Derişiminin Tepkimeye Etkisi.....	52
2.15. Hidrazin Miktarının Tepkimeye Etkisi	53
2.16. Sıcaklık Değişiminin Tepkimeye Etkisi	54
2.17. Isı Verilen Zaman Değişiminin Tepkimeye Etkisi	55
2.18. NiSO ₄ .6H ₂ O derişiminin Tepkimeye Etkisi	56
2.19. pH Değişiminin Tepkimeye Etkisi.....	57
2.20. Sıcaklık Artışının Zamanın Azaltılmasıyla Tepkimeye Etkisi	58
2.21. Oksalik Asit Başlangıç Çözelisinin Derişim Farklılıklarının Tepkimeye Etkisi	59
2.22. Sodyum Klorür Başlangıç Çözeltisinin Derişim Farklılıklarının Tepkimeye Etkisi	60
2.23. Manyetik Histeresiz Numune Hazırlama parametreleri	61
2.24. Optimum Koşullarda Sodyum Klorür Başlangıç Çözeltisinin Derişim Farklılıklarının Çözeltiye Etkisi	62

KISALTMALAR DİZİNİ

NW	Nanotel
CNT	Karbon Nanotüp
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
TEM	Transmisyon Elektron Mikroskobu
XRD	X-Işını Difraksiyonu
EDX	Enerji Dağılımlı XRD Analizi

1. GİRİŞ

1.1. Nano Tanımı

Nano, kelimesi Yunanca da “cüce” anlamına gelmektedir. Nano tanımına giren ifadeler, herhangi bir ölçünün milyarda biri şeklinde ifade edilir. Bir nanometre, metrenin milyarda birine ($1\text{nm} = 1 \times 10^{-9} \text{ m}$) denk gelmektedir.

Çeşitli ifadeler ile nanometre anlatılmak istenilir ise, bir nanometrenin içinde 2 veya 3 atom sıralanabilir; nano boyutta bir nesne yaklaşık olarak 100-1000 atomun birleşmesi sonucu oluşur.

Türk dil kurumunca nano kelimesi “ n ” şeklinde kısaltılıp, SI birim sisteminde 10^{-9} ‘ a karşılık gelmektedir [1].

Ayrıca “ midget- çok küçük “ gibi anlamlar da içeren Yunanca kökenli nano kelimesi ölçü birimi ön eki olmakla birlikte büyüklük olarak milyarncı bölüme denk gelmektedir [2].

Nanoteknoloji ve nanobilimin tam anlamıyla bir tanıma sahip olmamasıyla birlikte, genel bakışa göre bir boyutu 100 nanometrenin altında (1-100 nm) olan maddelerin anlaşılıp, kontrolünün sağlanması ve boyutlarının atom seviyesinde değiştirilerek işlevsel hale getirilmesidir [3,4].

1.2. Nanoteknoloji Nedir

Nanoteknoloji, atomik boyuta indirgenen herhangi bir yapıyı alarak, yapı içerisindeki atom ve moleküllerin en küçük birimlerini tanımlamak için kullanılan bir teknolojidir. Bu teknolojinin amacı, mevcut olan yapıları daha kullanışlı hale getirerek yeni yapılar elde etmektir. Özel seçilen atomların belirlenen başka dizilimlerle yeni yapılarının eldesi mümkündür [5].

Nanobilim ve nanoteknoloji, kimya, fizik, malzeme bilimi, mühendislik, enerji ve yaşam bilimleri de dahil olmak üzere geniş bir yelpazede araştırma alanlarında devrim yaratmaya başlayan heyecan verici ve hızla büyüyen disiplinler arası bir araştırma alanını temsil etmektedir [6].

Farklı bir ifade ile nanoteknoloji; nano boyutlarda özel yöntem ve teknikler kullanılarak yeni yapılar ve araçlar yapılmasını, nano boyutta ölçümler alınıp, tahminler ve gözlemler yapılmasını ve nano boyutun temel özelliklerini kullanmayı hedefler. Nanoteknolojinin gelişmesi için nano yapıda sentez yapan cihazların gelişmesi gerekmektedir [4].

1.2.1. Nanoteknoloji Avantajları

Nanoteknolojinin en önemi noktası, en küçük yapı taşları (atomlar ve moleküller) seviyesinde (1 ila 100 nanometre (nm) aralığında) uygulamalar yaparak, gelişmesi ve/veya tamamen farklı fiziksel, kimyasal, biyolojik özelliklerde materyaller elde edilmesine olanak sağlamasıdır. Daha teknik bir bakış açısıyla; kullanılan malzeme ve cihazların 100 nm' den büyük boyutları baz alınarak yapılan varsayımlarla, elde edilen geleneksel modelleme ve teorilere dayanmaktadır.

Daha az maliyet ile daha çok üretim sağlanması, enerji kaynaklarından elde edilecek tasarruf ile enerji maliyetlerinin düşürülmesi, üretim sürecini kısaltarak zaman ve maliyet kaybının önlenmesi ve rekabet gücünün artırılması, ürün kalitesinin yükselmesi gibi istekler birçok iş kolunda uygulama isteği görülen eğilimlerdir.

Ayrıca birçok kurum ve sektör tarafından daha hafif, küçük, uzun ömürlü ve kaliteli cihazlar geliştirme isteği de bunlara dahildir. Minyatürizasyon olarak adlandırılan bu durum birden fazla mühendislik dalında kullanılır. Minyatürizasyonun tercih edilme nedeni sadece parçaların az yer kaplaması

değildir. Bu yöntem iş gücünde azalmaya, daha az ve ucuz malzemeye, daha az enerji kullanımına ve nakliyede kolaylığa imkân sağlar [1].

1.3. Nanoteknolojinin Tarihi

1959’ da “ Aşağıda Daha Çok Yer Var “ adlı konuşmasında, Richard Feynman nanoteknolojiyi ilk kez duyuruyor, atom ve moleküllerle çok küçük boyutlarda işlemler yapılabileceğini anlatıyordu. Bu atom boyutunda işlemler yapılabileceğinin ilk sunumuydu. Henüz bu durum nanoteknoloji adını almamıştı. Feynman yerçekiminin etkisinin azalacağını ve Van der Waals gibi zayıf bağların öneminin artacağını söylemiştir.

Nanoteknolojiyi ilk defa 1974 yılında Japon bilim adamı Norio Taniguchi telaffuz etmiştir. Tanigucci tanımına göre nanoteknoloji; “maddenin atom veya molekül şeklinde bozulma ve sağlamlaştırma, ayrılıp birleşme işlemidir”.

IBM tarafından 1981’ de “ Scanning Tunneling Microscope ” (STM) geliştirildi. Bu mikroskobu geliştiren bilimciler 1986’ da Nobel Fizik ödülünü aldılar. Bu sırada STM mikroskopunun benzeri “ Atomic Force Microscope “ (AFM) geliştirildi.

1990’ ların başlarında “fulleren” molekülleri geliştirildi. Rice Üniversitesinde, Richard Smalley öncülüğündeki çalışmalarda 60 karbon atomunun simetrik olarak istiflenmesiyle futbol topu biçiminde “fullerene” molekülleri bulundu. Fullerene molekülleri 1 nanometreye denk ve plastikten hafif, çelikten güçlü, ısı ve elektrik geçiren bir yapıdır. Fullerene molekülünü geliştiren araştırmacılar 1996 yılında Nobel Kimya ödülünü aldılar.

Japon NEC firması 1991 yılında Sumio Iijima adlı araştırmacısının karbon nano tüpleri bulduğunu ilan etti. Karbon nano tüpler fullerene benzer özelliklere sahip olup, fullerenin esnetilmiş haline benzer. Çelikten 100 kat güçlü olmasına rağmen ağırlığı çeliğin 6’ da 1’ i kadardır [1,4].

1.4. Nano Yapıtaşları

Yeni nano ölçekte materyallerin keşfedilmesi için, nano yapı taşlarının şekillerinin iyi tanımlanması ve şeklinin kontrol altına alınması üstesinden gelinmesi gereken bir durumdur. Şekil kontrolü, aynı zamanda nanopartikül ve nano cihazlar için önem taşıyan “aşağıdan yukarıya” yaklaşımının gelişmesi için önemlidir.

Yakın zamanlarda yapılan çalışmalarda küpler, çubuklar ve prizmalar üzerinde yapılan çalışmalar iyi sonuçlar verse de, yapı taşlarının son aldıkları şekilleri anlamak kolay değildir. Yapı taşlarının şekil alma sürecindeki yönelimlerinin, tam olarak gözlemlenip anlaşılması durumunda istenilen şekilde ve kristal şekline sahip yapı taşları üretilebilir [7,8].

1.5. Nano Yapılı Malzemeler

Son yıllarda nanoboyutta malzemeler üzerine yapılan çalışmalar hızla gelişmekte ve tek başına önemli bir alan olmaktadır. Nano yapıları olarak adlandırılan malzemeler çeşitli sınıflara ayrılır. Bunlar; nanoçubuklar, nanoteller, nanotüpler ve nano ince filmler gibi yapılardır.

Nanoboyutlu malzemelerle çalışmaya yönelimin artmasının sebebi, hacimsel yapılarından bağımsız olarak, belirli boyutta sıradışı özellikler ve çok geniş kullanım alanları ile işlem göstermeleridir.

Nanopartiküller birçok ticari malzeme ile kıyaslandığında daha üstün özelliklere sahiptirler. Bu özelliklerden bazıları şöyledir; elektronik yapıdaki boyut bağımlılığı, çekirdek boyut etkileri, yüzeyde bulunan atomlarının özgün karakterleridir [9]. Ayrıca nanopartiküller, nanoboyuta sahip olmalarından dolayı mikropartiküler yapılara oranla hücre içine çok daha kolay girebilmektedirler [10].

Nano malzemelerin, yapı taşlarının büyüklüğü en belirgin özelliklerindendir. Nano malzemelerde, boyutları küçültülerek, yüzeylerin atom ve moleküllerin hacimlerine oranı artırılır. Bu da arayüzey enerjilerinin, daha fazla kimyasal aktivite gibi çeşitli fiziksel ve kimyasal olayların çoğunda baskın etkileşime sebep olur [11]. Ayrıca nano yapı malzemeler çok büyük yüzey alanı nedeni ile fazla hassas olurlar ve gaz alarm cihazlarında sensör olarak kullanılırlar [12].



1.5.1. Nanoparçacıkların Güncel ve Gelişmekte Olan Uygulamaları

Çizelge 1.1. Nanoparçacıkların Güncel ve Gelişmekte Olan Uygulamaları[13].

Elektronik, Optoelektronik ve Manyetik Uygulamalar	Biyomedikal, ilaç ve kozmetik uygulamalar	Enerji, katalizör ve yapısal uygulamalar
 Kimyasal-mekanik cilalama	 Anti-mikrobiyaller	 Otomotiv Katalizörü
 Elektro-iletken kaplamalar	 Biyo-geciktirme ve İmleme	 Seramik membranlar
 Manyetik akışkan contalar	 MRG ¹⁰ kontrast Ajanları	 Yakıt pilleri
 Çoklu-tabakalı seramik kondansatörler	 Ortopedi ve İmplantlar	 Foto katalizör
 Optik fiberler	 Koruyucu güneş Kremi	 Propellantlar(roket yakıtı)
 Fosforlar	 Termal spreyci Kaplamalar	 Çizilmeye dayanıklı kaplamalar
 Kuantum optik aygıtlar		 Yapısal Seramikler
		 Güneş pilleri

1.6. Nanoteller, Nanotüpler, Nanoçubuklar

Nanoteller; çapı 1 ile 100 nm olan en az iki boyuta sahip olarak (çapı ve uzunluğu olan) tanımlanan nanoteller, optik, elektriksel, manyetik ve termal özelliklerinden dolayı büyük ilgi görmüştür.

Nanotellerin özellikleri esas olarak büyüklüğü ve bileşimi ile belirlenir. Boyut bağımlı özelliklerin incelenmesi için, boyut kontrollü nanotellerin sentezlenmesi bilim açısından önemlidir.

Bütün bu nanoteller arasında, gümüş (Ag) nanotellerin sentezi, yüksek elektriksel ve termal iletkenliklerinden dolayı güncel bir araştırma alanıdır. Ayrıca gümüş nanoteller, üretilmesi zor olan altın nanotüpler gibi diğer nanoyapıların üretilmesi için örnek şablonlar olarak da kullanılmaktadır [14].

Nanoteknolojideki en güncel tartışmalardan biri, metal nanotellerin sentez yöntemleridir. Bu konuda literatürde, çok sayıda deneysel çalışma ve yöntem vardır.

Metalik nanotellerin sentezi, nano ölçekteki teller ile kütleli metallerin davranışı farklı olduğu için önemli bir araştırma alanıdır [17-19]. Bu nedenle, doğrudan katalize edilmiş büyüme, şablon büyümesi gibi nanotellerin sentezinde birçok yöntem vardır. Metalik nanotellerin sentez yönteminde kullanılan iki kritik yaklaşım yukarıdan aşağıya ve aşağıdan yukarıya bağlantılı yöntemdir [15].

Yarı iletken nanoteller: Bu nano yapılar elektronik, optoelektronik (ışık ile elektrik enerjisinin birbirine dönüşümü) ve biyoteknolojideki karmaşık nano sistemlerin gerçekleştirilmesinde kullanılmaktadır.

Nanoteller (NW) tek kristalli formda, büyüme sırasında kontrol edilen nanotel çapı, uzunluk, büyüme yönü ve kimyasal bileşim parametreleri ile sentezlenebilir.

Nanoteller, sıralı diziler oluşturmak için büyük çapta toplanır ve yüksek yoğunluklu nanoaygıtlar olarak birleştirilir. Nanoteller kimyasal ve biyolojik sistemlerle uyumlu ve aktif olarak etkileşime girer [6].

Nanotel tabanlı sensörler, bir virüsün ve bir DNA molekülünün elektriksel olarak tespiti için önemli bir hassasiyete sahiptir [16].

Nanotüpler; Sumio Iijima'nın karbon nanotüpleri (CNT) keşfinden beri nanoteknoloji ve nanomateryallerin gelişimi önem kazanmıştır.

Bir tür yarı-tek boyutlu nanomalzemeler olan CNT'ler kendine özgü geometrik, elektronik, mekanik, optik ve termal özelliklerinden dolayı dikkat çekici araştırma konusu olmuşlardır. Karbon nanotüplerin keşfi ve grafit nanofiberlere (GNF) olan ilginin artması nedeniyle, bu alanda çok sayıda çalışma yayınlanmaktadır. Araştırmacılar çeşitli yeni uygulamalar için malzeme ve sentez yöntemini optimize ederek, CNT özelliklerini geliştirmektedirler [17-19].

Nanoçubuklar; Genel olarak çubuk şeklindeki metal nanopartiküller, şablon varlığında sentezlenebilen yüzey aktif maddelerdir [20].

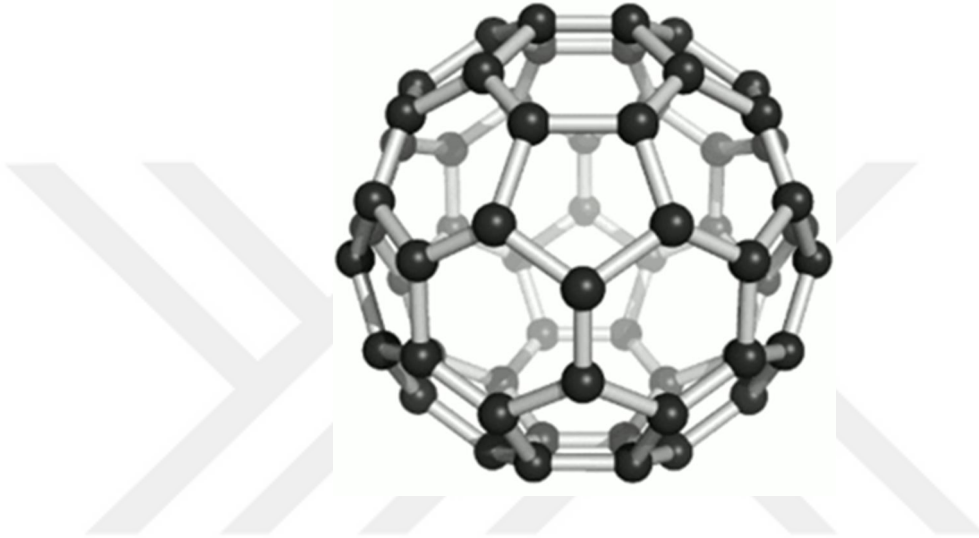
Yarıiletken nanoçubukların geniş kullanım alanları ve modern cihazlar üretilebilmesinden dolayı bilim adamlarının araştırmalarına konu olmuştur. Nanoçubukların elektriksel özellikleri iyi olduğundan, düzlemsel yöntemle elde edilen devre elemanlarıyla kıyaslandığında nanoçubukla elde edilen devre elemanlarının daha iyi elektriksel özellikleri olduğu tespit edilmiştir [21].

1.7. Fullerenler, Nanotüpler ve İlişkili Yapılar

Elmas ve grafit, geleneksel kristal karbon formlarıdır. Elmas, uzatılmış üç boyutlu bir ağ oluşturan sp^3 karbon atomuna sahiptir. Bu yapı, büzüştürülmüş altı elemanlı bir halka molekülü olan sikloheksanın sandalye biçimidir.

Grafit ise, yapısı düz altı elemanlı halka olan düzlemsel tabakalar oluşturan sp^2 karbonuna sahiptir. Yeni karbon allotropları, fullerenler, küresel veya küresele yakın yüzeylere sahip karbon atomlarına sahip kapalı kafesli karbon molekülleridir.

Bu moleküllerin en bilineni, oniki beşgen halka ve yirmi altıgen halka içeren, tepesi kesik ikozahedral bir yapı oluşturan altmış karbon atomuna sahip olan Buckminster fullerene C_{60} ' dir. Yapı, esas olarak bir futbol topunun yapısıdır. Fullerenlerin en önemli özelliği, kapalı kafesli bir molekül oluşturmak için gerekli olan eğriliği sağlayan beş üyeli halkaların varlığıdır. Bu tür yapılar kimyada yeni değildir [22].



Şekil 1.1. Fulleren veya Buckminster fullerene(buckyballs) [23]

Fullerenler tonlarca üretildiklerinden, çevrede ölçülebilir konsantrasyonlarda bulunmaları olasıdır. Fullerenler, çeşitli biyolojik uyumlu malzemelerle üretim sırasında kaplanabilir. Ancak bu kaplamaların, çevre ve hava koşullarında, fullerenler üzerinde kalıp kalmayacağı bilinmemektedir [24].

Fullerenlerin, örgü yapısı merkezi bir metal atomun varlığı için güçlü bir kanıttır. C_{60} , C_{70} ve daha yüksek boş fullerenlerin makroskopik miktarlarını üretmek için yeni yöntemler aranmaktadır [25].

Karbon yapılarının en kararlı formları şunlardır: 10 atoma kadar doğrusal zincirler, 10-30 atoma kadar halka, 40 atom ve üzerindeki kafes yapılarıdır. C_{70} , C_{78} ve C_{80} diğer kararlı fullerenlerdir [26].

1.8. Karbon Nanotüpler

Fullerenlerin keşfi, karbon nanoyapılarına olan ilgiyi artırmıştır. Buna en çarpıcı örnek karbon nanotüplerdir. Bulunduktan on yıl sonra, bu alandaki yeni bilgi, nanotüplerin bir dizi pratik uygulamada kullanılabileceğini göstermektedir. Sentez yöntemleriyle, gram miktarlarda ve yüksek saflıkta nanotüpler üretebilen çalışmalar yapılmıştır.

Tek duvarlı karbon nanotüpler, nanometre boyutunda çapları olan mükemmel düz boru biçimleri ve ideal bir grafit elyafın özelliklerine yakındır.

1991 yılında, bir elektrik ark deşarjında kullanılan grafit elektrotların yüzeylerini incelerken, karbon nanotüpler yanlışlıkla 1991 yılında Sumio Iijima tarafından keşfedilmiştir. Nanotüp yapısının bulunması ve analizi, karbon araştırmasında yeni bir yön başlatmıştır.

Nanotüpün özgünlüğü, iç yapısındaki incelikten doğar. Bu özgünlük yüzeydeki petek kafeslerinde altıgen dizilerdeki karbon atomlarının düzenlenişindeki helisitedir. Helisite (lokal simetri), çapla birlikte (tekrar eden yapı biriminin büyüklüğünü belirleyen), nanotüpün elektronik yoğunluğunda önemli değişiklikler meydana getirir ve dolayısıyla nanotüpler için benzersiz bir elektronik karakter sağlar.

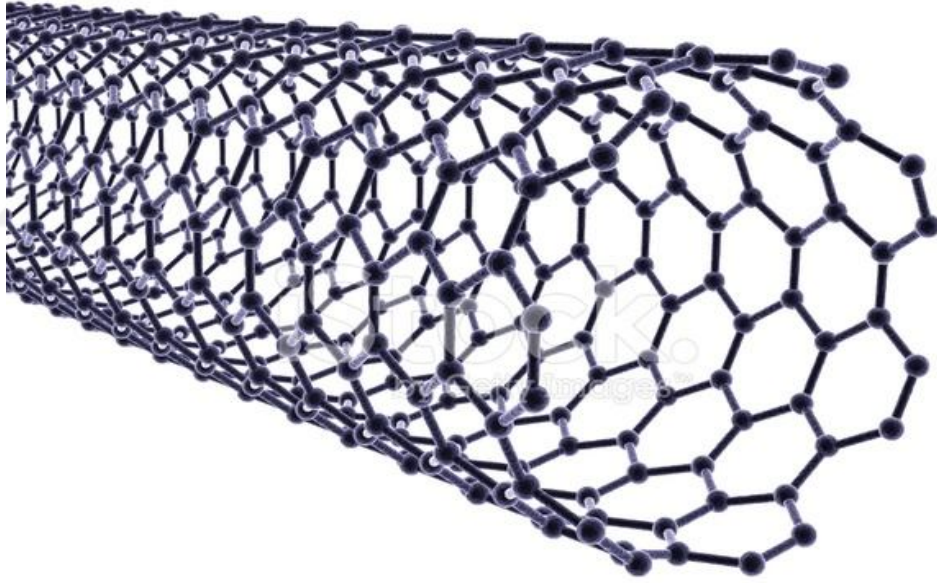
Nanotüpler, ilk kez atomik yapısı tamamen bilinen, ideal, en mükemmel ve sıralı karbon elyafı temsil eder. Nanotüpler arasında, grafen silindirlerinin düzenlenişinde farklılık gösteren iki tür ilgi çekicidir. Çok Duvarlı Nanotüpler (MWNT), çeşitli eş merkezli grafen silindirlerinin koleksiyonlarıdır ve tek tek silindirler olan Tek Duvarlı Nanotüpler (SWNT'ler) ile karşılaştırıldığında daha büyük yapılardır [27].

CNT'lerin keşfinden önce, CNT sentezine çok benzeyen karbon nanofiberlerin sentezi üzerine çalışmalar yapıldı. 1960 yılında Bacon, nano boyutta grafenin keşfinden önce CNT'lerin varlığını önerdi ve kaydırma yöntemi ile üretti. Daha

sonra, nanoteknoloji bilimi ile ilgili arařtırmalar, üstün mekanik mukavemet, elektronik özellikler ve hidrojen adsorpsiyonu için geniş yüzey alanı sayesinde başladı.

CNT' ler elektronik, tekstil, elektrotlar, ilaç dağıtım sistemleri, saha emisyon uygulamaları, manyetik alan uygulamaları, hidrojen adsorpsiyonu gibi farklı alanlarda birçok uygulamaya sahiptir.

Sentezlenen CNT'nin yapısını, morfolojisini ve miktarını etkileyen farklı parametreler (sentez yöntemi, katalizör, substrat, karbon kaynağı, sentez süresi) vardır. Örneğin, katalizör CNT'nin büyümesinde önemli bir rol oynar [28].

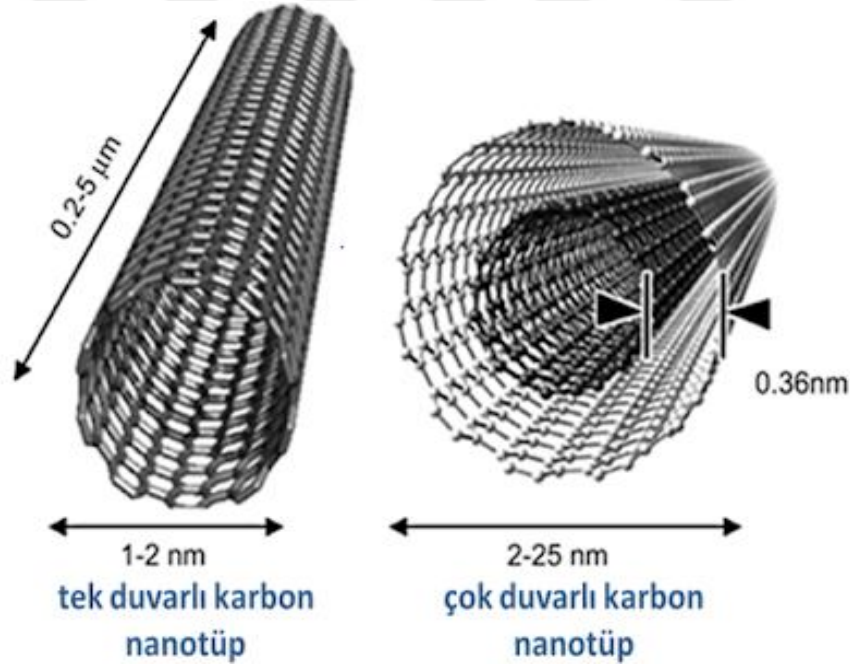


Şekil 1.2. Karbon Nanotüp [29]

Karbon nanot plerin kristal yapısı;

Karbon nanot pler, kollarına g re zikzak ve kiral olarak sınıflandırılabilir. Tek duvarlı karbon nanot pler (SWCNT) temel olarak bu şekilde tanımlanabilir. Bir SWCNT'nin yapısı, 1-2 nm'lik bir  ap boyut daėılımına sahip olan bir sonsuz grafen tabakasının yuvarlanmasıyla oluřturulan bir boyutlu birim h cre olarak a ıklanmaktadır. MWNT ile karřılařtırıldığında, SWCNT'ler d z, b k lm ř olmalarını saėlayan elastik bir yapıyla, zikzak ve koltuk yapılarına sahiptir [30-35].

Karbon nanot plerin keřfi,  mit verici termal, elektriksel, mekanik ve fonksiyonel  zelliklerinden dolayı son yıllarda  nemli arařtırmalara konu olmuřtur.  rneėin, SWNT'ler ideal kořullar altında 2000–6000 W / m.K kadar y ksek ısı iletkenliėi sergilerler [36].



Őekil 1.3. Tek Duvarlı Karbon Nanot p ve  ok Duvarlı Karbon Nanot p [37]

Metalik nanotüpler, gümüş ve bakır gibi metallerden 1000 kat daha fazla bir elektrik akımı yoğunluğuna sahiptir [36].

MWCNT'ler bir şekle sahip olan birden fazla SWCNT'den oluşur [38,39]. Araştırmacılar tarafından dış ve iç duvar arasındaki mesafe 0.339 nm olarak hesaplandı [34,41,42,43]. Ölçülen mesafeler, 0.334 nm olan grafit plakaları arasındaki mesafelerden daha büyük olduğundan, duvarların kristalografik olarak ilişkili olmadığı iddia edilmektedir [42]. SWCNT'ler daha iyi yapılara sahipken, MWCNT'lerde sonuç olarak hatalar ve bükülmeler görülebilir. Buna ek olarak, MWCNT'lerin uçları her zaman küresel olmayabilir [44].

Karbon nanotüplerin sentezi için uygulanan en popüler yöntemler şunlardır: ark deşarjı, lazer ablasyonu ve kimyasal buhar biriktirme. Bu yöntemler kullanılarak elde edilen malzemeler bu haliyle kullanıma uygun değildir, kirletici maddelerin (amorf karbon veya katalizörler gibi) uzaklaştırılması gerekir.

Ana kirleticiler amorf karbon, grafen pulları, metalik katalizörler ve bunların destekleri olabilir. Arıtmadan sonra, belirli bir uygulama için gereken belirli özellikleri elde etmek için CNT'ler fonksiyonel hale getirilebilir [44-45]

1.9. Nano Malzemelerin Kullanım Alanları

1.9.1. Yapı Malzemesi ve İmalat Sektöründe

Karbon nanotüpler daha kaliteli, çözünürlüğü yüksek görüntüler elde etmek için atomik kuvvet mikroskopunda sivri uç olarak kullanılabilirler. Malzemenin üretiminde bazı zorluklarla karşılaşılabilir:

- a- Atomlar nanotüplerin yüzeyine tam olarak bağlanamadıklarından dolayı kompozit oluşumu zordur.
- b- Nanotüpler düzgün şekillerde dizilemezler.
- c- Karbon nanotüplerin maliyeti oldukça yüksektir.

1.9.2. Nano Elektronik ve Bilgisayar Teknolojileri

Bilim insanları karbon nanot plerden iřlemciler elde edebilmek i in  alıřmaktadırlar. Bu ama la “Ve” ve “Deęil” kapılarını (gate) elde etmiřlerdir. Bunların yanı sıra  eřitli uygulamalar da mevcuttur. Bunlar: miknatıs, ekran, transist r ve s per iletkenlerdir.

Elektronik ara larda kapasiteyi ve iřlem g c n  artırmak i in elektronik ara lar, nanometre  l  lerinde elde edilmeye  alıřılmaktadır. Ayrıca kuantum bilgisayarlar ile g n m zde kullanılan bilgisayarlar karřılařtırıldıęında kuantum bilgisayarların iřlem g c  daha fazla olacaktır.

1.9.3. Tıp ve Saęlık Sekt r nde

Nanot plerin dıř y zeyinin fonksiyonlařtırılması ile nanot plerle ila  tařımacılıęı d ř n lmektedir. Bunun i in insan saęlıęı a ısından bir sorun teřkil edip etmedięinin bilinmesi gerekmektedir. Molek ler  l  lerde m dehale etme y ntemi nanoteknoloji ile m mk nd r.

Nanoteknolojinin saęlık ve tıp sekt r   zerinde en yaygın kullanımları olarak, hastalıklı b lgelere odaklanarak sadece o b lgelerde tedavi uygulamayı saęlaması ve insan v cudu i inde hareket edebilme  zellięi g sterilebilir.

Ayrıca nanoteknolojinin saęlık sekt r nde  nemli geliřmelere y n vereceęi d ř n lmektedir. Gelecekte kanser tedavi y ntemlerinden olan kemoterapi ve radyoterapi y ntemleri yok olacak, bunun yerine v cudun hasta olan b lgesine nano tařıyıcılar ile ila lar tařınılabilecektir.

1.9.4. Havacılık ve Uzay Arařtırmaları

Bilim adamları uzay alıřmalarının pahalı olmasından dolayı maliyeti dūřürmek istemektedirler. İlk birkaç yüz kilometrede harcanan roket yakıtlarının maliyetinin ok yüksek olmasından dolayı bir özüm aramaktadırlar. özümün ise nanotüpler ile kurulabilecek bir uzay asansörü olduđu dūřünülyor. Uzaydan dünyaya sarkıtılacak nanotüplerin, dünyanın dönüşünden etkilenmeyeceđi dūřünülyor. Bu alanda yapılacak alıřma için NASA, tasarlayan kiřiye 500.000 dolar ödöl teklif ediyor.

1.9.5. Çevre Temizliđi ve Enerji

Nanotüpler sahip oldukları yüksek yüzey alanı ve mekanik kuvvet özelliklerinden dolayı hava, su eřitli malzemeleri temizlemekte kullanılan filtreler için kullanılabilir.

1.9.6. Savunma Sektörü

Askeri ve sivil teknolojiler, her gün biraz daha birbirleriyle etkileřimde bulunmaktadırlar. Bundan dolayı nanoteknoloji savunma sektöründe bu temele dayandırılarak incelenmelidir.

Nanoteknoloji ile askeri ihtiyalar dođrultusunda kimyasal ve biyolojik savař araçları için zırh ve patlayıcı projeleri geliřtirmek savunma sektörünün hedeflerindendir. Nanoteknoloji için savunma sektöründe birçok alan belirlenmiřtir. Bunlardan bazıları řöyle sıralanabilir:

- ✎ İnsan gücü performansının geliřtirilmesi,
- ✎ Eđitim için yapay sanal sistemler,
- ✎ Beyin-makina arayüzünü sađlayan sistemlerin yaratılması,
- ✎ İnsansız kara/deniz/hava araçları gibi maddeler yer almaktadır.

1.9.7. Depolama

Karbon nanotüplerde lityum atomlarının depolanabilmesinden sonra, karbon nanotüplerin pil yapımı için uygun olduğu düşünöldü. Ancak iki sebepten dolayı bu işlem gerçekleştirilemedi. Bunlardan birincisi; çok fazla lityum depolanamadığı için ağırlık olarak verimin düşük olmasıdır. Ancak karbon anotlarına %20 karbon nanotüp verilip kapasitede artış gözlemlenmiştir. İkincisi ise; tek cidarlı karbon nanotüplerin sabit voltajla yükünü boşaltamamasıdır.

1.9.8. Tekstil Sektörü

Nanoteknoloji laboratuvar çalışmalarında olduğu kadar, piyasaya sürölen ürünlerde de oldukça hızla ilerleme gösteren bir sektördür. Tıbbi ve hijyenik kaplamalar, nefes alabilen fakat su geçirmeyen yüzeyler, mikro kapsölleme ile güzel koku veren, deri yumuşatıcı tekstiller, kan dolaşımını hızlandıran kaplamalar, ürün özelliklerini hızla değıştiriyor. Dış mekan malzemelerde, giyim döşeme ve mobilya gibi birçok alanda çalışan nanoteknoloji; ürün yapısındaki değışikliği ve fonksiyonel fayda dengelerini değıştirecek gibi görünüyor.

1.10. Nikel Metali ve Özellikleri

Nikel, periyodik cetvelde Ni sembolü ile ifade edilmektedir ve periyodik cetvelin VIII B grubunda bulunmaktadır. Bir geçiş metali elementidir. Renk olarak gümüş rengine sahiptir. Yapısal olarak oldukça ağır ve sert bir yapıdadır, katı halde bulunur. Yeryüzünde bulunma oranı 22. sıradadır. Ayrıca yer kabuğunda %6 civarında bulunmaktadır. Bu elementin atom numarası 28, Atom ağırlığı ise 58,8 g/mol' dür. Kimya alanında nikelin çeşitli özelliklerinden faydalanılmakta ve nikelin ferromanyetik (bağıl manyetik geçirgenlikleri 1'den küçük maddeler) özellikleri çok dikkat çekmektedir. Nikel, demirle alaşım

yapabilir. Bu alařımın oluřması iin n hazırlık gerekmektedir. Bunun iin nikel uygun bir oranda zenginleřtirilir. Bunun dıřında bakır, krom, alüminyum, kurřun, kobalt, altın ve gümüř gibi metallerle oluřturulan birok alařımda kullanılır. Nikelin bařrol olduėu ve bu rnlerde kullanılan alařımlara “sper alařım” adı verilmektedir. Bu alařımlarda %56 oranında nikel, %19,5 oranında krom, demir, alüminyum, bor ve titanyum yer almaktadır. Yzey merkezli kbik kristal yapıya sahiptir. Pentlandit iinde demir ve kkrtle; milerit iinde kkrt ile; nikelinin iinde arsenik ile birlikte bulunur. Manyetik alana girdiėinde negatif ynde bir miktar boyut deėiřtirir.

Nikel su ve hava ile etkileřme durumunda oksitlenir. Ancak nikel birok asit ve baza karřı son derece dayanıklıdır. Ayrıřtırılabilen bir element olan nikel, iyi ayrıřtırıldıėında yksek oranda hidrojen absorblama zelliėi gsterir.

Nikel elementinin gkyznden dřen meteor tařlarıyla yeryzne geldiėi varsayılıyor. Nikel doėada saf olarak bulunmaz, genel olarak kobalt elementiyle birlikte bulunur.



řekil 1.4. İřlenmiř ve ham halde nikel grnmleri [46, 47]

Tahminlere gre dnya ekirdeėinde bol miktarda nikel olduėu dřnlyor. Ancak derin katmanlarda bol miktarda nikel olduėundan ve bu katmanlara

ulaşılamadığından, yüzeye yakın katmanlardaki nikelin silikat ve sülfatlı bileşikleri; garnierit, pyrrhotin ve nikelin diğer bileşiklerinden nikel elde edilir. Nikel elde etmek için iki tür maden yatağı mevcuttur. Bunların birincisi; lateritik yataklardır. Bunların ana mineralleri limonit ve garnierittir. İkincisi ise; magmatik sülfat yataklardır. Bunların da ana minerali pentlandittir. Nikelin, %60'ı lateritik yataklardan , %40 'ı pentlandit, sülfat ve kükürt bileşiklerinden elde edilir [46].

Nikelin Genel Özellikleri; [48]

Yoğunluğu:	8,908 g/mL
Erime noktası:	1455 °C (1728K)
Kaynama noktası:	2913°C (3186K)
Molar hacmi:	6,59 ml/mol
Mineral Sertliği:	4.0
Isı iletkenliği(300K):	0,907 W cm ⁻¹ .K ⁻¹
Özgül ısı:	0,440 J g ⁻¹ K ⁻¹
Buharlaştırma Entalpisi:	378 kJ mol ⁻¹
Atomlaştırma Entalpisi:	431 kJ mol ⁻¹
Elektronik konfigürasyonu:	[Ar].3d ⁸ .4s ²
Kabuk yapısı:	2.8.16.2
Elektron ilgisi:	112 kJmol ⁻¹
Elektronegatiflik:	1,91 (Pauling birimine göre) 1.94(Sanderson elektronegatifliğine göre)
Atomik Yarıçapı:	135 pm (149 pm hesaplama ile)
Oksidasyon sayısı:	2, 3

1.11. Nikel Nanopartikül Üretimi

1.11.1. Sol-Jel Yöntemi

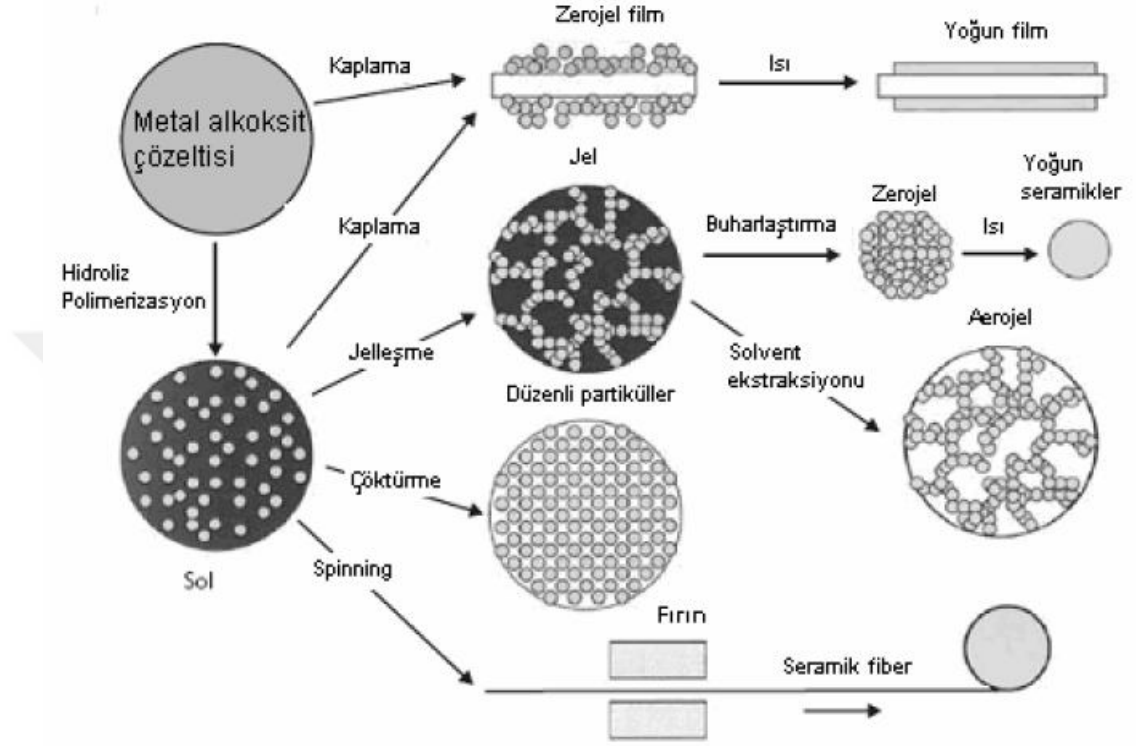
Sol-jel yöntemi, avantajları nedeniyle nano tanecikli partiküllerin hazırlanması için yararlı bir tekniktir. Stokiyometrik kontrol ve düşük sıcaklıklarda nispeten kısa bir işlem süresinde dar bir boyut dağılımına sahip ultra ince partiküllerin üretimini sağlar.

Bunun yanı sıra ucuzluğu, güvenilirliği, tekrarlanabilirliği, basitliği, düşük işlem sıcaklığı ve nanokristal tozlar, dökme amorf monolitik katı maddeler ve ince filmler üretme yeteneği gibi bilinen doğal avantajlardan dolayı popüler olmuştur. Ayrıca, bu yolla üretilen nanopartiküller, üstün optik özellikler göstermektedir. Ancak, bu sadece parçacıkların boyut ve morfolojisinin iyi kontrol edilmesiyle sağlanabilir. Yani, sol-jel işlemi dikkatli bir şekilde kontrol edilmeli ve çekirdeklerin büyümesi önlenmelidir. Bunun gerçekleştirilebileceği yollardan biri, yüzey aktif maddenin parçacıkların yüzeyine iyi bir şekilde emilmesidir.

Sol-jel prosesi, iyi homojenlik ve yüksek saflık dahil olmak üzere diğer yöntemlere göre çeşitli avantajlar sunmaktadır. Örneğin; son zamanlarda metalorganik kullanarak manyetit nanopartiküllerin hazırlanması için sol-jel yöntemi geliştirilmiştir [49-52].

Sol-jel yaklaşımları, son zamanlarda sol-jelin iyi bilinen doğal avantajlarından dolayı çok dikkat çekmiştir. Cam, cam-seramik ve seramik tozları üretme tekniği bunlardandır. Bunlar; homojen moleküler karıştırma, düşük işlem sıcaklığı, nano tanecikli parçacıklar üretme kabiliyeti ve nanokristal tozlar, dökme amorf monolitik katı maddeler ve ince filmler üretmek için muazzam esneklik içerir. Şu ana kadar çalışılan sol-jel yaklaşımları, bazı önemli eksikliklere sahiptir, en önemlisi, pahalı alkoksit esaslı başlatıcı kullanımıdır [53].

Sol-jel Metotlar, genel olarak, bir "sol" içinde oksit parçacıklarının dispersiyonlarına yol açan, metal alkoksitlerin veya alkoksit öncüllerinin hidrolizine ve yoğunlaşmasına dayanmaktadır [55-56].



Şekil 1.5. Sol-jel üretiminde temel adımlar [54]

"Sol" daha sonra kurutulur veya çözücü uzaklaştırılarak veya kimyasal reaksiyonla "jelleştirilir". Genel olarak çözücü olarak su kullanılır, ancak başlatıcılar ayrıca bir asidik veya bazik ortam ile hidrolize edilebilir. Hızlandırma işlemi, jelin polimerik formu olarak koloidal oluşumunu başlatır [55-56]. Son ürünlerin özellikleri, hidroliz ve yoğunlaşma reaksiyonlarının oranlarına bağlıdır. Daha küçük parçacıklar daha yavaş ve daha kontrollü hidroliz oranlarında elde edilebilir. Parçacık büyüklüğü, çözelti bileşimi, pH ve sıcaklık ile değiştirilebilir [57]. Sol-jel işlemi, üstün kararlı yapıların elde edilmesini sağlar. Metal alkoksitler veya metal tuzları gibi moleküler başlatıcı maddelerden bir metal-okso-polimer ağının oluşturulmasını içerir [58].

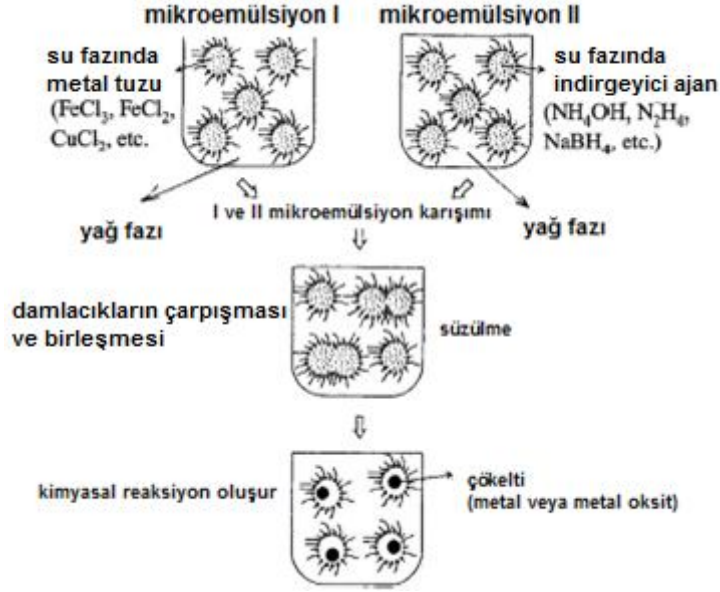
Sol-jel işlemini etkileyen faktörler, metal alkoksitlerin reaktivitesi, pH, su/alkoksit oranı, reaksiyon sıcaklığı, çözücünün ve katkı maddesinin doğasıdır. Bu işlem parametrelerini değiştirerek, farklı mikroyapı ve yüzey kimyası olan materyaller elde edilebilir. Tipik olarak, sol-jel türevli çökelti doğada amorf olup, kristalleşmeyi başlatmak için daha fazla ısı işlem gerektirir. Kalsinasyon işlemi sıklıkla partikül aglomerasyonu ve tane büyümesine yol açar ve faz dönüşümünü başlatır [59].

1.11.2. Mikroemülsiyon Yöntemi

Mikroemülsiyonlardaki nanoparçacık sentezi, 1980'lerin başından beri platin, paladyum ve rodyum metal nanopartiküllerinin ilk koloidal çözeltilerinin hazırlandığı bir araştırma konusu olmuştur [60]. Hem suyla hem de su içinde süper kritik sıvı mikroemülsiyonlarda çok çeşitli nanopartiküller sentezlenmiştir [61].

Bir mikroemülsiyon, iki iyi karışmayan sıvının termodinamik olarak kararlı bir dağılımıdır. Sistem ilave sürfaktanlar ile kararlı hale getirilir. Yağda su, su içinde yağ, su içinde CO₂ gibi farklı mikroemülsiyon türleri bilinmektedir. Su, bir hidrokarbon bazlı sürekli fazda dağıtıldığında ve normalde bir su / yağ / yüzey aktif madde üçgen faz diyagramının tepesine yağ yerleştirildiğinde, bir "su içinde yağ" mikroemülsiyonu oluşur [62].

Yüzey aktif madde kaplı su havuzları, nanopartiküllerin oluşumu için özgün bir mikro ortam sunmaktadır [63].



Şekil 1.6. Mikroemülsiyon yaklaşımı ile nanopartiküllerin oluşumu için önerilen mekanizma [64].

1.11.3. Poliol Yöntemi

Poliol işlemi ile ilgili temel düşünce, yüksek sıcaklıklarda hidroliz ile kontrollü birlikte çökeltme yoluyla, yükseltilmiş sıcaklıklarda bir şelatlama polialkolünde (poliol) metal tuzların çözündürülmesidir. Çoğunlukla dietilen glikol (DEG), şelatlayıcı poliol olarak kullanılır.

Poliol ortamının kendisi, sadece işlemde bir çözücü olarak değil, aynı zamanda, partikül büyümesini sınırlayan ve aglomerasyonu yasaklayan bir stabilizör olarak da hareket eder. Kristal bir numune, daha fazla kalsinasyon gerektirmeden doğrudan süspansiyondan elde edilir. Diğer yöntemlerin aksine, bu rota üretim prosedürünü basitleştirir ve gerekli maliyeti azaltır [65]. Ayrıca poliol yöntemi ile nanopartikül sentezinin önemli bir avantajı, reaksiyon kinetiğinin kolaylıkla kontrol edilebilmesidir [66].

“Poliol işlemi” olarak adlandırılan bu çözüm bazlı sentez yöntemi, ilk olarak gümüş (Ag), altın (Au), bakır (Cu), kobalt gibi metallerin ve alaşımların kolloidal partiküllerinin sentezinde kullanılmıştır.

Temel olarak, bu işlem, yüksek sıcaklıkta bir çözücü ile inorganik bir tuz ortamında gerçekleştirildi. Daha sonra, bir stabilizatör polimerinin eklenmesi, kolloidal parçacıkların aglomerasyonunu önlediği görüldü.

Polioller birçok inorganik tuzları çözebildiğinden ve yüksek sıcaklığa bağlı bir indirgeme yeteneğine sahip olduklarından, metal kolloidal parçacıkların sentezi için yaygın kullanılırlar. Özellikle, bu işlemin sıcaklığa bağlı olarak indirgenebilirliği, onu geniş bir boyut aralığında uygun hale getirir. Poliöl işleminde, sıcaklık yoluyla nükleasyon ve büyüme aşamaları kolayca kontrol edebilir. Ek olarak, Ni, Cd, Co, Pb ve Bi gibi daha reaktif ve daha az indirgenebilen metaller, yüksek kaynama noktalı çözücüler ile azaltılabilir [67].

1.11.4. Hidrotermal Sentez Yöntemi

Hidrotermal araştırmalar, 19. yüzyılın ortalarında jeologlar tarafından başlatılmış ve doğal hidrotermal olayların laboratuvar simülasyonları amaçlanmıştır. 20. yüzyılda, hidrotermal sentez, özellikle hidrometalurji ve tek kristal büyümesi alanlarında materyal sentezi için önemli bir teknoloji olarak tanımlanmıştır. Bununla birlikte, özellikle tek kristallerin büyümesi için gerekli olan zor(süperkritik) reaksiyon koşulları, birçok malzeme için kapsamlı araştırma yapılmasını önlemektedir.

Son yıllarda, hidrotermal sentezdeki ticari ilgi kısmen yeniden canlandırılmıştır, çünkü hafifletilmiş koşullarda ($T < 350\text{ }^{\circ}\text{C}$, $P < 100\text{ MPa}$) hazırlanabilen, ilk olarak seramik tozlarıyla başlayan ve giderek artan geniş malzeme ailesi ortaya çıkmıştır.

2000 ve 2004 yılları arasında neredeyse dört katına çıkarılan seramik tozlarının hidrotermal sentezi üzerine artan sayıda bilimsel makale, Çin, Japonya ve ABD'nin en yaygın olarak yayınladığı makaleler bu alandaki artan ilgiyi göstermektedir.

Hidrotermal sentez, seramik materyalleri doğrudan solüsyondan kristalize etmek için yüksek sıcaklıkta ve basınçta ($P > 100$ kPa) sulu ortamda tek veya heterojen faz reaksiyonları kullanan bir işlemdir.

Bununla birlikte, araştırmacılar bu terimi çevre koşullarında gerçekleştirilen işlemleri tanımlamak için de kullanmaktadır. Sentezler genellikle, çözeltinin belirtilen sıcaklıkta ve hidrotermal çözeltinin bileşimindeki doymuş buhar basıncına karşılık gelen kendiliğinden oluşan basınçta gerçekleştirilir. Hidrotermal sentezin üst sınırları 1000°C ve 500 MPa basınca kadar uzanır. Yapılan araştırmalar, hidrotermal kimyanın daha iyi anlaşılmasını sağlamıştır. Malzemelerin hidrotermal kristalizasyonu için reaksiyon süresi, sıcaklık ve basıncı önemli ölçüde azaltmıştır ($T < 200^{\circ}\text{C}$, $P < 1.5$ MPa). Yapılan yenilikler, kimyasal işlem endüstrisi tarafından verilmiş olan maliyet, etkin ve kanıtlanmış basınçlı reaktör teknolojisi ve metodolojiler kullanılarak işlenebileceğinden, hidrotermal sentezi daha ekonomik hale getirmiştir [68].

Hidrotermal sentez geleneksel ve geleneksel olmayan seramik sentetik yöntemlere göre birçok avantaj sunar. Seramiklerin tüm formları, tozlar, lifler ve tek kristaller, monolitik seramik gövdeler ve metaller, polimerler ve seramikler üzerindeki kaplamalar hidrotermal sentez ile hazırlanabilir. Seramik toz üretimi açısından, yüksek sıcaklıkta kalsinasyon, karıştırma ve öğütme aşamaları gerekmediği veya minimuma indirilemediği için çok daha az zaman ve enerji tüketen işlem adımları vardır.

Kristalize edilmiş tozların doğrudan çökme kapasitesi, nükleasyonun, büyümenin ve yaşlanmanın oranını ve tekdüzeliğini düzenler. Bu da kristallerin boyut ve yapısının daha iyi kontrol edilmesine ve önemli ölçüde azaltılmış toplama seviyelerine yol açar. Bu işlemler diğer sentez yöntemleriyle mümkün değildir [69].

Hidrotermal işleme, çok çeşitli sulu ve çözücü karışımı bazlı sistem kombinasyonlarında gerçekleştirilebilir. Genel olarak, sıvılarla işlem yapmak, şarj etme, nakliye, karıştırma ve ürün ayırma gibi çok çeşitli birim işlemlerinin otomasyonuna izin verir. Dahası, katı hal işlemlerine göre, sıvılar özellikle hidrotermal koşullar altında difüzyon, adsorpsiyon, reaksiyon hızı ve kristalizasyonun hızlandırılmasını sağlar.

Bununla birlikte, kimyasal buhar tabanlı yöntemler gibi çok çeşitli formları ve kimyasal bileşikleri hazırlayabilen birçok gelişmiş yöntemin aksine, enstrümantasyon, enerji ve öncüler için ilgili maliyetler hidrotermal yöntemler için çok daha azdır. Hidrotermal yöntemler, kısmen, düşük işleme sıcaklıklarını koruyan enerji tasarrufu, öğütme yokluğu, atık geri dönüşümü yapma yeteneği ve geri dönüştürülemeyen atıkların güvenli ve uygun şekilde bertaraf edilmesine atfedilebilen diğer birçok sentez yönteminden daha çevrecidir [70]. Düşük sıcaklıklarda gerçekleşen reaksiyonlar, yüksek sıcaklık süreçlerinde karşılaşılan diğer problemlerden de kaçınmanın bir yoludur, bileşenlerin uçucu hale gelmesi nedeniyle zayıf stokiometri kontrolü buna örnek verilebilir. (örneğin Pb bazlı seramiklerde Pb buharlaşması).

Hidrotermal koşullar altında sentezlenen malzemeler, yüksek sıcaklık sentezi yöntemleriyle hazırlanan materyallere kıyasla genellikle nokta kusurlarında farklılıklar gösterirler. Su katılma problemi, ya sentez koşullarının uygun şekilde ayarlanmasıyla ya da sulu olmayan çözücüler (solvotermik işlem) kullanılarak aşılabilir.

Hidrotermal tekniğin bir diğer önemli teknolojik avantajı, sürekli seramik üretimi için özellikle yararlı olan sürekli malzeme üretimi kabiliyetidir [71]. Ayrıca, hidrotermal kristalizasyon, kristal büyüme mekanizmasının belirlenmesine ve hidrotermal sentez işleminin daha iyi kontrol edilmesine imkân veren bir dizi teknik kullanılarak işlemin gerçekleştirildiği bölgede izlenebilir [72-73].

1.12. Nikel Nanopartikül Özellikleri ve Kullanım Alanları

Teknoloji de nano boyutlu manyetik patiküller son derece ilgi çekmişlerdir. Bunun yanı sıra manyetik özellikleri olarak makro boyutlu taneciklerden çok daha farklı ve değişik özelliklere sahiplerdir. Makro boyuta ve süpermanyetik özelliklere sahip malzemeler daha geniş alanlara etki ederken, nano boyuttaki partiküller küçük alanlar üzerinde etkilidirler [74]. Fizik, teknoloji, kimya, biyomühendislik gibi dallarda nano metaller oldukça ilgi görmüştür. Nikel nano partiküllerin üretimi ve karakterizasyonu nano teknoloji açısından oldukça önemlidir [75]. Bilim adamları nikelin birçok malzeme ile birlikte nano boyutta kullanılır hale gelmesi için çalışmaktadırlar. Nikelle ilgili yapılan çeşitli çalışmaları şöyle örneklendirebiliriz:

✎ Nikel, çok sert ve dayanıklı bir metal olduğundan ve korozyona karşı yüksek dirence sahip olduğundan, ilk olarak paslanmaz çelik olmakla birlikte, demir ve çelik alaşımlarının üretiminde kullanılır. Bu sebepten elektroliz kaplamalarında çok tercih edilen bir metaldir. Bunun dışında başka metalleri korumak gibi bir özelliği olan nikel kaplamanın cilalı yüzeyi malzemeye dekoratiflik katmaktadır [76].

✎ Rus Bilim adamları tarafından nikel oksit nanokristaller incelenmiş ve ışık absorpsiyon içerisinde eksitonlar bulunmuştur. Bilim adamları eksitonları (bağlı elektron-deşik çifti), kristalde enerji ileten ve göç eden, elektrostatik etkileşime sahip elektron deliği çifti olarak açıklamışlardır [77].

Bunların dışında nano boyutta nikelin kullanım alanlarına bakıldığında sanayi alanında da oldukça fazla yararlanıldığı görülmektedir. Uçak, tren yapımı gibi paslanmaz çelik kullanılan alanlarda nikel alaşımları kullanılmaktadır [78].

1.13. Nikel Nanopartikül Karakterizasyon Yöntemleri

Nano partiküllerin çeşitli yollarla üretilmesinden sonra, karakterizasyonu için de birçok yöntem geliştirilmiş ve böylelikle en küçük boyutların bile görülmeleri

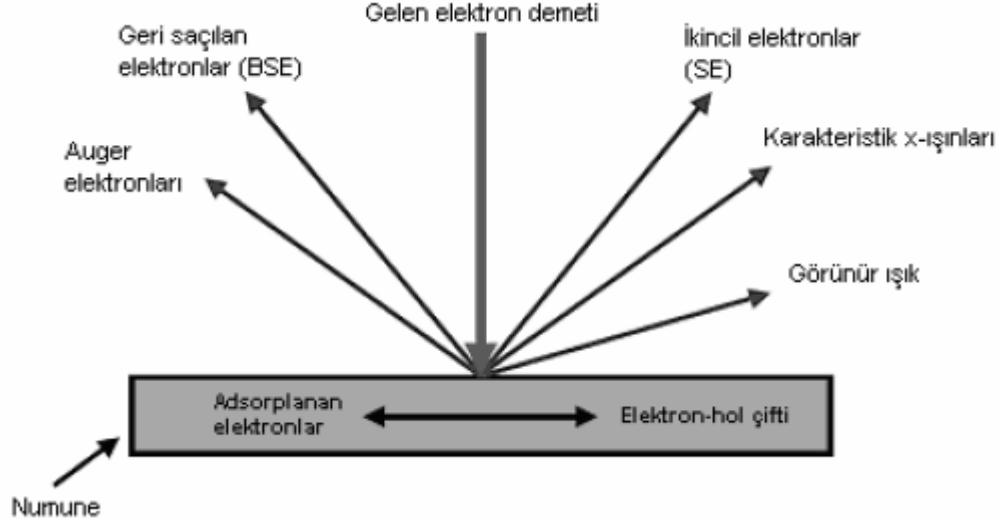
mümkün olmuştur. Mekanik, optik, elektronik gibi yapılarda elde edilen nano malzemeler bu özelliklerine göre birçok karakterizasyon yöntemiyle incelenebilmektedir.

1.13.1. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM)

SEM, malzemelerin yüzey morfolojisinin karakterizasyonunda yaygın olarak kullanılan bir mikroskopik analiz tekniğidir. Bu mikroskopik analiz tekniğinde, bir elektron tabancasından gönderilen elektron ışını bir numunenin yüzeyini tarar.

Elektron ışınının, numunenin yüzey atomları ile etkileşimi, bir detektör tarafından algılanan sinyaller üretir. Sinyallerin yoğunluğundaki çeşitlilikler işlenir ve görünür görüntülere dönüştürülür. Numunenin yüzeyi elektriksel iletken olmalıdır. Numune elektriksel olarak yalıtılıyorsa, karbon veya altın gibi elektrik iletken bir malzeme ile kaplanarak iletken hale getirilmelidir.

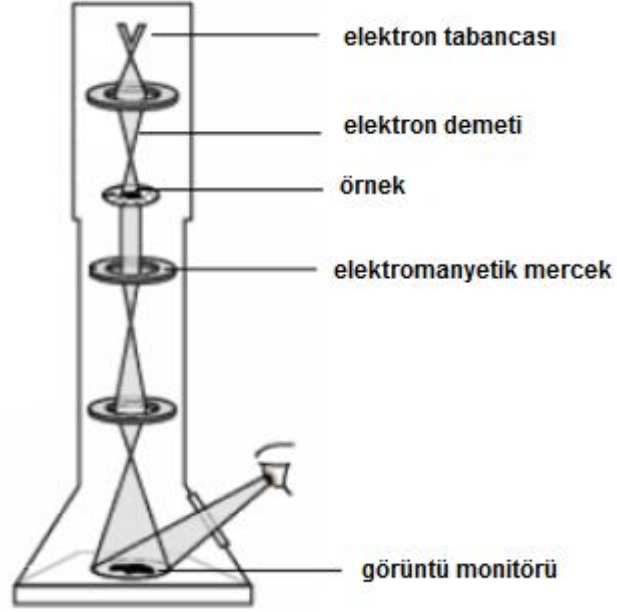
SEM görüntülerinin büyütme oranı, geleneksel optik mikroskoplardan daha yüksektir, ancak transmisyon elektron mikroskoplarından daha düşüktür. SEM görüntülerinde 50.000'den fazla kez büyütme mümkündür [79].



Şekil 1.7. SEM cihazında numune üzerine çarpan elektronların dağılımı [80]

1.13.2. Transmisyon Elektron Mikroskobu (TEM)

TEM, örneklerin ayrıntılı moleküler morfoloji karakterizasyonu için kullanılır. TEM, bir numunenin iç moleküler yapılarını gözlemlemeye izin verdiği için SEM'e göre daha gelişmiş bir tekniktir. Bir TEM görüntüsünün çözünürlüğü, yaklaşık 2 nm SEM görüntü çözünürlüğüne kıyasla, daha detaylı ve yaklaşık 0,2 nm' dir [81]. TEM, numunenin çok küçük bir temsili bölümünde atomik düzenlemeler, dağılımlar, kusurlar ve yapılar hakkında doğrudan bilgi veren yüksek çözünürlüklü mikroskobik görüntüler sağlar. Numuneyi hazırlamak TEM analizinin en önemli aşamasıdır. Analiz edilecek örnek net görüntüler elde etmek için çok ince parçacıklara (küçültülmelidir)dönüştürülmelidir. Ayrıca, numune, karbon ızgara yüzeyinde, ince bir numune parçacıkları tabakası oluşturacak şekilde dağıtılmalıdır. TEM analizinde örnekteki kalın parçacıklardan kaçınılmalıdır [82]. TEM aparatının şematik gösterimi, Şekil 1.8' de gösterilmiştir.

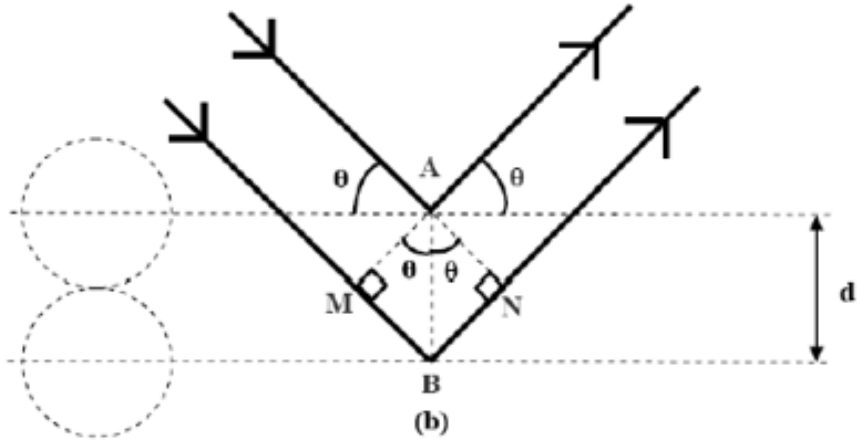
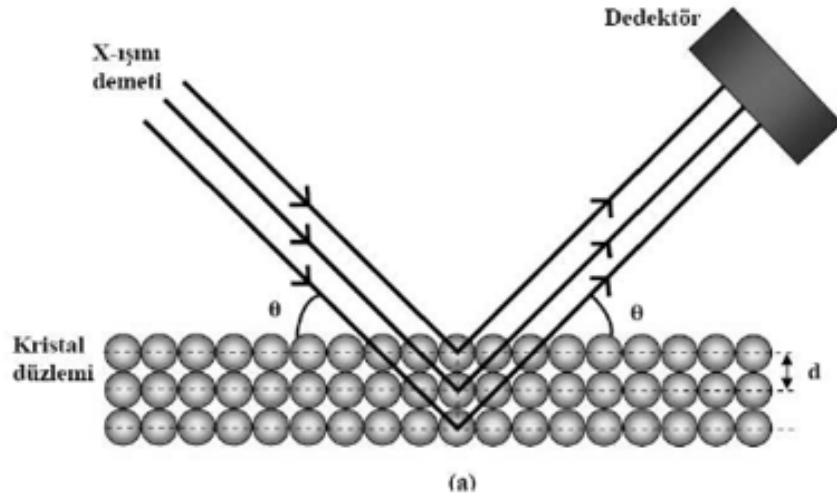


Şekil 1.8. TEM aparatının şematik gösterimi [67]

1.13.3. X- Işını Kırınımı (XRD)

Kristal yapılı atomların geometrik yapıları ve aralarındaki uzaklıkla alakalı birçok bilgi bu yöntem sayesinde elde edilir. Bu durumda kalitatif analiz için kullanışlı ve uygun bir yöntemdir. Kristal düzlemin birim hücre boyutlarıyla, kristalin atom düzlemleri arasındaki mesafe XRD tekniği ile belirlenebilir. Madde elektronları içinden geçen X-ışını sonucu saçılma meydana gelir. Işınlr kristaldeki düzenli ortamdan saçılır ise saçılmanın gerçekleştiği merkezler arası mesafe X-ışınının dalga boyuyla aynı dereceden olduğu için ışınlarda girişim meydana gelir. Bu girişimlerin olumlu ya da olumsuz olması önemsizdir. Bu girişimler sonucu kırınım oluşur.

XRD ölçümlerinde, kaynak olarak X-ışını tüpleri ve sabit dalga boyu X-ışınları kullanılmaktadır [83].



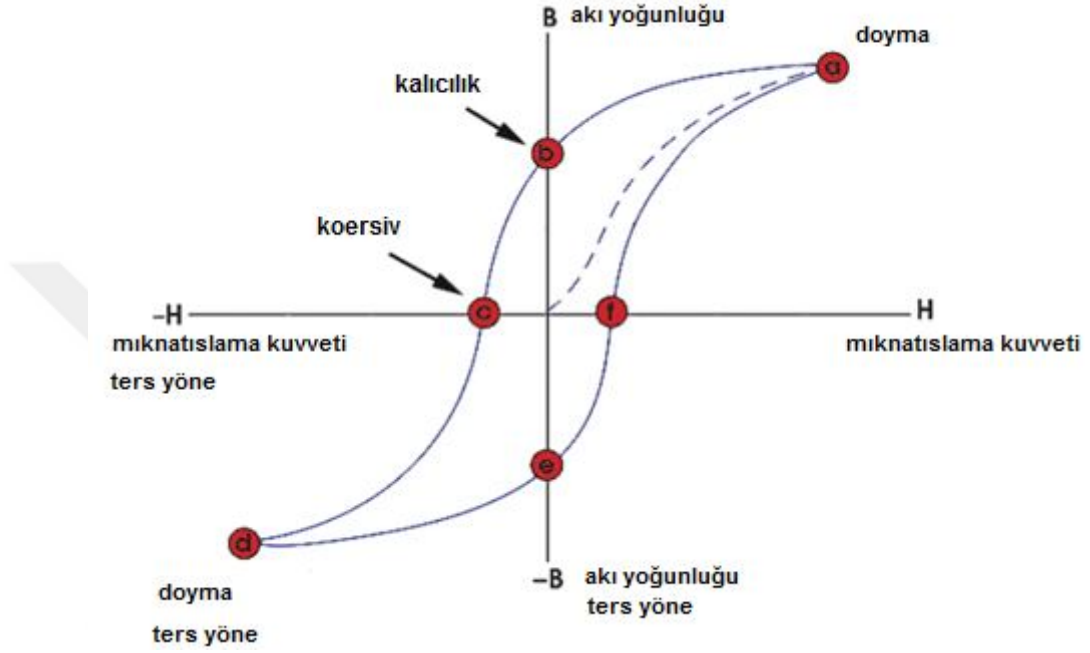
Şekil 1.9. (a) Bir kristal düzleminde X-ışını kırınımının meydana gelişi ve (b) kırınım olayında X ışınlarının aldığı yolların uzunlukları [80]

1.13.4. Enerji Dağılımlı X-Ray Analizi (EDX)

Bir X-ışını tekniği olan EDS veya diğer adıyla EDAX, malzemelerin elementel oranlarını tanımlamada kullanılır. EDX sistemi, elektronla numunenin belirlendiği SEM ya da TEM cihazlarına tanımlı bir analiz yöntemidir. EDX analizinden numunenin bileşimini oluşturan verilerin bulunduğu spektrumlar elde edilir. EDX yönteminde numune tahribat almadan ya da numune hazırlamadan doğrudan incelenebilir [84].

1.13.5. Manyetik Histerezis

Malzeme alanında incelendiğinde histerezis 2' ye ayrılır. Bunlar; manyetik ve elektrikseldir.



Şekil1.10. Manyetik Histerezis Örnek Grafik [85]

Manyetik histerezisin standart bir eğrisi vardır. Bunun sebebi, ferromanyetik maddelerin içinde belirli manyetik bölgelerin bulunmasıdır. Ferromanyetik özellikte bir cisim belli bir değere kadar mıknatıslanırsa, elektromanyetik etki uzaklaştırılsa bile mıknatıslanmaya devam eder. Bir dış alan uygulanmadığı sürece de cisim eski haline dönmez. Bu sebepten aralarında mesafe olan iki integral işaretinin uçları birleşmiş gibi bir görüntü oluşur. Bu oluşan şekil histerezisin genel gösterimi olarak ifade edilir.

Elektriksel histerezis ise ferroelektrik cisimlerde görülür. Manyetik histerezis ile aynı mekanizmaya sahiptir [85].

Çalışmanın Amacı

Zamana ve başlatıcı malzemelere bağlı, manyetik özelliği yüksek nano parçacıkların üretimi amaçlanmıştır. Bu amaçla manyetik özellikte malzemeler belirlenmiş ve sentez yöntemleri araştırılmıştır. Deneysel kısımda ise başlatıcı malzemenin indirgenmesi ile başlanmış ve farklı bir hidrotermal sentez yöntemi izlenmiştir. Oluşan parçacıklarda zamana ve başlatıcı malzemeye bağlı şekil farklılıkları incelenmiştir.

Nikel nanopartikül sentezi konusunda yapılan çalışmalar

Nikel önemli bir ferromanyetik malzemedir. Anizotropik manyetik nanopartiküller ilginç manyetik özellikler sergilemesi beklenir. Nanopartiküller manyetik özellikleri nedeni ile iletken boyalar, şarj edilebilir piller, yakıt pilinde anot, otomobilde katalitik konverter, kimyasal kataliz, optoelektronik, manyetik kayıt, ferro-fluid, propellant katkısı, manyetik rezonans görüntüleme kontrast geliştirme uygulamalarında kullanılmaktadır.

Liu ve arkadaşları (2003) hidrotermal redüksiyon yöntemi ile yüksek Ni içerikli ultra ince nanobelt hazırlamış ve sentez işleminde $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{NaC}_4\text{H}_4\text{O}_6$, sodyum dodesil benzen sulfonat ve saf su kullanmışlar ve çelik otoklavda 110 °C ve 24 saat sürede ısıtmışlardır.

Li ve Komameni (2006) polypyrrolidone ve dodesil amin ajanları kullanarak mikrodalga destekli teknik ile etilen glikol ve redüksiyon ajanı kullanarak 30 – 100 nm boyutları arasında iyi dağılmış nikel nanopartikülleri sentezlemişlerdir.

Liu ve arkadaşları (2004) Etilen glikol, hidrazin hidrat, PVP ve $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, başlangıç malzemeleri ile Nikel nano zincir sentezlemişler ve kütesel nikel metalin ile karşılaştırıldığı zaman çok yüksek manyetik koersivitesine sahip nikel nano zincir elde edilmiştir.

Ni ve arkadaşları (2005) $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, hidrazin hidrat, NaOH ve saf su başlangıç malzemeleri 110 °C de 12 saat süre ile ısıtılarak nikel nanopartikülleri sentezlemişlerdir.

Sobhani ve arkadaşları (2012) $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, SeCl_4 , PVA, hidrazin hidrat ve saf su başlangıç malzemeleri ile 180 °C de 12 saat ısıtarak, flowerlike, nanowire, NiSe nanopartikülleri sentezlemişlerdir.

Pandey ve arkadaşları (2015) $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, hidrazin hidrat, polyvinylpyrrolidone, NaOH ve saf su başlangıç malzemeleri ile 60 °C de 30 dakika ısıtarak nikel nanopartikülleri sentezlemişlerdir.

Pandey ve arkadaşları (2015) $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, hidrazin hidrat, etilen glikol, polyvinylpyrrolidone, NaOH ve saf su başlangıç malzemeleri ile 80 °C de 1 saat ısıtarak nikel nanopartikül sentezlemişlerdir.

Xia ve arkadaşları (2016) $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, hidrazin hidrat, etilen glikol, polyvinylpyrrolidone, NaOH ve saf su başlangıç malzemeleri ile 100 oC de 30 dakika ısıtarak nikel nanowire sentezlemişlerdir.

Haque ve arkadaşları (2010) $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, hidrazin hidrat, sodyum dodesil sülfat, polyvinylpyrrolidone, Na_2CO_3 , ve saf su başlangıç malzemeleri ile 60 – 100 °C de 1 saat ısıtarak nikel nanopartikül sentezlemişlerdir.

Xu ve arkadaşları (2008) $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, hidrazin hidrat, etilen glikol, polyvinylpyrrolidone, Na_2CO_3 , ve saf su başlangıç malzemeleri ile 60 – 100 °C de 1 saat ısıtarak nikel flowerlike nanopartikül 50 – 100 nm tane boyutunda sentezlemişlerdir.

Wang ve arkadaşları (2008) $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, hidrazin hidrat, HECMC, NaOH, ve saf su başlangıç malzemeleri ile 60 – 100 °C de 1 saat ısıtarak nikel nanopartikül 15 – 83 nm tane boyutunda sentezlemişlerdir.

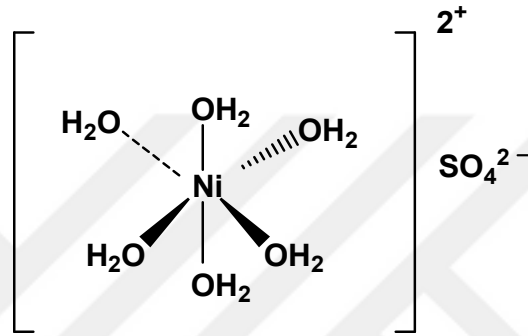
Jiang ve arkadaşları (2013) $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, etil alkol, hidrazin hidrat, PEG, Cetyltrimethyl ammonium bromide, NaOH, ve saf su başlangıç malzemeleri ile 60 – 100 °C de 1 saat ısıtarak nanoküre ve nanoçubuk nikel nanopartikül sentezlemişlerdir.



2. MATERYAL VE YÖNTEM

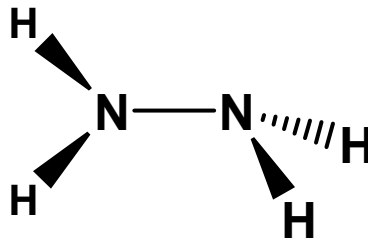
2.1. Kullanılan Kimyasal Maddeler

Nikel (II) Sülfat Hekzahidrat : ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ MA: 262,86 g / mol) Merck (Almanya) firmasından temin edildi.



Şekil2.1. Nikel (II) Sülfat Hekzahidrat

Hidrazin Hidrat Solüsyon : ($\text{NH}_2\text{NH}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ MA: 50,06 g/mol ve 78-82%) Sigma Aldrich (Almanya) firmasından temin edildi.

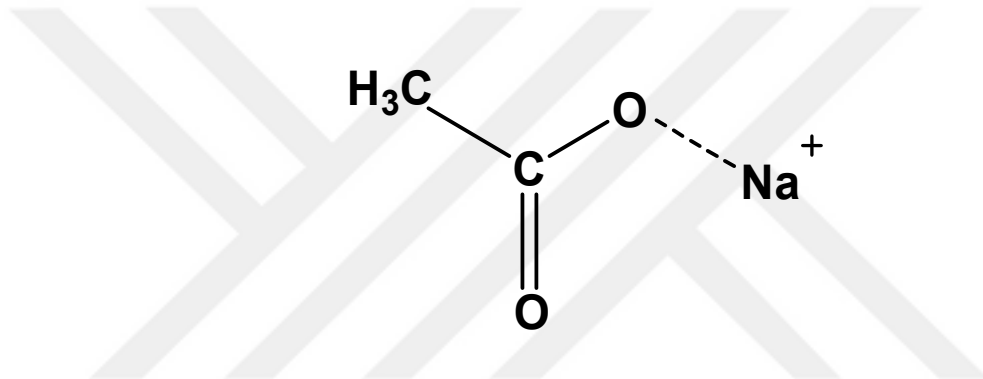


Şekil2.2. Hidrazin Hidrat Solüsyon

Sodyum Hidroksit : (NaOH MA: 40,00 g/mol) Sigma Aldrich(Almanya) firmasından temin edildi.

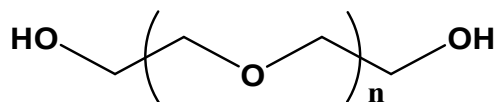
Sodyum Klorür : (NaCl MA: 58,44 g/mol) Sigma Aldrich (Almanya) firmasından temin edildi.

Sodyum Asetat Trihidrat : ($\text{Ca}_2\text{H}_3\text{NaO}_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ MA: 136,08 g/mol) Sigma Aldrich (Almanya) firmasından temin edildi.



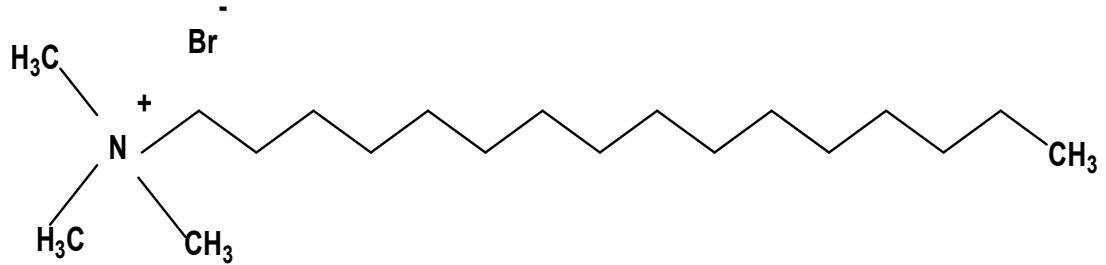
Şekil2.3.Sodyum Asetat Trihidrat

Poli(EtilenGlikol) 4000 : ($\text{H}(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n\text{OH}$ Sigma Aldrich (Almanya) firmasından temin edildi.



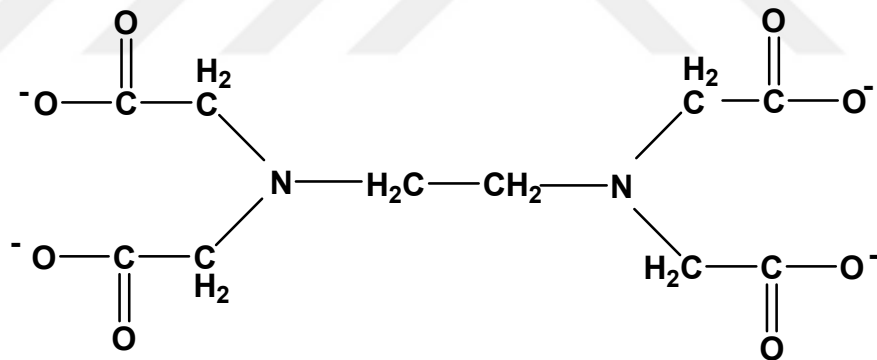
Şekil2.4. Poli(EtilenGlikol)

Hekzadesiltrimetilamonyum Bromid : ($C_{19}H_{42}BrN$ MA: 364,45 g/mol ve 98%)
Sigma Aldrich (Almanya) firmasından temin edildi.



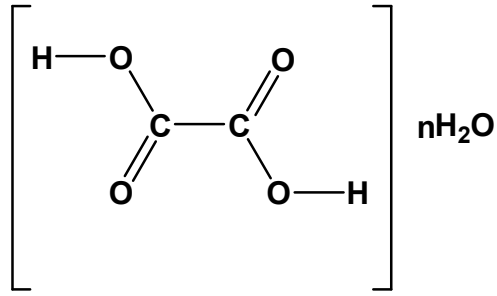
Şekil2.5. Hekzadesiltrimetilamonyum Bromid

Etilendiamin Tetra Asetik Asit(EDTA) : ($C_{10}H_{16}N_2O_8$ MA: 292,24 g/mol) Merck
(Almanya) firmasından temin edildi.



Şekil2.6. Etilendiamin Tetra Asetik Asit(EDTA)

Oksalik Asit : ($C_2H_2O_4$ MA: 90,03 g/mol ve $d=1,9$ g/cm³) Merck (Almanya)
firmasından temin edildi.



Şekil2.7. Oksalik Asit

Azot gazı : ANKARAGAZ 50 mL, 10 m³, 200 bar

2.2. Kullanılan Cihazlar

- ✎ Etüv.....: Mikrotest sıcaklık kontrollü etüv.
- ✎ Manyetik Karıştırıcı.....: IKA RH Basic sıcaklık ve karıştırma ayarlı.
- ✎ pH metre.....: Orion pH metre 420 A⁺ Thermo electron corp.
- ✎ Terazî.....: Sartorius CP224S.

2.3. Analiz ve Görüntüleme Cihazları

2.3.1. X- Işını Kırınım Cihazı



Şekil 2.8. ODTÜ Merkez Lab. X- Işını Difraktometresi

Cihaz: Rigaku Ultima-IV X-Işını Kırınım Cihazı

- ✎ Bakır hedefli X-ışını tüpüne ve tüpteki ani sıcaklık değişimlerini kontrol eden su soğutucusuna sahiptir.
- ✎ Grafit Monokromatör kullanılmaktadır.
- ✎ Çapraz ışın optik mekanizması (CBO) bulunmaktadır.
- ✎ 2θ tarama yöntemi ve sabit bir grazing açısı (GIXD-minimum $0,1^\circ$) ile, daha güçlü bir sinyal elde edilebilir.

2.3.2. Taramalı Elektron Mikroskobu



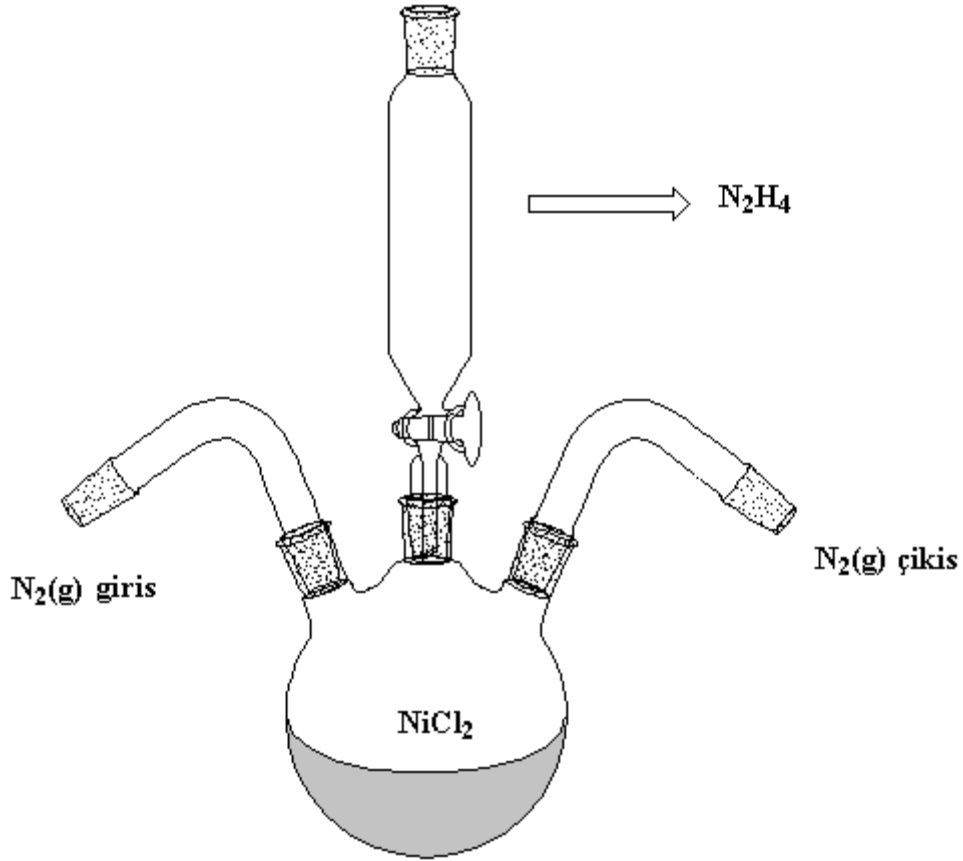
Şekil2.9. ODTÜ Merkez Lab. Taramalı Elektron Mikroskobu

Cihaz: QUANTA 400F Alan Emisyon SEM Cihazı

✎ Yüksek çözünürlüklü taramalı elektron mikroskobu, 1,2 nm çözünürlüktedir.

2.4. Nikel(II) Klorür Başlangıç Malzemesinden Nanoparçacık Eldesi ve Uygulanan Parametreler

2.4.1. Nikel(II) Klorür Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine pH Etkisi



Şekil2.10. Nikel(II) Klorür ile Hidrazin Tepkimesi

Belirlenen pH aralıklarında (10,5; 11,0; 12,0; 12,5) ve iki farklı baz örneğinde (NaOH, NH₄OH) pH parametresi çalışıldı. 50 mL NiCl₂ çözeltisi hazırlandı, çözeltiliye 15 dakika N₂ (g)'ı verildi. 15 mL N₂H₄, 20 dakika süreyle damlatıldı. Herbir pH aralığı ve baz için deney tekrar edildi. (Çizelge 2.1 ve Çizelge 2.2)

Çizelge 2.1. pH parametresinin NaOH ile ayarlanması

NaOH	pH	N ₂ H ₄	Reaktör	T
1	10,5	15 mL	20 saat	150°C
2	11,0	15 mL	20 saat	150°C
3	12,0	15 mL	20 saat	150°C
4	12,5	15 mL	20 saat	150°C

Çizelge 2.2. pH parametresinin NH₄OH ile ayarlanması

NH ₄ OH	pH	N ₂ H ₄	Reaktör	T
5	10,5	15 mL	20 saat	150° C
6	11,0	15 mL	20 saat	150° C
7	12,0	15 mL	20 saat	150° C
8	12,5	15 mL	20 saat	150° C

2.4.2. Nikel(II) Klorür başlangıç malzemesinden nikel parçacık sentezi üzerine Sıcaklık Etkisi

NiCl₂ için iki farklı sıcaklık parametresi (120°C, 170°C) belirlenmiştir. 50 mL'lik NiCl₂ çözeltisinden 15 dakika N₂ (g)'ı geçirilir ve 15 mL N₂H₄ damlatılır. Çözelti pH 12,0 ye ayarlanır. İki sıcaklık ayarı için deney tekrar edilir, etüvde ısıtılır. (Çizelge 2.3)

Çizelge 2.3. Sıcaklık Parametresinin Şematik Gösterimi

Sıcaklık	pH	N ₂ H ₄	Reaktör	T
1	12,0	15 mL	20 saat	120°C
2	12,0	15 mL	20 saat	170°C

2.4.3. Nikel(II) Klorür Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Otoklav Süresinin Etkisi

NiCl₂ çözeltisinin etüvde ısıtılması için iki farklı zaman aralığı (10 saat ve 40 saat) belirlendi. Uygulama için 50 mL NiCl₂ çözeltisinden 15 dakika N₂ (g)'ı geçirildi. 15 mL N₂H₄ 20 dakika damlatıldı ve pH 12,0 ayarlandı. Belirlenen zaman aralıklarında deney tekrar edilerek çözelti etüvde ısıtıldı. (Çizelge 2.4)

Çizelge 2.4. Zamanın Reaktörün Aldığı Isıya Etkisi

	pH	N ₂ H ₄	Reaktör	T
1	12,0	15 mL	10 saat	150°C
2	12,0	15 mL	40 saat	150°C

2.4.4. Nikel(II) Klorür Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Hidrazin Etkisi

NiCl₂ çözeltisinin N₂H₄ ile olan tepkimesi için, ilk çalışma N₂H₄ çözeltisi kullanılmadan farklı hacimler (2 mL, 5 mL, 20 mL, 25 mL) belirlendi. Deneye NiCl₂ çözeltisinden 15 dakika N₂ (g)'ı geçirilerek başlandı ve deneyler her N₂H₄ hacmi için sırasıyla uygulandı. Tüm deneylerde pH 12,0 ye ayarlandı. Çözeltiler 20 saat, 150°C etüvde ısıtıldı. (Çizelge 2.5)

Çizelge 2.5. Hidrazin Miktarının Tepkimeye Etkisi

	pH	N ₂ H ₄	Reaktör	T
1	12,0	0 mL	20 saat	150°C
2	12,0	2 mL	20 saat	150°C
3	12,0	5 mL	20 saat	150°C
4	12,0	20 mL	20 saat	150°C
5	12,0	25 mL	20 saat	150°C

2.4.5. Nikel(II) Klorür Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine HTAB Etkisi

NiCl₂, HTAB(%1) tepkimesi için üç farklı hacim (1 mL, 2 mL, 3 mL) belirlendi. 50 mL NiCl₂ çözeltisinden 15 dakika N₂ (g) geçirildi. Her bir hacim için deneyler tekrarlanarak HTAB çözeltileri eklendi. 15 mL N₂H₄ eklendi ve pH 12,0 ye ayarlandı. Çözelti 20 saat 150°C etüvde ısıtıldı. (Çizelge 2.6)

Çizelge 2.6. NiCl₂ Çözeltisine HTAB Etkisi

	pH	N ₂ H ₄	Reaktör	T	HTAB
1	12,0	15 mL	20 saat	150°C	1 mL
2	12,0	15 mL	20 saat	150°C	2 mL
3	12,0	15 mL	20 saat	150°C	3 mL

2.5. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Deneysel Yöntemi

2.5.1. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Poli(EtilenGlikol) Etkisi

Nikel(II) sülfat hekzahidrat (%4 k/h, 2,0 g) 50 mL saf suda çözüldü. 15 dakika 1 bar azot gazı geçirildi. NiSO₄ ile PEG tepkimesi için üç farklı hacim (1 mL, 2 mL, 3 mL) belirlendi. Her PEG hacmi için deney tekrarlanarak azot gazından sonra çözeltiye eklendi. 15 mL N₂H₄ 20 dakika damlatıldı, pH 12,0 ayarlandı. Çözelti 20 saat 150°C etüvde ısıtıldı. (Çizelge 2.7)

Çizelge 2.7. NiSO₄ Çözeltisine PEG Etkisi

	pH	N ₂ H ₄	Reaktör	T	PEG
1	12,0	15 mL	20 saat	150°C	1 mL
2	12,0	15 mL	20 saat	150°C	2 mL
3	12,0	15 mL	20 saat	150°C	3 mL

2.5.2. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Etilendiamin Tetra Asetik Asit Etkisi

NiSO₄ ile EDTA tepkimesi için farklı miktarlarda (5 mL, 10 mL, 20 mL, 30 mL, 40 mL, 60 mL) çözeltiler hazırlandı. NiSO₄ 50 mL çözeltisine 15 dakika N₂ (g) verildi. Herbir belirlenen EDTA hacmi için deney tekrar edilerek çözeltiler eklendi. 15 mL N₂H₄ 20 dakika damlatıldı. pH 12,0 ye ayarlandı. Çözelti 20 saat 150°C etüvde ısıtıldı. (Çizelge 2.8)

Çizelge 2.8. NiSO₄ Çözeltisine EDTA Etkisi

	pH	N ₂ H ₄	Reaktör	T	EDTA
1	12,0	15 mL	20 saat	150°C	5 mL
2	12,0	15 mL	20 saat	150°C	10 mL
3	12,0	15 mL	20 saat	150°C	20 mL
4	12,0	15 mL	20 saat	150°C	30 mL
5	12,0	15 mL	20 saat	150°C	40 mL
6	12,0	15 mL	20 saat	150°C	60 mL

2.5.3. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Oksalik Asit Etkisi

Oksalik asit çözeltisi için farklı hacimlerde (5 mL, 10 mL, 20 mL, 30 mL, 40 mL, 60mL) çalışıldı. 50 mL NiSO₄ çözeltisine 15 dakika 1 bar N₂ (g) geçirildi. Oksalik asit belirlenen hacimlerde sırasıyla çözeltiye eklendi. 15 mL N₂H₄ 20 dakika damlatıldı. pH 12,0 ye ayarlandı. Çözelti 20 saat 150°C etüvde ısıtıldı. (Çizelge 2.9)

Çizelge 2.9. NiSO₄ Çözeltisine Oksalik Asit Etkisi

	pH	N ₂ H ₄	Reaktör	T	Oksalik Asit
1	12,0	15 mL	20 saat	150°C	5 mL
2	12,0	15 mL	20 saat	150°C	10 mL
3	12,0	15 mL	20 saat	150°C	20 mL
4	12,0	15 mL	20 saat	150°C	30 mL
5	12,0	15 mL	20 saat	150°C	40 mL
6	12,0	15 mL	20 saat	150°C	60 mL

2.5.4. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Sodyum Asetat Trihidrat Etkisi

50 mL NiSO₄ çözeltisine 15 dakika 1 bar N₂ (g) geçirildi. Farklı hacimlerde (5 mL, 10 mL, 20 mL, 30 mL, 40 mL, 60 mL) SAT çözeltisi hazırlandı. Tüm hacimler için deney tekrar edilerek çözeltiye eklendi. 15 mL N₂H₄ 20 dakika damlatıldı, pH 12,0 ye ayarlandı. Çözelti 20 saat 150°C etüvde ısıtıldı. (Çizelge 2.10)

Çizelge 2.10. NiSO₄ Çözeltisine SAT Etkisi

	pH	N ₂ H ₄	Reaktör	T	SAT
1	12,0	15 mL	20 saat	150°C	5 mL
2	12,0	15 mL	20 saat	150°C	10 mL
3	12,0	15 mL	20 saat	150°C	20 mL
4	12,0	15 mL	20 saat	150°C	30 mL
5	12,0	15 mL	20 saat	150°C	40 mL
6	12,0	15 mL	20 saat	150°C	60 mL

2.5.5. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine HTAB Etkisi

%2,5 HTAB parametresinde iki farklı değişken üzerinde çalışıldı. Öncelikle farklı hacimlerde (10 mL, 20 mL, 40 mL) HTAB çözeltileri kullanıldı. İkinci değişken olarak reaktör süresi (1 saat, 2 saat, 5 saat, 10 saat) kullanıldı ve hacim sabit tutuldu. 50 mL NiSO₄ çözeltisinden 15 dakika 1 bar N₂(g) geçirildi. Belirlenen her hacim için deney tekrarlanarak HTAB çözeltileri eklendi. 15 mL N₂H₄ 20 dakika damlatıldı. pH 12,0 ye ayarlandı. Çözelti 20 saat 150°C etüvde ısıtıldı. (Çizelge 2.11, Çizelge 2.12)

Çizelge 2.11. Çözeltiye %2,5'luk HTAB Etkisi

	pH	N ₂ H ₄	Reaktör	T	HTAB %2,5 (k/h)
1	12,0	15 mL	20 saat	150°C	10 mL
2	12,0	15 mL	20 saat	150°C	20 mL
3	12,0	15 mL	20 saat	150°C	40 mL

Çizelge 2.12. NiSO₄ - %2,5'luk HTAB Çözeltisine Zaman Etkisi

	pH	N ₂ H ₄	Reaktör	T	HTAB %2,5 (k/h)
1	12,0	15 mL	1 saat	150°C	40 mL
2	12,0	15 mL	2 saat	150°C	40 mL
3	12,0	15 mL	5 saat	150°C	40 mL
4	12,0	15 mL	10 saat	150°C	40 mL

2.5.6. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Sodyum Klorür Etkisi

50 mL NiSO₄ çözeltisinden 15 dakika 1 bar N₂ (g) geçirildi. Çözeltiye eklemek için farklı hacimlerde (1 mL, 10 mL, 20 mL, 30 mL, 40 mL) NaCl çözeltileri hazırlandı. 15 mL N₂H₄ 20 dakika damlatıldı. pH 12,0 ye ayarlandı. Çözelti 20 saat 150°C etüvde ısıtıldı. (Çizelge 2.13)

Çizelge 2.13. NiSO₄ Çözeltisine NaCl Etkisi

	pH	N ₂ H ₄	Reaktör	T	NaCl
1	12,0	15 mL	20 saat	150°C	1 mL
2	12,0	15 mL	20 saat	150°C	10 mL
3	12,0	15 mL	20 saat	150°C	20 mL
4	12,0	15 mL	20 saat	150°C	30 mL
5	12,0	15 mL	20 saat	150°C	40 mL

2.5.7. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Nikel(II) Sülfat Hekzahidrat Derişiminin Tepkimeye Etkisi

Farklı derişimlerde (20×10^{-2} M ; 10×10^{-2} M ; 7×10^{-2} M ; 5×10^{-2} M) NiSO₄.6H₂O çözeltileri hazırlandı. 50 mL'lik NiSO₄ çözeltileri istenilen derişimlerde hazırlandı. Her derişim için tekrarlanarak sırasıyla 1 saat 1 bar N₂ (g) geçirildi. 15 mL N₂H₄ 20 dakika damlatıldı. pH 12,0 ye ayarlandı. Çözelti 20 saat 150°C etüvde ısıtıldı. (Çizelge 2.14)

Çizelge 2.14. NiSO₄ Derişiminin Tepkimeye Etkisi

	pH	N ₂ H ₄	Reaktör	T	NiSO ₄ × 10 ⁻² M
1	12,0	15 mL	20 saat	150°C	20
2	12,0	15 mL	20 saat	150°C	10
3	12,0	15 mL	20 saat	150°C	7
4	12,0	15 mL	20 saat	150°C	5

2.6. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullara Uygulanan Parametreler

2.6.1. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda Hidrazin Parametresinin Uygulamaları

50 mL NiSO₄ çözeltisinden (5×10^{-2} M) 1 saat 1 bar N₂ (g) geçirildi. Farklı hacimlerde N₂H₄ çözeltileri (2 mL, 3 mL, 5 mL, 10 mL) 20 dakika damlatıldı. Çözelti 5 saat 120°C etüvde ısıtıldı. Reaktör oda sıcaklığında soğutuldu. Çözelti filtrasyon yöntemiyle süzüldü. Katı çökelek 80°C etüvde kurutuldu.

Çizelge 2.15. Hidrazin Miktarının Tepkimeye Etkisi

	N_2H_4	Reaktör	T	NiSO_4 $\times 10^{-2} \text{ M}$
1	2 mL	5 saat	120°C	5
2	3 mL	5 saat	120°C	5
3	5 mL	5 saat	120°C	5
4	10 mL	5 saat	120°C	5

2.6.2. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda Sıcaklık Parametresinin Uygulamaları

50 mL NiSO_4 çözeltisinden ($5 \times 10^{-2} \text{ M}$) 1 saat 1 bar $\text{N}_2(\text{g})$ geçirildi. 3 mL N_2H_4 çözeltisi 20 dakika damlatıldı. Optimum koşullarda sıcaklık çalışmaları için farklı sıcaklıklar (120°C, 140°C, 160°C) belirlendi. Her sıcaklık için deneyler tekrar edilerek çözelti 5' er saat süreyle etüvde ısıtıldı. Reaktör oda sıcaklığına soğutuldu. Çözelti filtrasyon yöntemiyle süzüldü. Katı çökelek 80°C etüvde kurutuldu.

Çizelge 2.16. Sıcaklık Değişiminin Tepkimeye Etkisi

	N₂H₄	Reaktör	T	NiSO₄ × 10⁻² M
1	3 mL	5 saat	120°C	5
2	3 mL	5 saat	140°C	5
3	3 mL	5 saat	160°C	5

2.6.3. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda Zaman Parametresinin Uygulamaları

50 mL NiSO₄ çözeltisinden (5×10^{-2} M) 1 saat 1 bar N₂ (g) geçirildi. 3 mL N₂H₄ çözeltisi 20 dakika damlatıldı. 120°C etüvde belirlenen zamanlarda (5 saat, 10 saat, 15 saat), her zaman için tekrarlanarak ısıtıldı. Reaktör oda sıcaklığında soğutuldu. Çözelti filtrasyon yöntemiyle süzüldü. Katı çökelek 80°C etüvde kurutuldu.

Çizelge 2.17. Isı Verilen Zaman Değişiminin Tepkimeye Etkisi

	N_2H_4	Reaktör	T	$NiSO_4$ $\times 10^{-2} M$
1	3 mL	5 saat	120°C	5
2	3 mL	10 saat	120°C	5
3	3 mL	15 saat	120°C	5

2.6.4. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda $NiSO_4$ Derişim Parametresinin Uygulamaları

$NiSO_4$ çözelti derişiminin optimum koşullara etkisini görmek için farklı derişimlerde($5 \times 10^{-2} M$; $7 \times 10^{-2} M$; $10 \times 10^{-2} M$; $20 \times 10^{-2} M$; $40 \times 10^{-2} M$) çözeltiler hazırlandı. 50 mL $NiSO_4.6H_2O$ çözeltisi istenilen derişimlerde hazırlandı. Her derişim için deney tekrar edilerek 1 saat 1 bar $N_2(g)$ geçirildi. 3 mL N_2H_4 çözeltisi 20 dakika damlatıldı. Reaktör 5 saat 120°C etüvde ısıtıldı. Reaktör oda sıcaklığında soğutuldu. Çözelti filtrasyon yöntemiyle süzüldü. Katı çökelek 80°C etüvde kurutuldu.

Çizelge 2.18. NiSO₄ derişiminin Tepkimeye Etkisi

	N₂H₄	Reaktör	T	NiSO₄ × 10⁻² M
1	3 mL	5 saat	120°C	5
2	3 mL	5 saat	120°C	7
3	3 mL	5 saat	120°C	10
4	3 mL	5 saat	120°C	20
5	3 mL	5 saat	120°C	40

2.6.5. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda Ph Parametresinin Uygulamaları

50 mL NiSO₄ çözeltisinden (0,05 M) 1 saat 1 bar N₂(g) geçirildi. 3 mL N₂H₄ çözeltisi 20 dakika damlatıldı. pH' ın etkisini görmek için farklı pH aralıkları (11,0; 12,0; 12,5) belirlendi. Sırasıyla her pH için deney tekrar edildi. Reaktör 5 saat 120°C etüvde ısıtıldı. Reaktör oda sıcaklığında soğutuldu. Çözelti filtrasyon yöntemiyle süzüldü. Katı çökelek 80°C etüvde kurutuldu.

Çizelge 2.19. pH Değişiminin Tepkimeye Etkisi

	N₂H₄	Reaktör	T	pH
1	3 mL	5 saat	120°C	11,0
2	3 mL	5 saat	120°C	12,0
3	3 mL	5 saat	120°C	12,5

2.6.6. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda Sıcaklık Parametresinin Uygulamaları

50 mL NiSO₄ çözeltisinden (5×10^{-2} M) 1 saat 1 bar N₂ (g) geçirildi. 3 mL N₂H₄ çözeltisi 20 dakika damlatıldı. Herbir sıcaklık için 1 saat süre verilerek reaktör farklı sıcaklıklarda (120°C, 140°C, 160°C, 180°C) ısıtıldı. Reaktör oda sıcaklığında soğutuldu. Çözelti filtrasyon yöntemiyle süzüldü. Katı çökelek 80°C etüvde kurutuldu.

Çizelge 2.20. Sıcaklık Artışının Zamanın Azaltılmasıyla Tepkimeye Etkisi

	N₂H₄	Reaktör	T	NiSO₄ × 10⁻² M
1	3 mL	1 saat	120°C	5
2	3 mL	1 saat	140°C	5
3	3 mL	1 saat	160°C	5
4	3 mL	1 saat	180°C	5

2.6.7. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda Oksalik Asit Parametresinin Uygulamaları

Farklı derişimlerde (1×10^{-4} M; 3×10^{-4} M; 5×10^{-4} M) 50 mL oksalik asit çözeltileri hazırlandı. Oksalik asit çözeltisi üzerine 0,6571 gram NiSO₄ eklendi. 1 saat 1 bar N₂ (g) geçirildi. 3 mL N₂H₄ çözeltisi 20 dakika damlatıldı. Reaktör 5 saat 120°C etüvde ısıtıldı. Reaktör oda sıcaklığında soğutuldu. Çözelti filtrasyon yöntemiyle süzüldü. Katı çökelek 80°C etüvde kurutuldu.

Çizelge 2.21. Oksalik Asit Başlangıç Çözelisinin Derişim Farklılıklarının Tepkimeye Etkisi

	N_2H_4	Reaktör	T	$\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$ $\times 10^{-4} \text{ M}$	NiSO_4
1	3 mL	5 saat	120°C	1	0,6571 g
2	3 mL	5 saat	120°C	3	0,6571 g
3	3 mL	5 saat	120°C	5	0,6571 g

2.6.8. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda Sodyum Klorür Parametresinin Uygulamaları

Farklı derişimlerde ($1 \times 10^{-4} \text{ M}$; $3 \times 10^{-4} \text{ M}$; $5 \times 10^{-4} \text{ M}$) 50 mL sodyum klorür çözeltileri hazırlandı. Sodyum klorür çözeltisi üzerine üzerine 0,6571 gram NiSO_4 eklendi. 1 saat 1 bar N_2 (g) geçirildi. 3 mL N_2H_4 çözeltisi 20 dakika damlatıldı. Reaktör 5 saat 120°C etüvde ısıtıldı. Reaktör oda sıcaklığında soğutuldu. Çözelti filtrasyon yöntemiyle süzüldü. Katı çökelek 80°C etüvde kurutuldu.

Çizelge 2.22. Sodyum Klorür Başlangıç Çözeltisinin Derişim Farklılıklarının Tepkimeye Etkisi

	N_2H_4	Reaktör	T	NaCl $\times 10^{-4} \text{ M}$	NiSO_4
1	3 mL	5 saat	120°C	1	0,6571 g
2	3 mL	5 saat	120°C	2	0,6571 g
3	3 mL	5 saat	120°C	5	0,6571 g

2.7. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda Manyetik Histeresiz Çalışmaları

Optimum koşullar göz önünde bulundurularak (N_2H_4 : 10 mL; t: 5 saat;), çeşitli parametreler eklenip çıkarılarak çalışılmıştır. (Çizelge 2.15)

Histeresiz serisi için yapılan birinci çalışmada sıcaklık parametresinde değişiklik yapıldı, 100 mL NiSO_4 (0,14 M) çözeltisinden 1 saat 1 bar N_2 (g)'ı geçirildi. 10 mL N_2H_4 çözeltisi 20 dakika damlatıldı. Reaktör 5 saat 160°C etüvde ısıtıldı. Reaktör oda sıcaklığında soğutuldu. Çözelti filtrasyon yöntemiyle süzüldü. Katı çökelek 80°C etüvde kurutuldu.

İkinci ve üçüncü çalışmalarda pH parametresi tepkimeye dâhil edildi. 100 mL NiSO_4 (0,14 M) çözeltisinden 1 saat 1 bar N_2 (g) geçirildi. 10 mL N_2H_4 20 dakika damlatıldı. pH (11,0; 12,0) değerleri her iki değer için de tekrarlanarak çözeltiye uygulandı. Reaktör 5 saat 120°C etüvde ısıtıldı. Reaktör oda sıcaklığında soğutuldu. Çözelti filtrasyon yöntemiyle süzüldü. Katı çökelek 80°C etüvde kurutuldu.

Dördüncü ve beşinci çalışmalarda ise tepkimeye NaCl etkisi incelendi. 100 mL NaCl çözeltisine (1×10^{-4} M ve 5×10^{-4} M) 1,3142 gram NiSO₄ eklendi, 1 saat 1 bar N₂ (g) geçirildi. 10 mL N₂H₄ çözeltisi 20 dakika damlatıldı. Reaktör 5 saat 120°C etüvde ısıtıldı. Reaktör oda sıcaklığında soğutuldu. Çözelti filtrasyon yöntemiyle süzüldü. Katı çökelek 80°C etüvde kurutuldu.

Çizelge 2.23. Manyetik Histeresiz Numune Hazırlama parametreleri

	N ₂ H ₄	Reaktör	T	pH	NaCl $\times 10^{-4}$ M
1	10 mL	5 saat	160°C	–	–
2	10 mL	5 saat	120°C	11,0	–
3	10 mL	5 saat	120°C	12,0	–
4	10 mL	5 saat	120°C	–	1
5	10 mL	5 saat	120°C	–	5

2.8. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda SEM Çalışmaları

Farklı derişimlerde (1×10^{-2} M ; 2×10^{-2} M; 5×10^{-2} M) 50 mL NaCl çözeltileri hazırlandı. Sodyum klorür üzerine 0,6571 gram NiSO₄ eklendi. 1 saat 1 bar N₂ (g) geçirildi. 3 mL N₂H₄ çözeltisi 20 dakika damlatıldı. Reaktör 5 saat 120°C etüvde ısıtıldı. Reaktör oda sıcaklığında soğutuldu. Çözelti filtrasyon yöntemiyle süzüldü. Katı çökelek 80°C etüvde kurutuldu.

Çizelge 2.24. Optimum Koşullarda Sodyum Klorür Başlangıç Çözeltisinin Derişim Farklılıklarının Çözeltiye Etkisi

	N₂H₄	Reaktör	T	NaCl × 10⁻² M	NiSO₄
1	3 mL	5 saat	120°C	1	0,6571 g
2	3 mL	5 saat	120°C	2	0,6571 g
3	3 mL	5 saat	120°C	5	0,6571 g

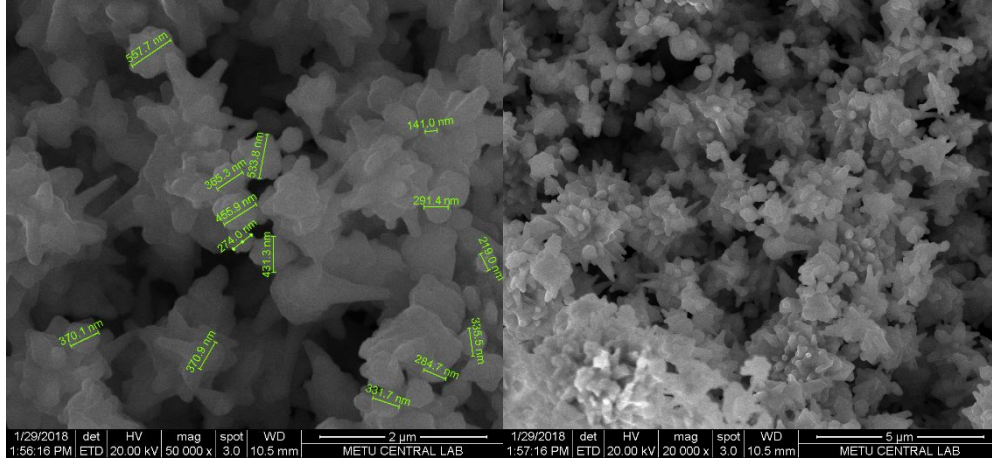
3. ARAŞTIRMA BULGULARI

3.1. Nikel(II) Klorür Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi İçin Yapılan Çalışmalar

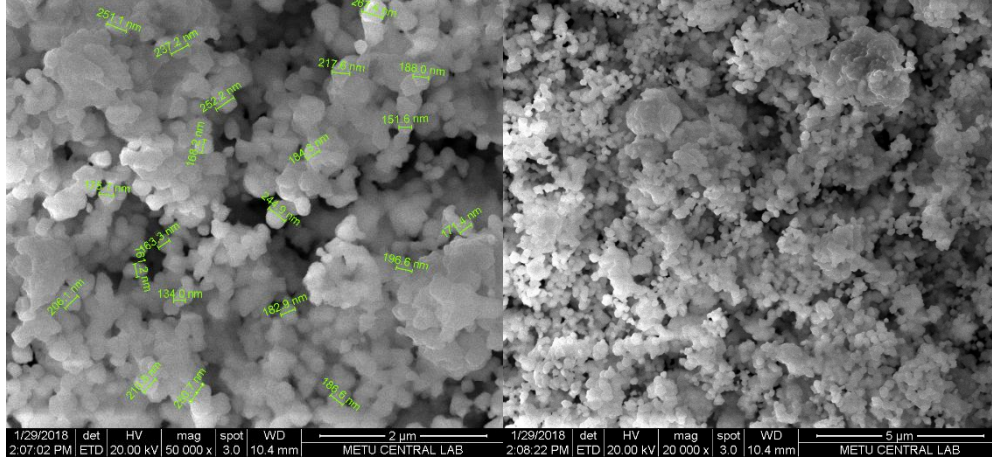
3.1.1. Nikel(II) Klorür Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine pH Etkisi

NiCl_2 ' ye pH etkisini incelemek amacıyla çeşitli pH' larda Bölüm 2.4.1' de anlatıldığı gibi deneyler yapıldı. Elde edilen SEM görüntüleri Şekil 3.1; Şekil 3.2; Şekil 3.3; Şekil 3.4' de verildi. Nano parçacıklarda diken şekli istendiğinden, NaOH ile pH ayarı yapılan NiCl_2 için optimum pH aralığı 10.5 bulundu ve Şekil 3.1' de gösterildi.

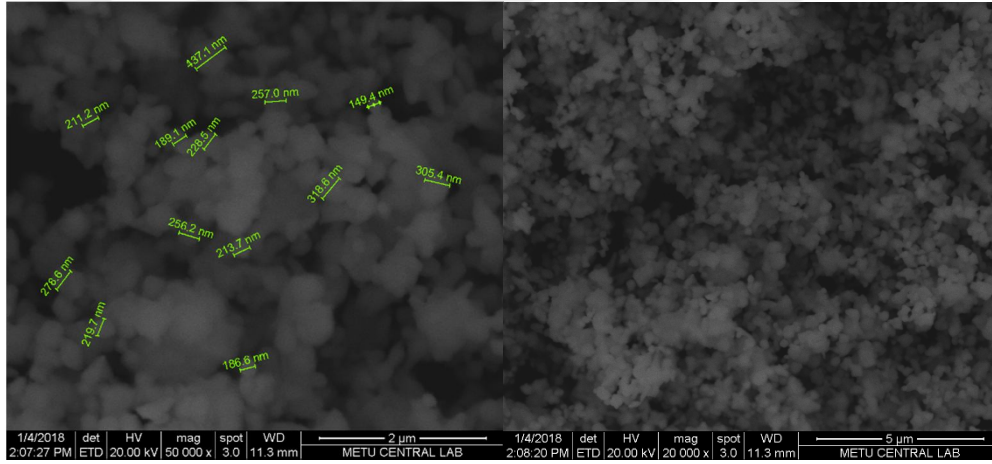
NH_4OH ile yapılan pH ayarlamasında, nano parçacıkların almasını istenilen diken şekli için optimum pH 12,0 bulundu ve Şekil 3.4' de gösterildi.



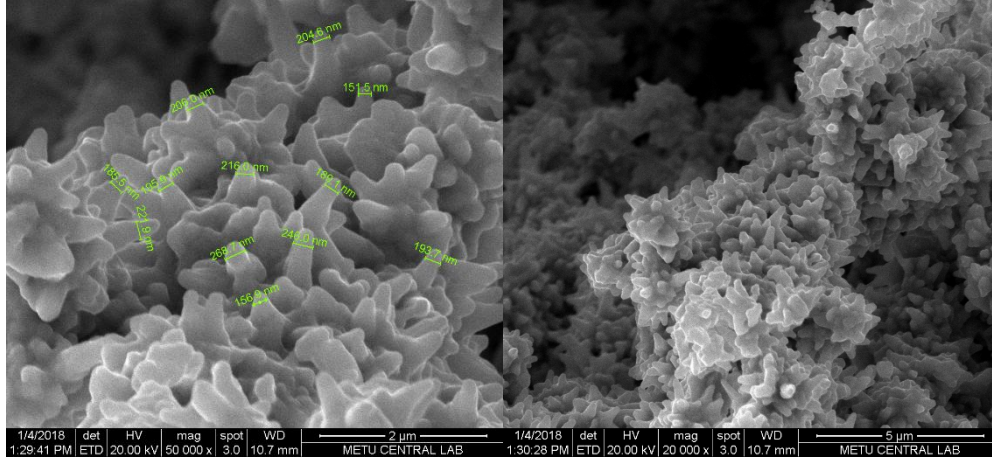
Şekil 3.1. NaOH ile pH 10,5 Etkisinin Farklı Büyütmelerdeki Görüntüsü



Şekil 3.2. NaOH ile pH 12,0 Etkisinin Farklı Büyütmelerdeki Görüntüsü



Şekil 3.3. NH₄OH ile pH 10,5 Etkisinin Farklı Büyütmelerdeki Görüntüsü

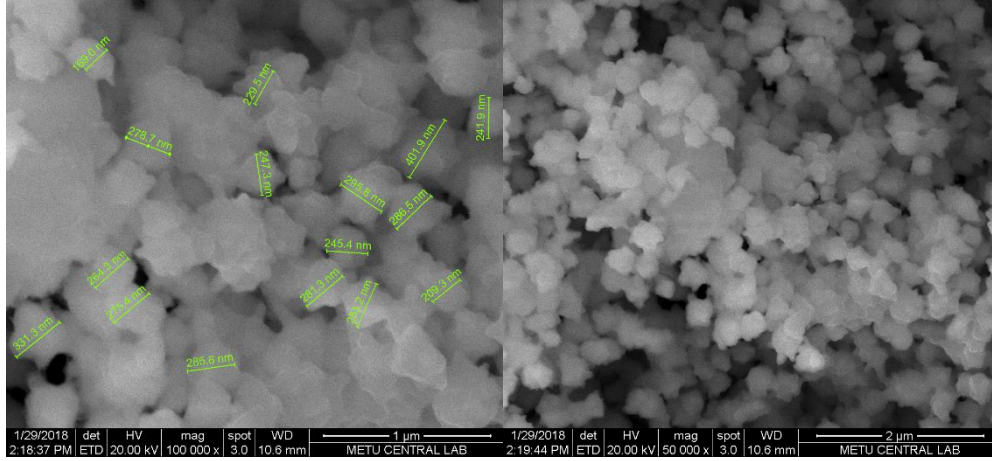


Şekil 3.4. NH_4OH ile pH 12,0 Etkisinin Farklı Büyütmelerdeki Görüntüsü

pH 12,00' de SEM analizinde 160-265 nm nikel küre benzeri nanoparçacıkları gözlemlendi. Ancak bu küre benzeri nano parçacıklarda çok yüksek oranda yapışma belirlenmiştir. Hem NaOH hem de NH_4OH eklenen deneylerde pH'nın artması ile nanoparçacık boyutu artmıştır.

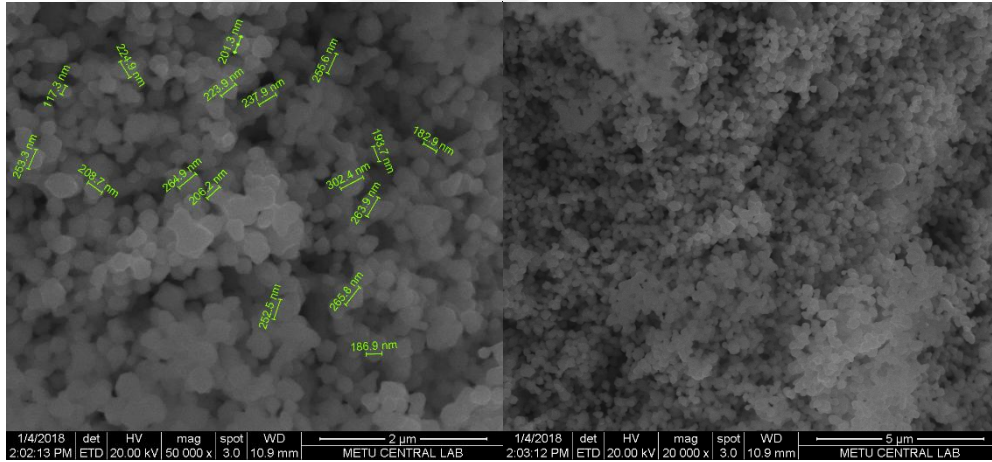
3.1.2. Nikel(II) Klorür Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Sıcaklık Etkisi

NiCl_2 'ye sıcaklığın etkisini incelemek amacıyla Bölüm 2.4.2' de anlatıldığı gibi deneyler yapıldı. Elde edilen SEM görüntüleri Şekil 3.5 ve Şekil 3.6' da verildi. NiCl_2 ile sıcaklık çalışmasında nano parçacıklarda tam olarak diken şekli gözlenmemekle birlikte, $T = 110^\circ \text{C}$ ' de kürelerin diken olmaya başladığı fakat yapıda tamamen yapışma olduğu gözlemlendi ve Şekil 3.5' de gösterildi. Sıcaklığın 170°C ' ye yükselmesiyle partiküllerde küre oluşumunun netleşmesi ile yapışma gözlemlendi ve Şekil 3.6' da verildi.



Şekil 3.5. 110°C' de Isıtılmış NiCl_2 'nin Farklı Büyütmelerdeki SEM Görüntüsü

Otoklavda ısıtma sıcaklığı 120° C' de 169 – 402 nm küresel benzeri şekillerden oluşan nikel nanoparçacıklar elde edilmiştir. Ancak parçacıklarda yüksek oranda yapışma gözlenmiştir.

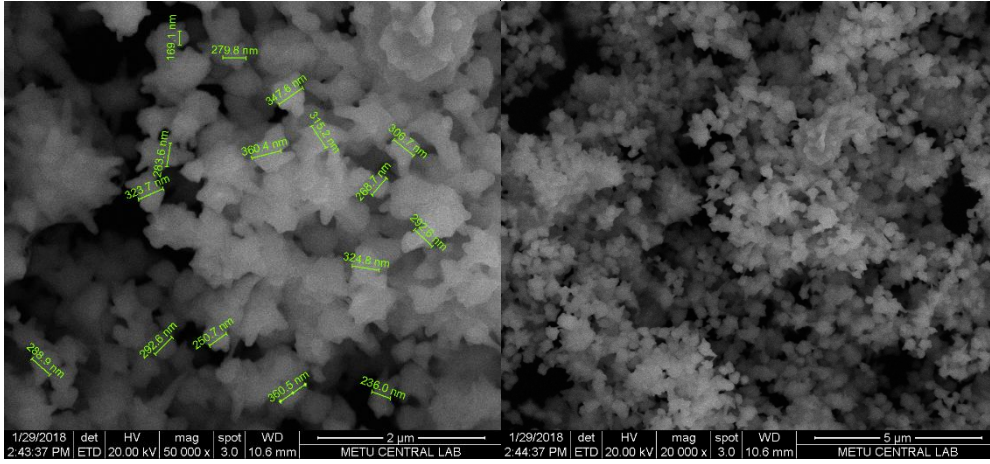


Şekil 3.6. 170°C' de Isıtılmış NiCl_2 'nin Farklı Büyütmelerdeki SEM Görüntüsü

Otoklavda ısıtma sıcaklığı 170° C' de 117 – 302 nm küresel benzeri şekillerden oluşan nikel nanoparçacıklar elde edilmiştir. Ancak parçacıklarda yüksek oranda yapışma gözlenmiştir.

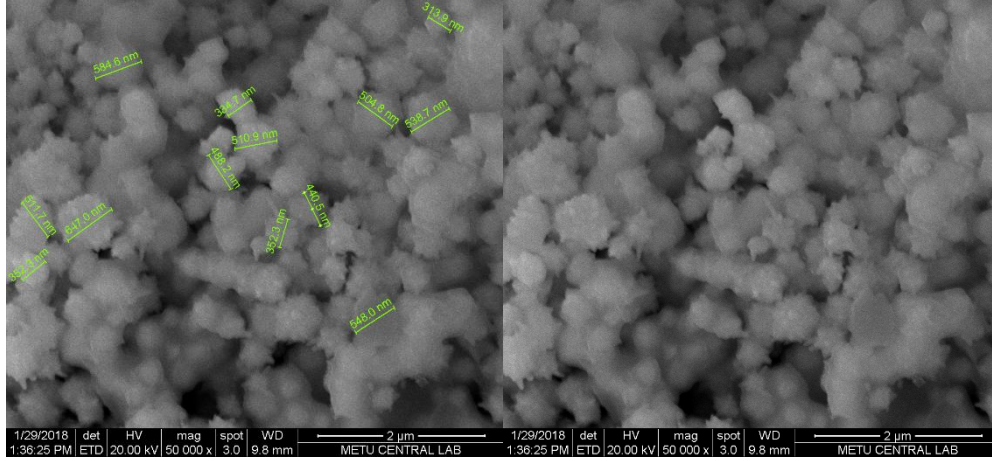
3.1.3. Nikel(II) Klorür Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Otoklav Süresinin Etkisi

NiCl_2 'ye zamanın etkisini incelemek amacıyla Bölüm 2.4.3' de anlatıldığı gibi deneyler yapıldı. Elde edilen SEM görüntüleri Şekil 3.7 ve Şekil 3.8' de verildi. NiCl_2 ile zaman çalışmasında nano parçacıkların tam olarak diken şekli olmamakla birlikte optimuma yaklaştığı $t = 40$ saat bulundu ve Şekil 3.8' de gösterildi.



Şekil 3.7. 10 Saat Isıtılan NiCl_2 'nin Farklı Büyütmelerdeki SEM Görüntüsü

150 °C ve 10 saat otoklavda ısıtma süresinde 170 – 360 nm küreselden diken şekline dönüş başlangıcı olan nikel nanoparçacıklar elde edilmiştir. Ancak parçacıklarda aglomerasyon çok fazladır.

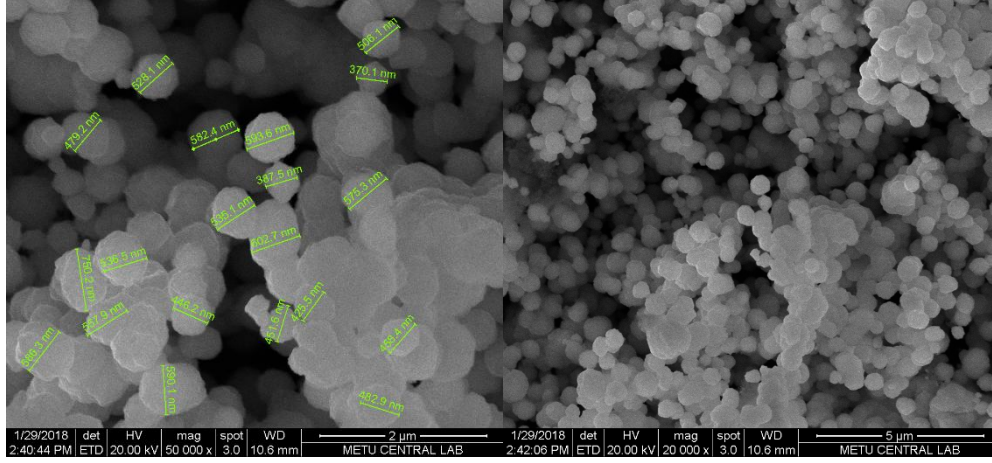


Şekil 3.8. 40 Saat Isıtılan NiCl_2 'nin Farklı Büyütmelerdeki SEM Görüntüsü

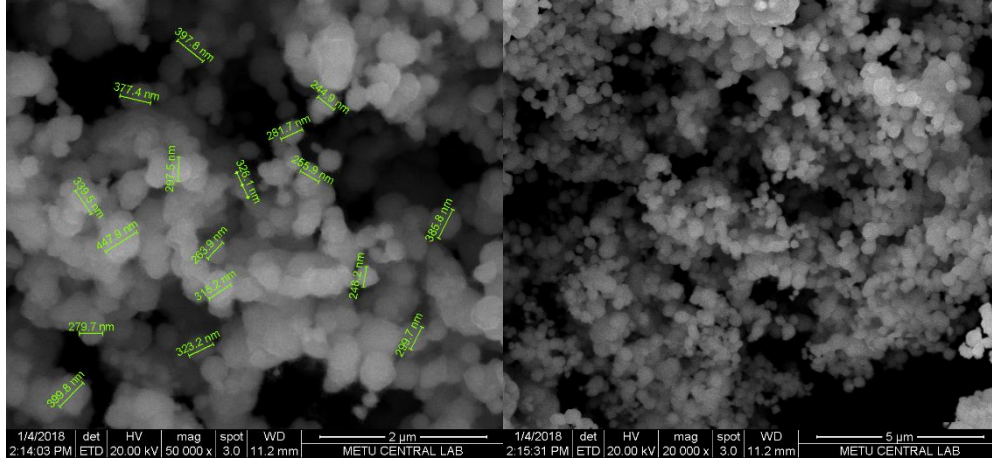
150 °C ve 40 saat otoklavda ısıtma süresinde 300 – 600 nm küreselden diken şekline dönüş başlangıcı olan nikel nanoparçacıklar elde edilmiştir. Ancak parçacıklarda yüksek oranda yapışma gözlenmiştir.

3.1.4. Nikel(II) Klorür Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Hidrazin Etkisi

NiCl_2 ' ye hidrazin etkisini incelemek amacıyla Bölüm 2.4.4' de anlatıldığı gibi deneyler yapıldı. Elde edilen SEM görüntüleri Şekil 3.9; Şekil 3.10; Şekil 3.11 ve Şekil 3.12' de verildi. NiCl_2 ile N_2H_4 etkileşiminde, N_2H_4 için yapılan hacim çalışmalarında istenilen diken şekli için optimum şartlar sağlanamamış ve diken şekli elde edilememiştir.



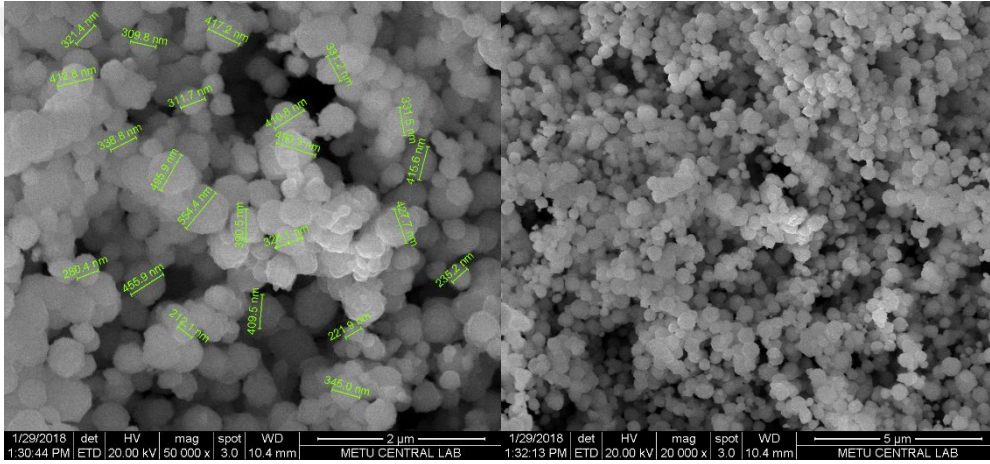
Şekil 3.9. 2 mL Hidrazin Miktarının Farklı Büyütmelerdeki SEM Görüntüleri



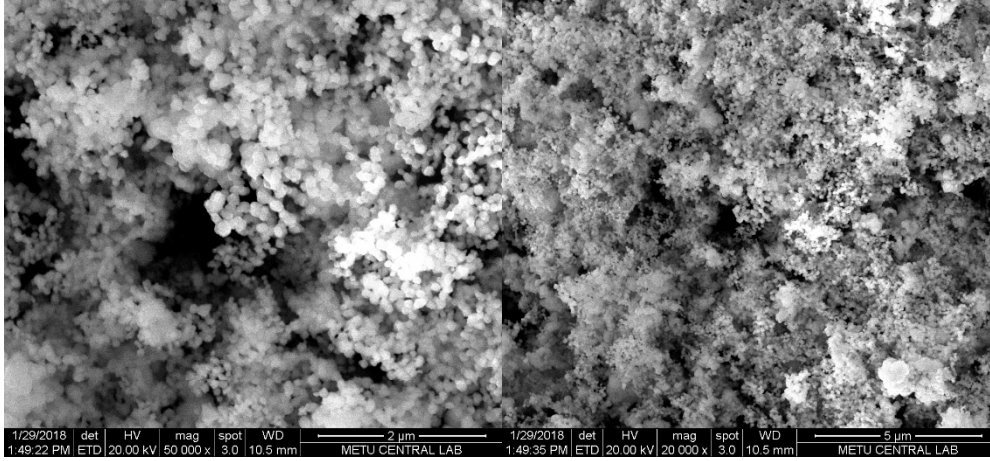
Şekil 3.10. 5 mL Hidrazin Miktarının Farklı Büyütmelerdeki SEM Görüntüleri

3.1.5. Nikel(II) Klorür Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine HTAB Etkisi

NiCl_2 ' ye HTAB etkisini incelemek amacıyla Bölüm 2.4.5' de anlatıldığı gibi deneyler yapıldı. Elde edilen SEM görüntüleri Şekil 3.13' verildi. NiCl_2 ile HTAB etkileşiminde partiküllerde diken yapısı görülmedi. HTAB hacmi artırıldıkça partiküllerdeki küre yapısı değişmez iken tanecik boyutlarında küçülme gözlemlendi. Tüm miktar çalışmalarında nano küreler oluştu ve Şekil 3.13' de gösterildi.



Şekil 3.13. 1 mL HTAB'ın Farklı Büyütmelerdeki SEM Görüntüleri



Şekil 3.14. 3 mL HTAB'ın Farklı Büyütmelerdeki SEM Görüntüleri

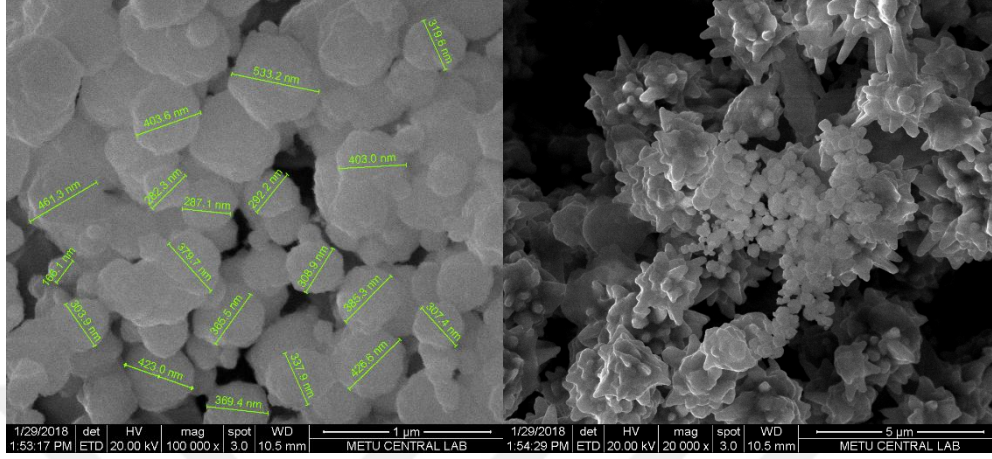
Surfaktan olarak kullanılan HTAB miktarı 1 mL iken parçacık boyutu 235 – 550 nm dir. Parçacıklar küresel ancak parçacıklarda yapışma belirlenmiştir. HTAB miktarı 3 mL iken parçacık boyutu 46 – 137 nm dir. Ancak parçacıklarda yapışmalar gözlenmiştir. HTAB miktarı artması ile parçacık boyutunda azalma gözlenmiştir [86].

3.2. Nikel(II) Sülfat Hekzahidrat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi İçin Yapılan Çalışmalar

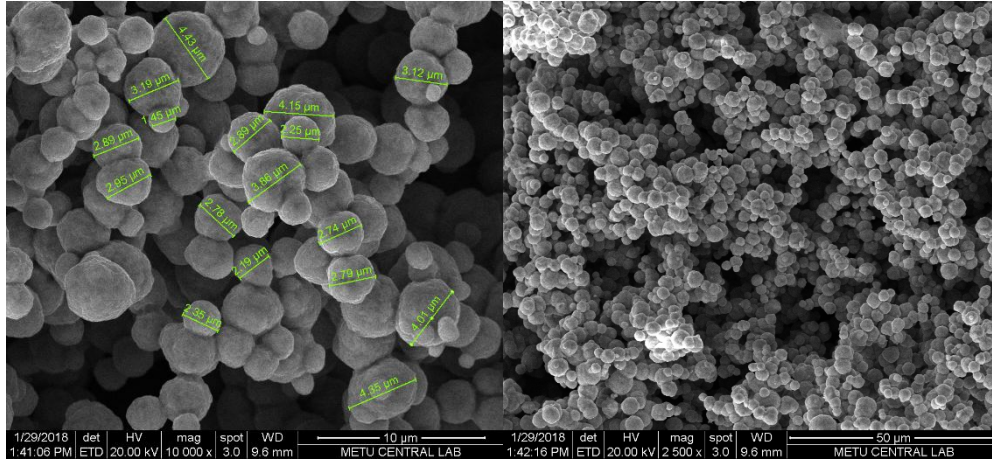
3.2.1. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Poli(EtilenGlikol) Etkisi

NiSO_4 e PEG etkisini incelemek amacıyla Bölüm 2.5.1' de anlatıldığı gibi deneyler yapıldı. Elde edilen SEM görüntüleri Şekil 3.14; Şekil 3.15 ve Şekil 3.16' da verildi. NiSO_4 ile yapılan PEG çalışmasında nano parçacıkların minimum PEG miktarında diken şekli ve benzer küresel oldukları gözlemlendi ve Şekil 3.14' de verildi.

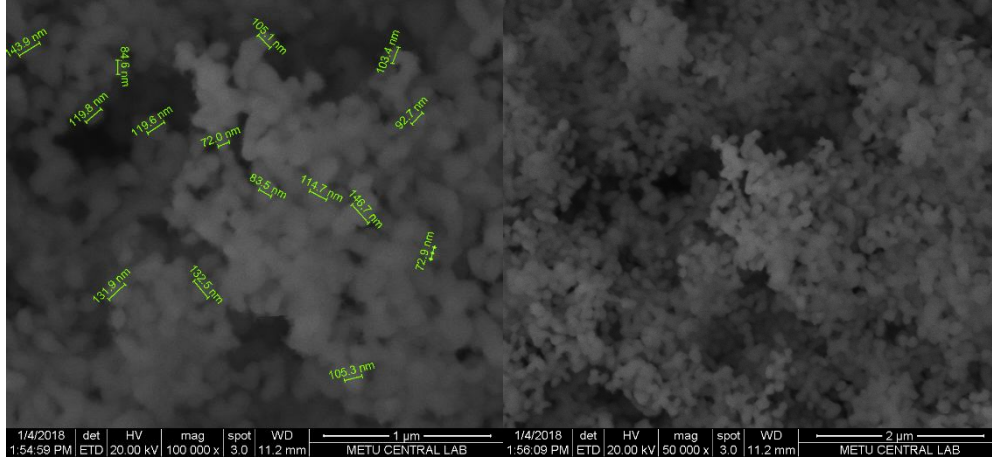
NiCl₂ ile yapılan PEG çalışmasında ise minimum seviyede PEG kullanıldı ve optimum koşulları sağlamadığı Şekil 3.16'da gösterildi.



Şekil 3.15. 2 mL PEG Miktarının NiSO₄ Üzerine Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri



Şekil 3.16. 3 mL PEG Miktarının NiSO₄ Üzerine Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri

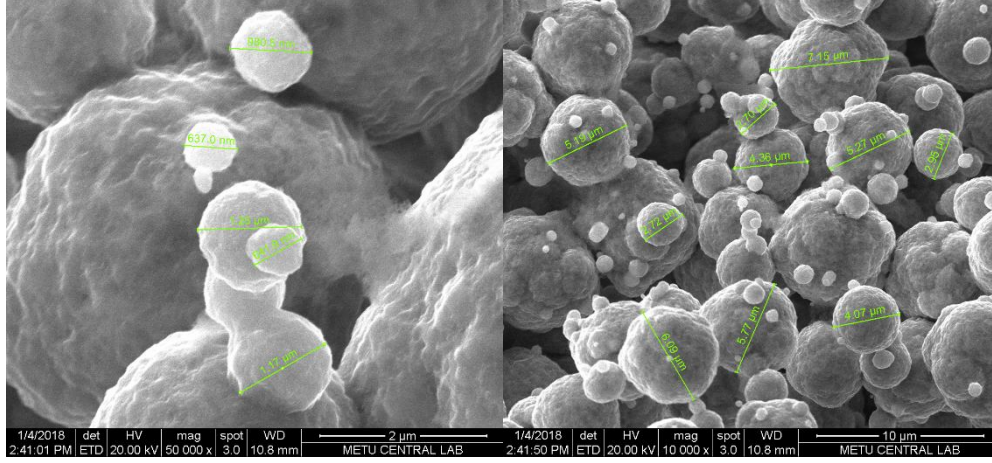


Şekil 3.17. 1 mL PEG Miktarının NiCl_2 Üzerine Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri

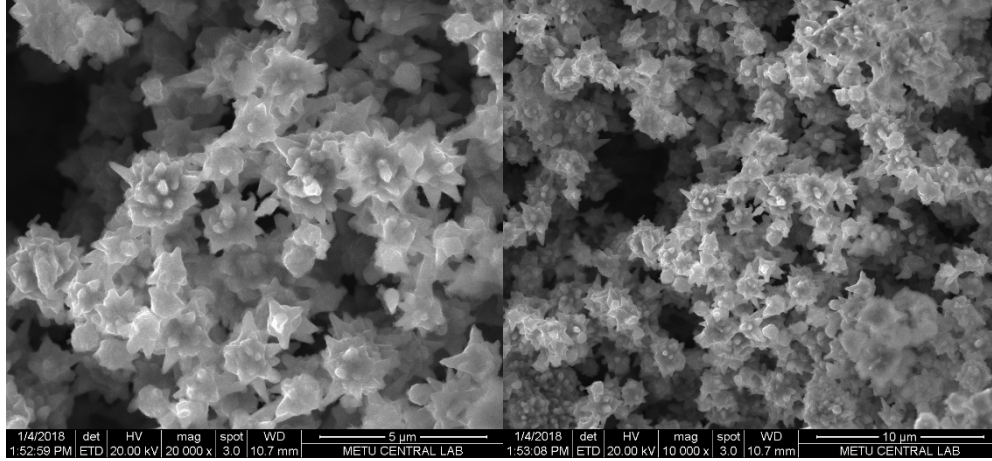
Surfaktan olarak kullanılan PEG miktarı 1 mL iken parçacık boyutu 70 – 150 nm dir. Parçacıklar küresel ancak parçacıklarda oldukça çok yapışma belirlenmiştir. PEG miktarı 3mL iken parçacık boyutu 1000 – 4000 nm dir. Ancak parçacıklarda kısmen yapışmalar gözlenmiştir. PEG miktarı artması ile parçacık boyutunda azalma gözlenmiştir.

3.2.2. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Etilendiamin Tetra Asetik Asit Etkisi

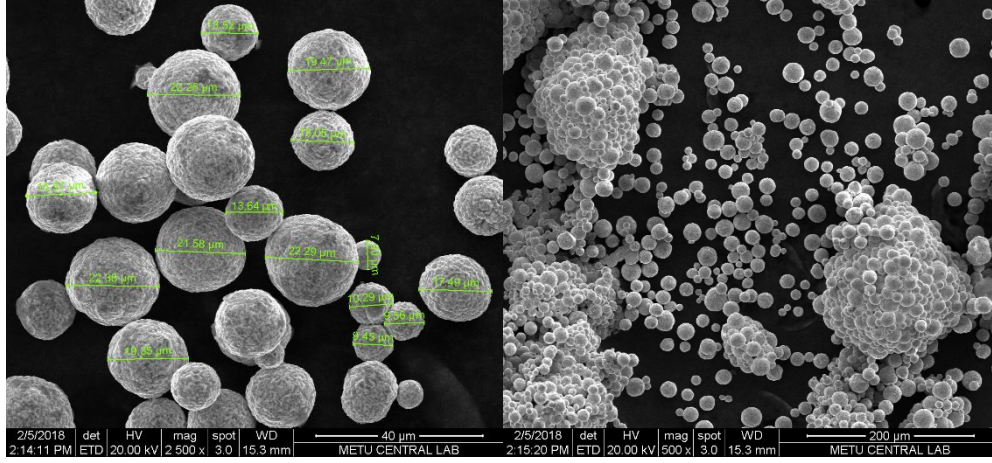
NiSO_4 ’ e EDTA etkisini incelemek amacıyla Bölüm 2.5.2’ de anlatıldığı gibi deneyler yapıldı. Elde edilen SEM görüntüleri Şekil 3.17; Şekil 3.18; Şekil 3.19; Şekil 3.20 ve Şekil 3.21’ de verildi. NiSO_4 ile yapılan EDTA çalışmasında periyodik olarak artırılan EDTA miktarlarında optimum koşulların 30 mL EDTA ile sağlandığı bulunmuş ve Şekil 3.20’ de gösterilmiştir.



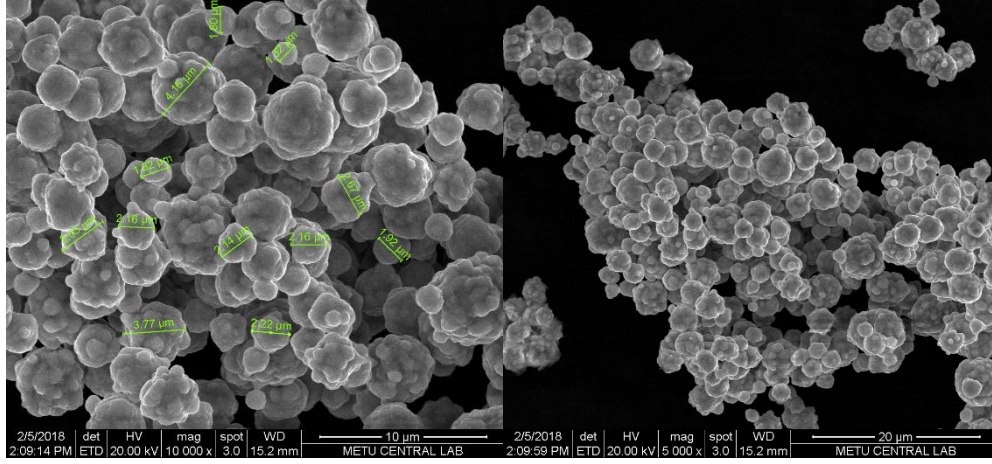
Şekil 3.20. 20 mL EDTA Miktarının NiSO_4 Üzerindeki Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri



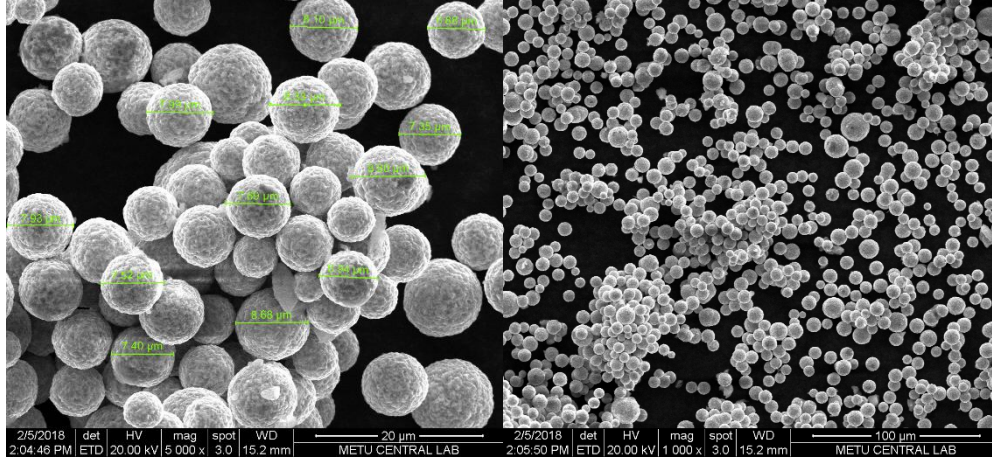
Şekil 3.21. 30 mL EDTA Miktarının NiSO_4 Üzerindeki Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri



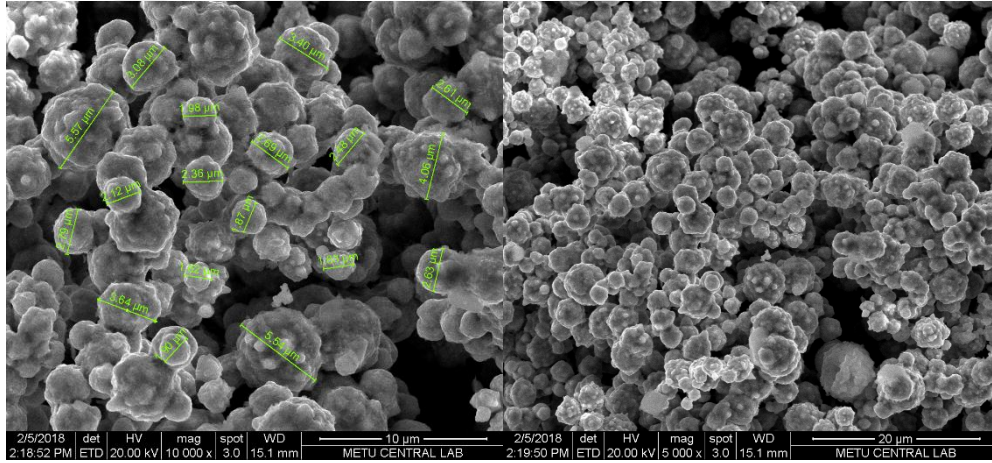
Şekil 3.23. 5 mL Oksalik Asit Miktarının Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri



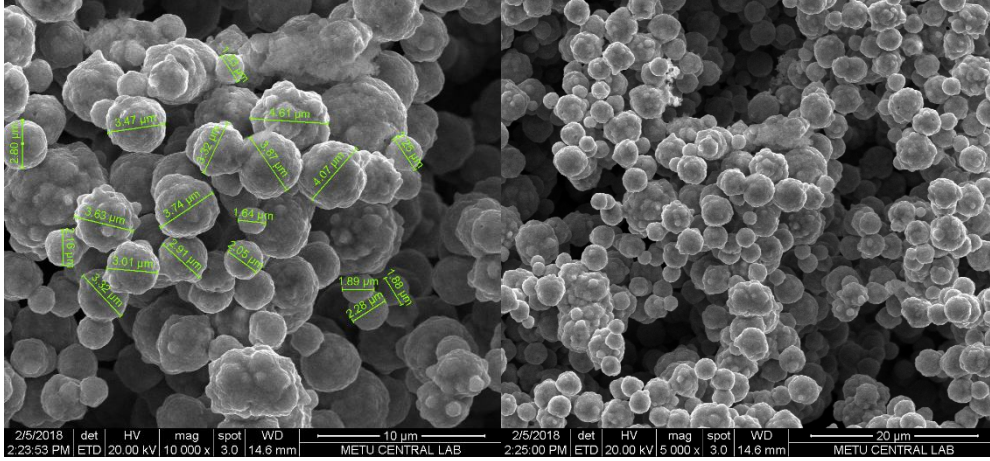
Şekil 3.24. 10 mL Oksalik Asit Miktarının Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri



Şekil 3.25. 20 mL Oksalik Asit Miktarının Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri



Şekil 3.26. 30 mL Oksalik Asit Miktarının Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri

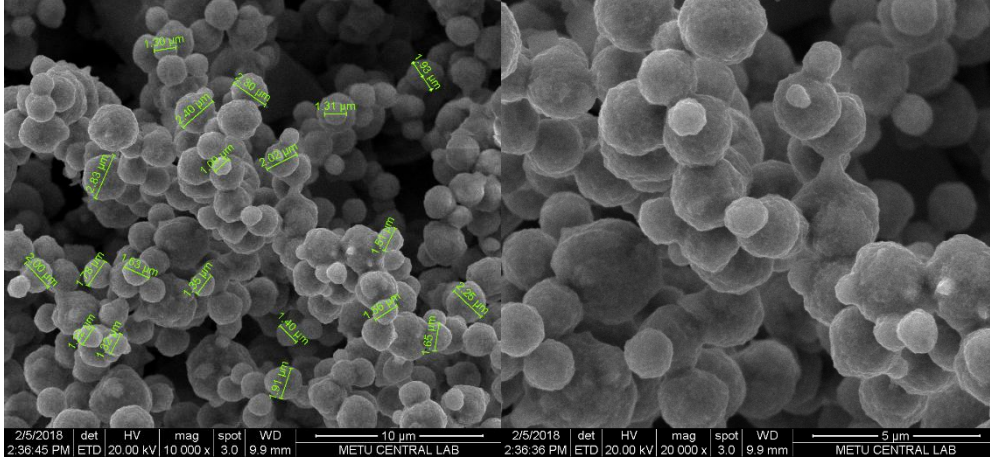


Şekil 3.27. 40 mL Oksalik Asit Miktarının Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri

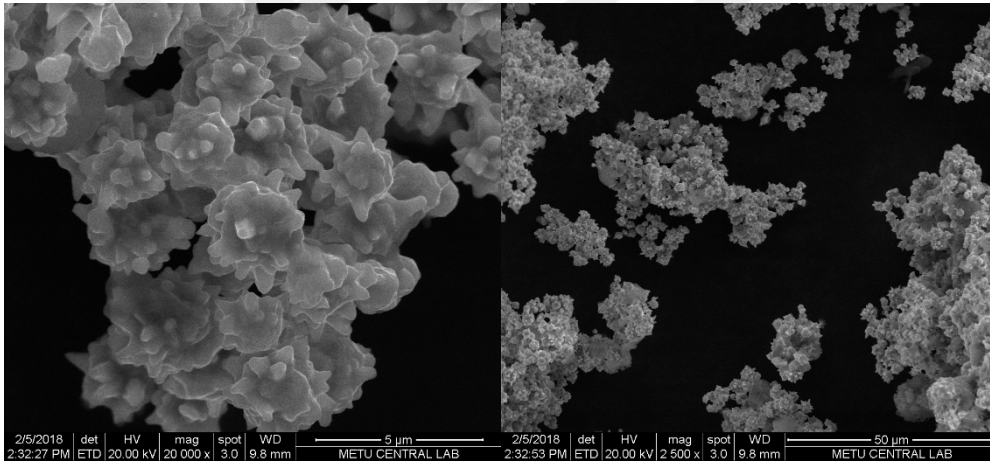
Surfaktan olarak kullanılan oksalik asit miktarı 5 mL iken parçacık boyutu 10 – 20 μm dir ve parçacıklar küreseldir. Ancak parçacıklarda yapışma belirlenmiştir. Oksalik asit miktarı 60 mL iken küresel- diken şekilli parçacık boyutu 1 – 4 μm dir. Ancak parçacıklarda kısmen yapışmalar gözlenmiştir. Oksalik asit miktarı artması ile parçacık boyutunda önemli bir değişim gözlenmemiştir.

3.2.4. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Sodyum Asetat Trihidrat Etkisi

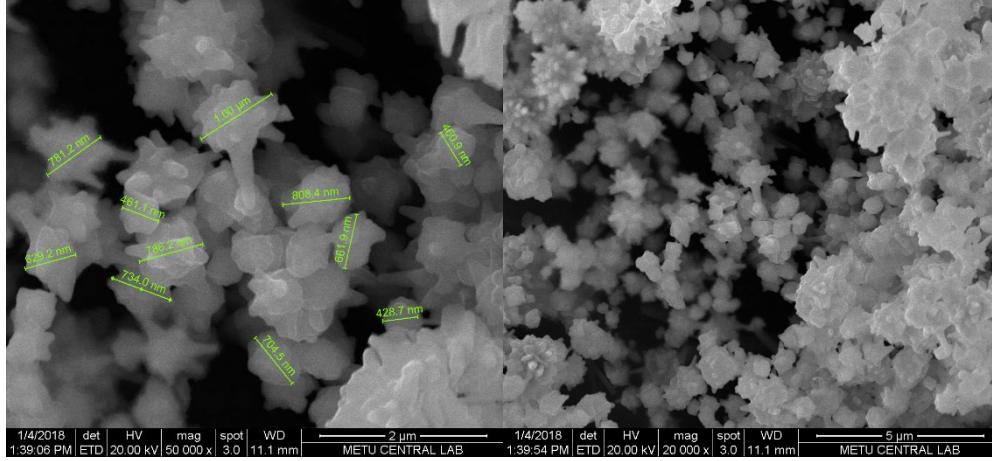
NiSO_4 ’ e SAT etkisini incelemek amacıyla Bölüm 2.5.4’ de anlatıldığı gibi deneyler yapıldı. Elde edilen SEM görüntüleri Şekil 3.27; Şekil 3.28; Şekil 3.29 ve Şekil 3.30’ da verildi. NiSO_4 ile yapılan SAT çalışmasında optimum koşulların 60 mL SAT ile sağlandığı saptanmış ve Şekil 3.30’ da gösterilmiştir.



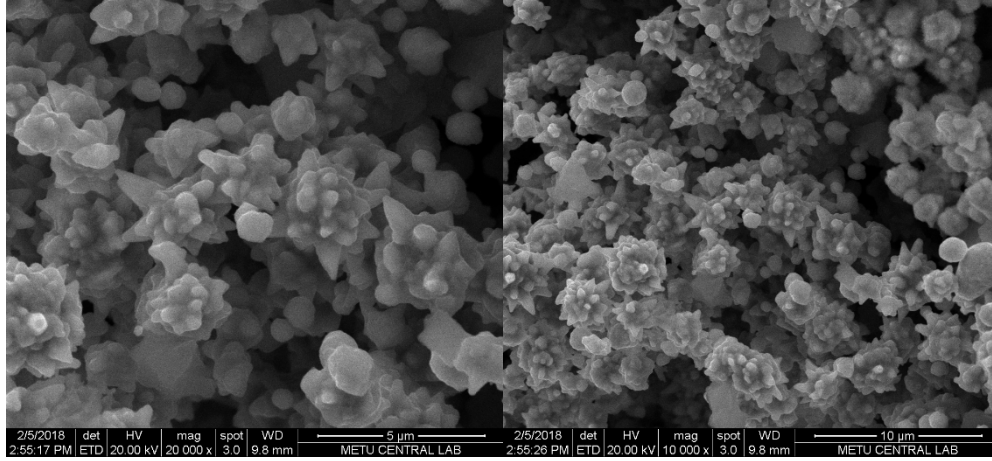
Şekil 3.28. 10 mL SAT Miktarının $\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ Üzerine Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri



Şekil 3.29. 20 mL SAT Miktarının Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri



Şekil 3.30. 30 mL SAT Miktarının Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri

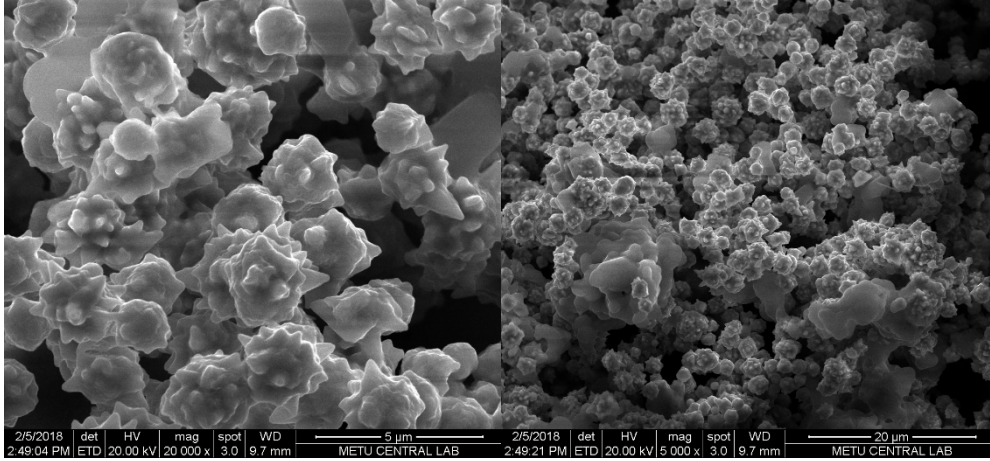


Şekil 3.31. 60 mL SAT Miktarının Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri

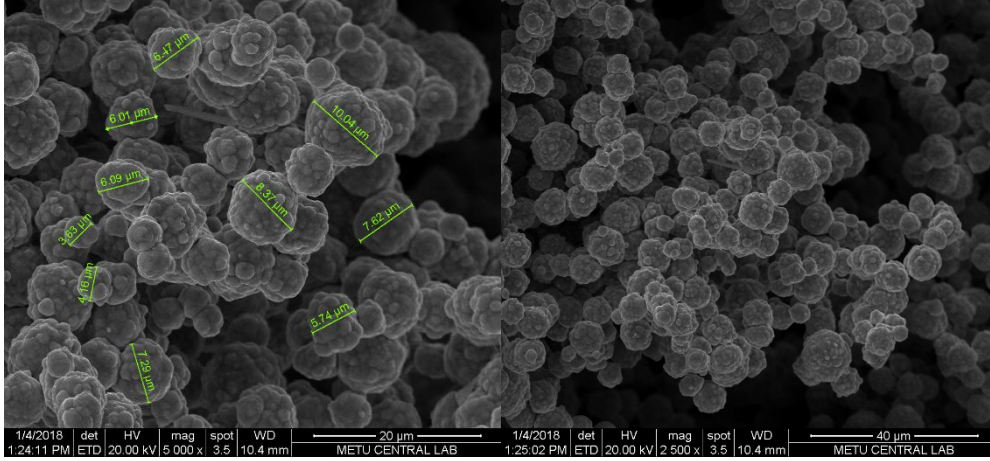
Surfaktan olarak kullanılan sodyum asetat miktarı 5 mL iken parçacık boyutu 1 – 2 μm dir. Parçacıklar küreselden diken şekline dönüş başlamıştır. Ancak parçacıklarda yapışma belirlenmiştir. Sodyum asetat miktarı 60 mL iken diken parçacık boyutu 1 – 2 μm dir. Ancak parçacıklarda kısmen yapışmalar gözlenmiştir. Sodyum asetat miktarı artması ile parçacık boyutunda önemli bir değişim gözlenmemiştir [88].

3.2.5. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine HTAB Etkisi

NiSO_4 e HTAB etkisini incelemek amacıyla Bölüm 2.5.5' de anlatıldığı gibi deneyler yapıldı. Elde edilen SEM görüntüleri Şekil 3.31; Şekil 3.32; Şekil 3.33; Şekil 3.34; Şekil 3.35 ve Şekil 3.36' da verildi. NiSO_4 ile HTAB çalışmasında minimum miktarda HTAB kullanıldığında nano parçacıkların diken görünümü almaya başladığı, ancak tam oluşmadığından ve yapışık olduğundan optimum değer bulunmamıştır. Fakat HTAB hacmi sabit tutulup ısı aldığı zaman aralıkları değiştirildiğinde optimum hacmin 40mL HTAB ve zamanın $t = 2$ saat olduğunda diken şekli aldığı bulundu ve Şekil 3.34' te gösterildi.

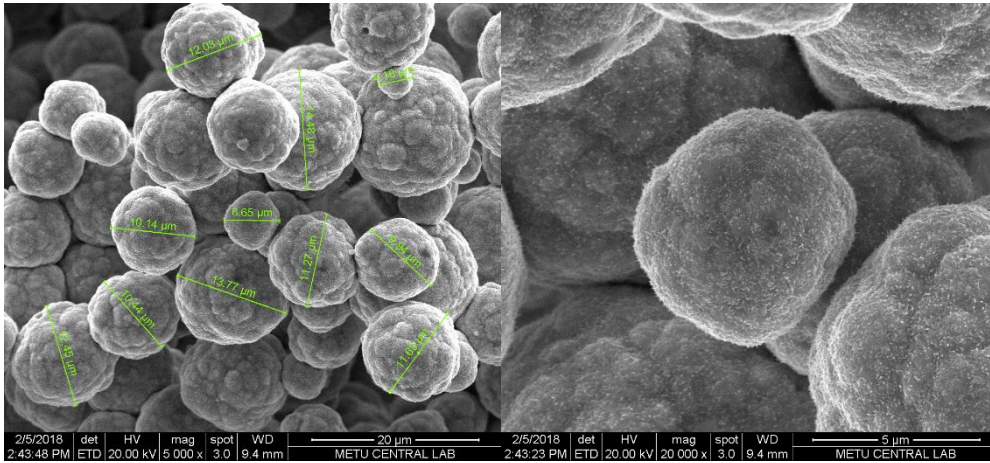


Şekil 3.32. 20 mL HTAB Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri

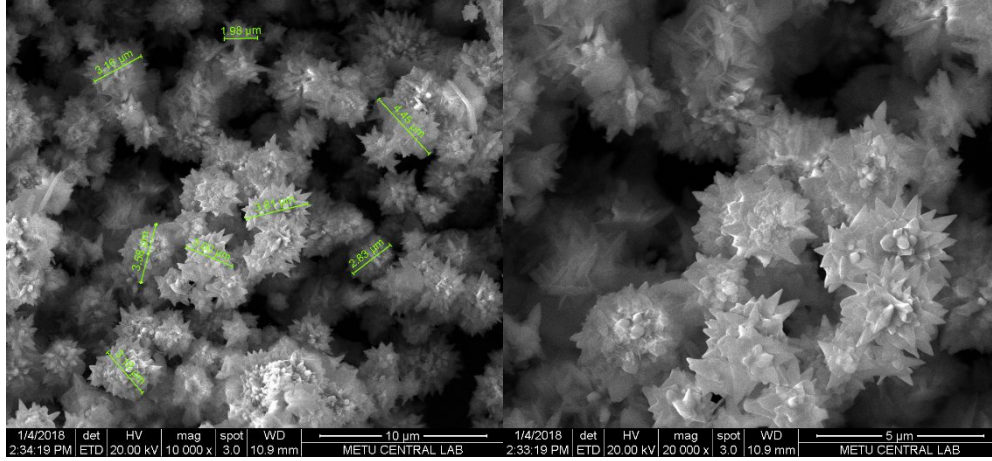


Şekil 3.33. 40 mL HTAB Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri

Surfaktan olarak kullanılan HTAB miktarı 10 mL iken parçacık boyutu 1 – 4 μm dir. Parçacıklar küreselden diken şekline dönüş başlamıştır. Ancak parçacıklarda yapışma belirlenmiştir. HTAB miktarı 40 mL iken diken görünümlü parçacık boyutu 1 – 4 μm dir. HTAB miktarı artması ile parçacık boyutunda önemli bir değişim gözlenmemiştir.



Şekil 3.34. 40 mL Hacimde, 1 saat Isıtılarak HTAB Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri

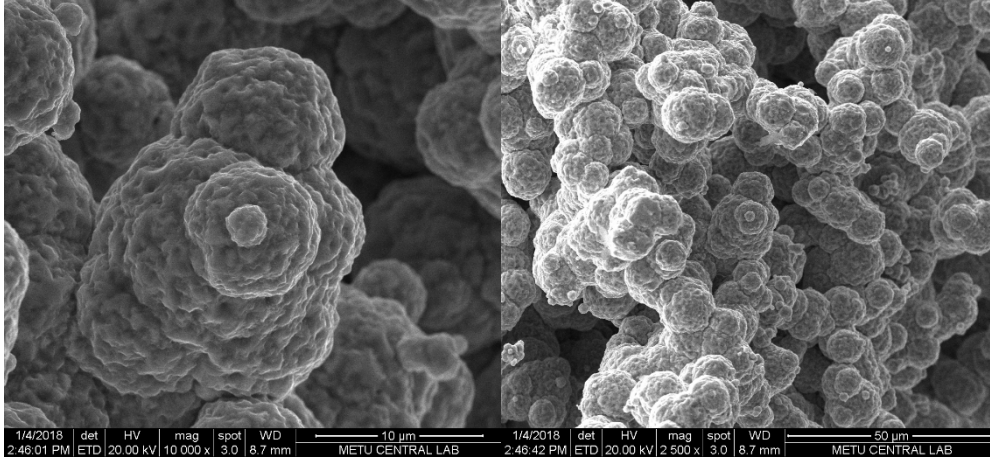


Şekil 3.37. 40 mL Hacimde, 10 saat Isıtıldığında HTAB Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri

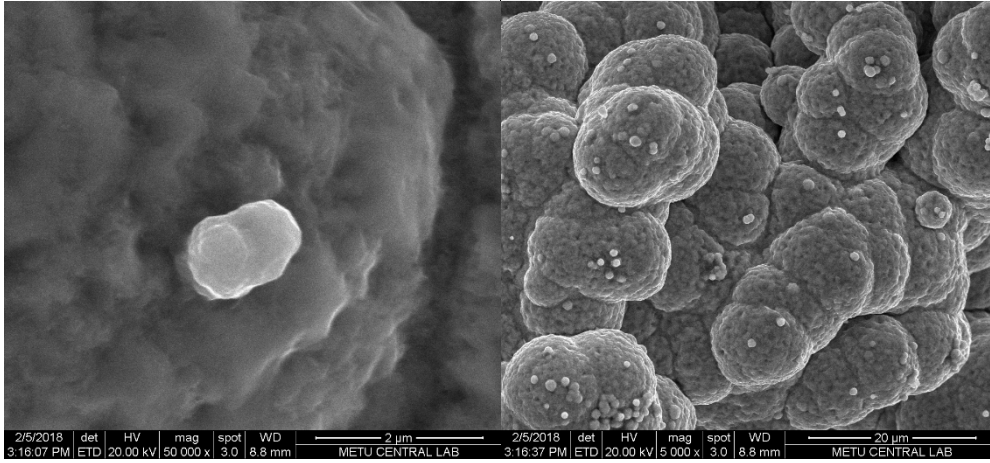
Surfaktan olarak kullanılan HTAB miktarı 40 mL ve otoklav ısıtma süresi 1 saat iken parçacık boyutu 1 – 3 µm dir. Parçacıklar diken görünümlüdür. HTAB miktarı 40 mL ve otoklav ısıtma süresi 10 saat iken parçacık boyutu 1 – 2 µm dir. Ancak diken şeklinde bozulmalar başlamıştır. HTAB miktarı artması ile parçacık boyutunda önemli bir değişim gözlenmemiştir.

3.2.6. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Sodyum Klorür Etkisi

NiSO_4 ’ e NaCl etkisini incelemek amacıyla Bölüm 2.5.6’ da anlatıldığı gibi deneyler yapıldı. Elde edilen SEM görüntüleri Şekil 3.37; Şekil 3.38; Şekil 3.39 ve Şekil 3.40’ da verildi. NiSO_4 ile NaCl çalışmasında oluşan nano parçacıkların küre şeklinde olduğu saptanmış ve diken görünümüne yatkınlık gözlemlenmemiştir.



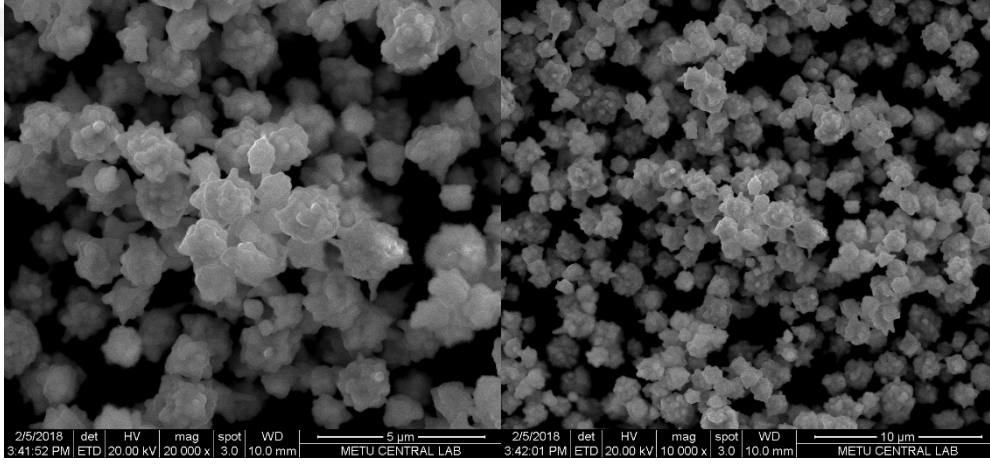
Şekil 3.38. 1 mL NaCl Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri



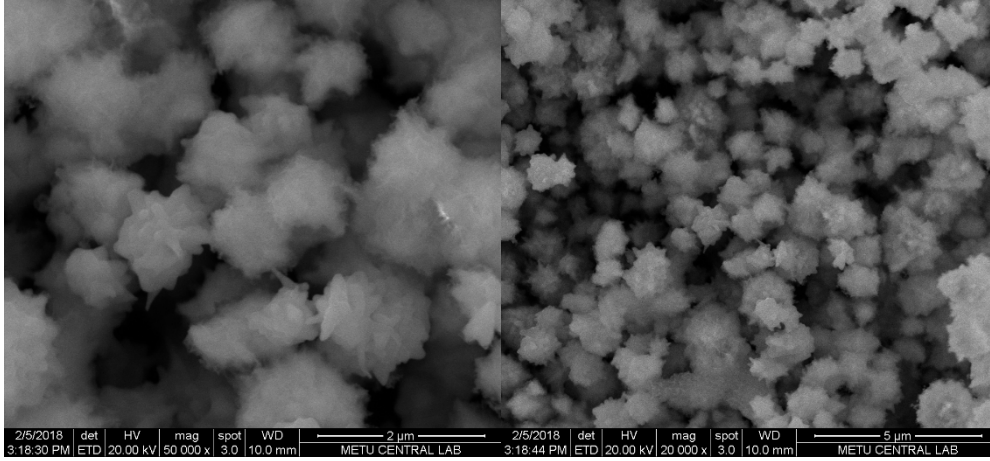
Şekil 3.39. 10 mL NaCl Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri

3.2.7. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Nikel(II) Sülfat Hekzahidrat Derişiminin Tepkimeye Etkisi

NiSO₄ derişiminin etkisini incelemek amacıyla Bölüm 2.5.7' de anlatıldığı gibi deneyler yapıldı. Elde edilen SEM görüntüleri Şekil 3.41 ve Şekil 3.42' de verildi. NiSO₄ derişiminin nano parçacıklarda diken oluşumuna çok etkisi olmadığı, ancak maksimum seviyede kullanıldığında aglomerasyon az olduğu Şekil 3.41' de, minimum seviyede kullanıldığında aglomerasyonun çok olduğu Şekil 3.42' de gösterilmiştir.



Şekil 3.42. 0,1 M NiSO₄ Derişiminin Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri



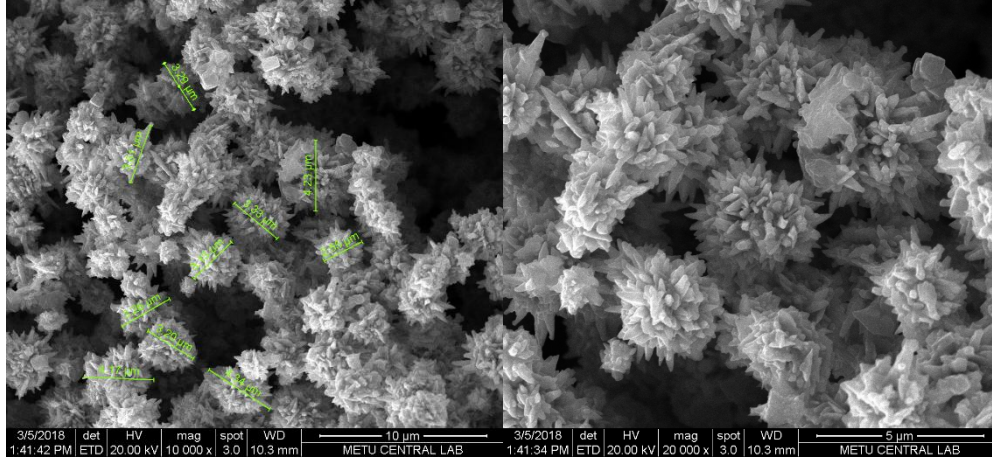
Şekil 3.43. 0,07 M NiSO₄ Derişiminin Etkisinin İncelendiğı SEM Görüntüleri

NiSO₄ Derişimi 0,2 M iken parçacık boyutu 2 – 4 µm dir. Parçacıklar diken şekline benzerdir. Ancak parçacıklarda oldukça çok yapışma belirlenmiştir. NiSO₄ Derişimi 0,05 M iken diken görünümlü parçacık boyutu 1 – 2 µm dir. Ancak parçacıklarda yapışma belirlenmiştir. NiSO₄ Derişiminin artması ile parçacık boyutunda önemli bir değışim gözlenmemiştir.

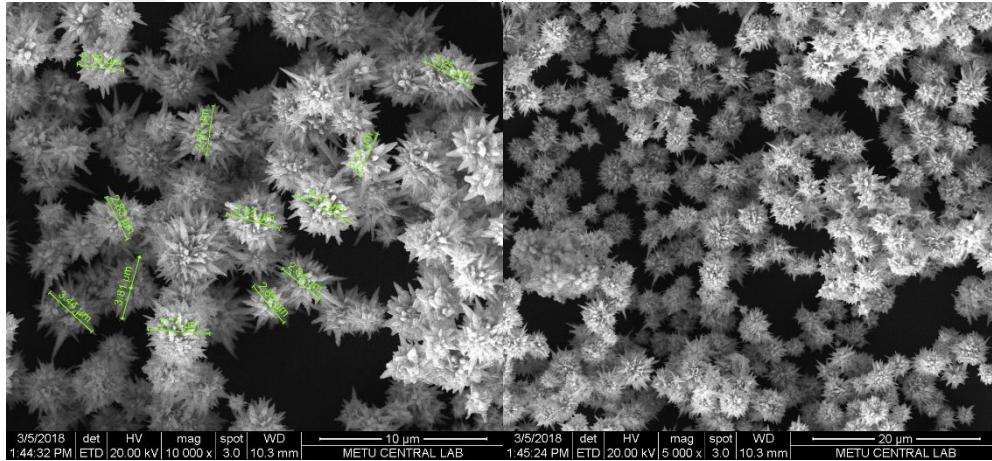
3.3. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullar İçin Yapılan Çalışmalar

3.3.1. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda Hidrazin Parametresinin Uygulamaları

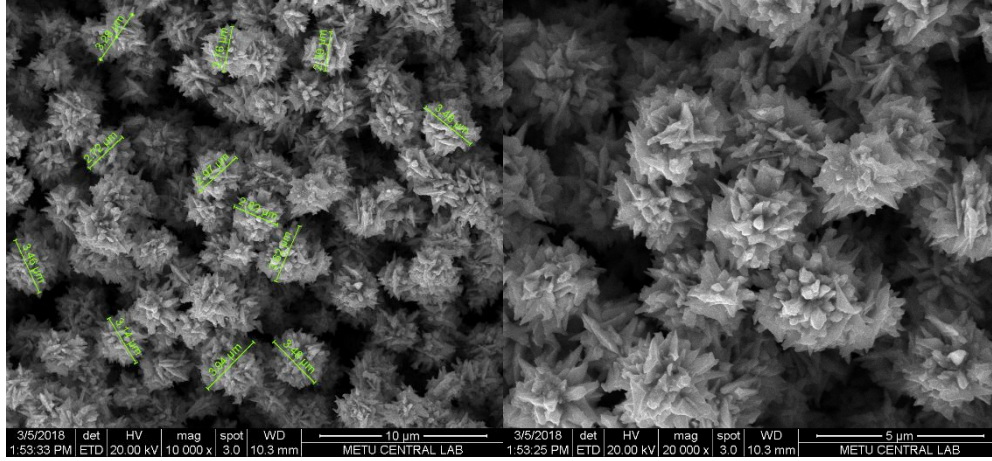
NiSO₄' e N₂H₄ etkisini incelemek amacıyla Bölüm 2.6.1' de anlatıldığı gibi deneyler yapıldı. Elde edilen SEM görüntüleri Şekil 3.43; Şekil 3.44; Şekil 3.45 ve Şekil 3.46' da verildi. Optimum koşullar sağlanarak yapılan N₂H₄ çalışmasında, optimum N₂H₄ miktarı 3 mL olarak saptanmış ve Şekil 3.44' te gösterilmiştir. (Optimum koşullar; sıcaklık: 120°C, zaman: 5 saat, derişim: 0,05M)



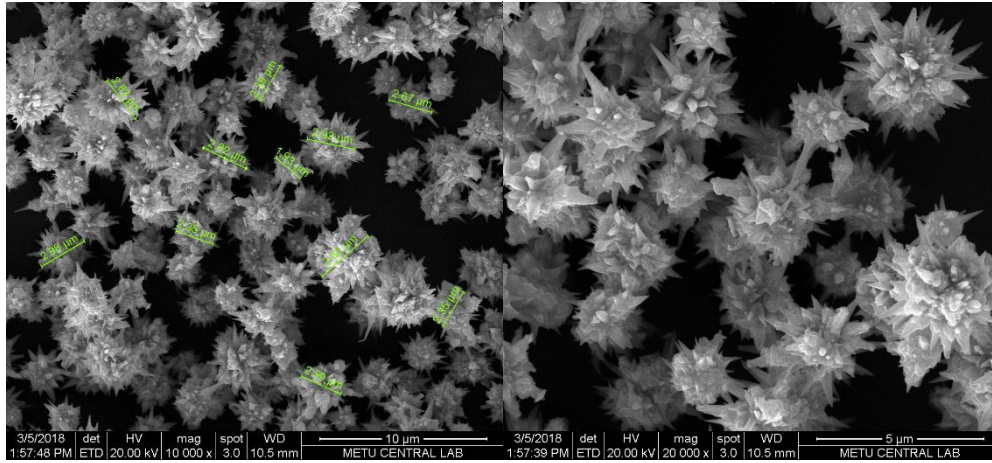
Şekil 3.44. Optimum Koşullarda, 2 mL N_2H_4 Miktarının Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri



Şekil 3.45. Optimum Koşullarda, 3 mL N_2H_4 Miktarının Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri



Şekil 3.46. Optimum Koşullarda, 5 mL N₂H₄ Miktarının Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri

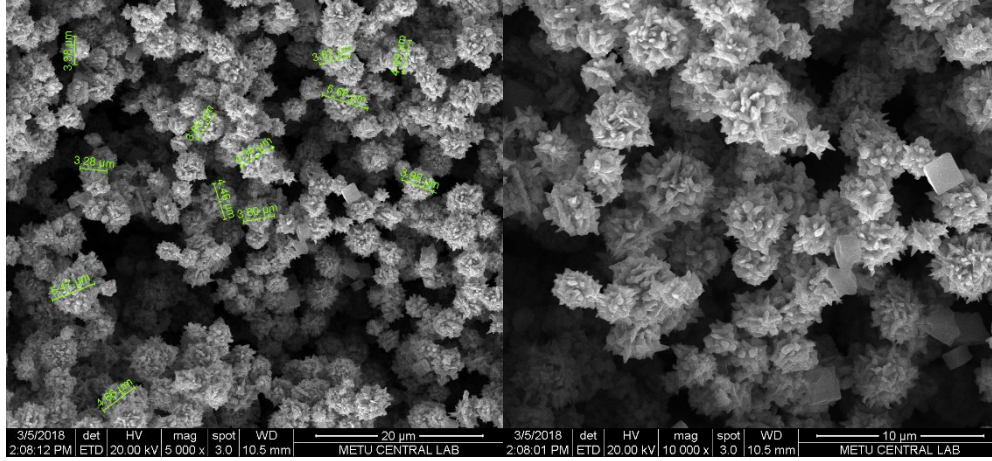


Şekil 3.47. Optimum Koşullarda, 10 mL N₂H₄ Miktarının Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri

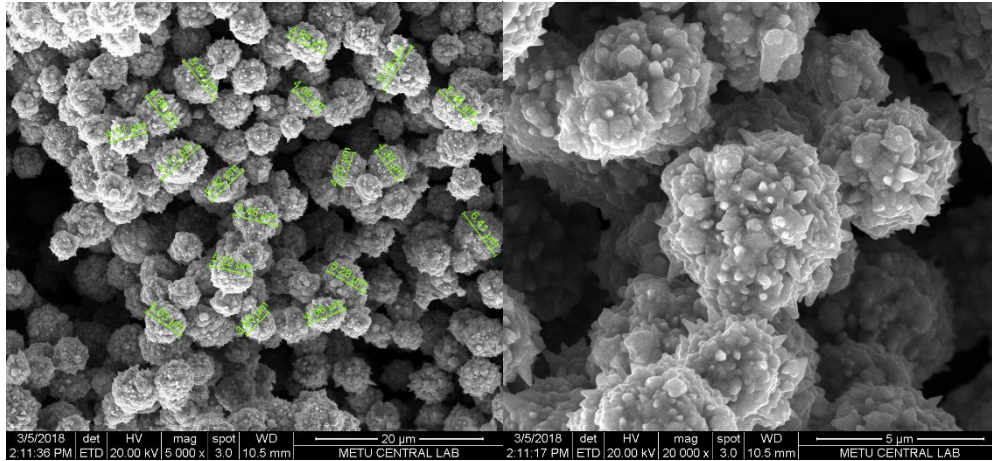
Hidrazin konsantrasyonu 2mL iken parçacık boyutu 3 – 4 µm dir. Parçacıklar düzgün diken görünümlüdür ve parçacıklarda çok az yapışma belirlenmiştir.

Hidrazin konsantrasyonu 10 mL iken parçacık boyutu 2 –3 µm dir.

Parçacıklar diken görümlü ve diken uzunluğu artmıştır. Hidrazin konsantrasyonunun artması ile parçacık boyutunda önemli bir etki gözlenmemesine rağmen diken uzunluğu artmıştır.



Şekil 3.49. Optimum Koşullarda, 140°C Sıcaklığın Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri

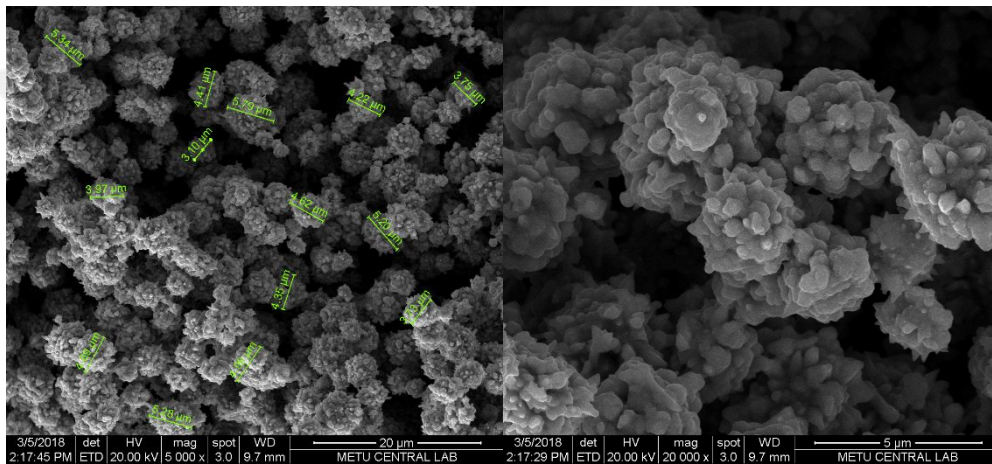


Şekil 3.50. Optimum Koşullarda, 160°C Sıcaklığın Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri

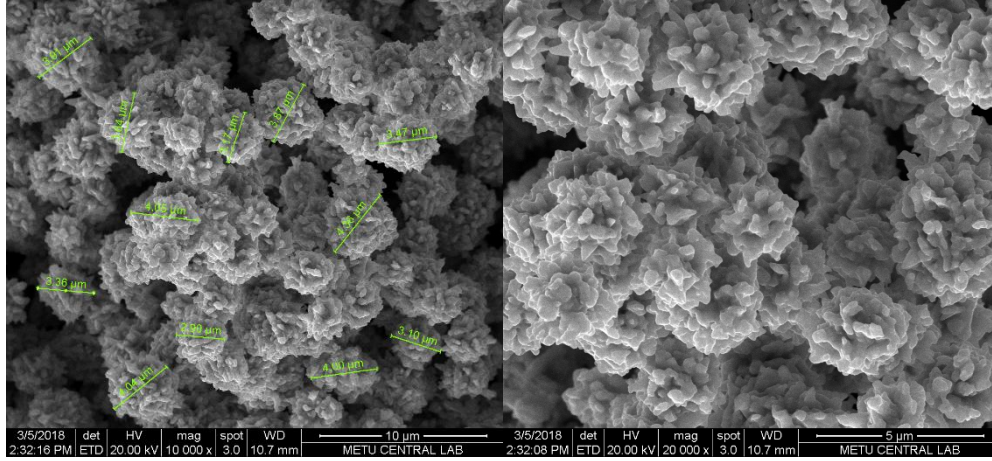
Otoklav sıcaklığı 120 °C iken parçacık boyutu 3 – 4 µm dir. Parçacıklar düzgün diken görünümlüdür ve parçacıklarda çok az yapışma belirlenmiştir.

Otoklav sıcaklığı 160 °C iken parçacık boyutu 2 –3 µm dir. Parçacıklar diken görünümlü ve diken uzunluğu artmıştır. Otoklav sıcaklığının artması ile parçacık boyutunda önemli bir etki gözlenmemesine rağmen diken uzunluğu artmıştır.

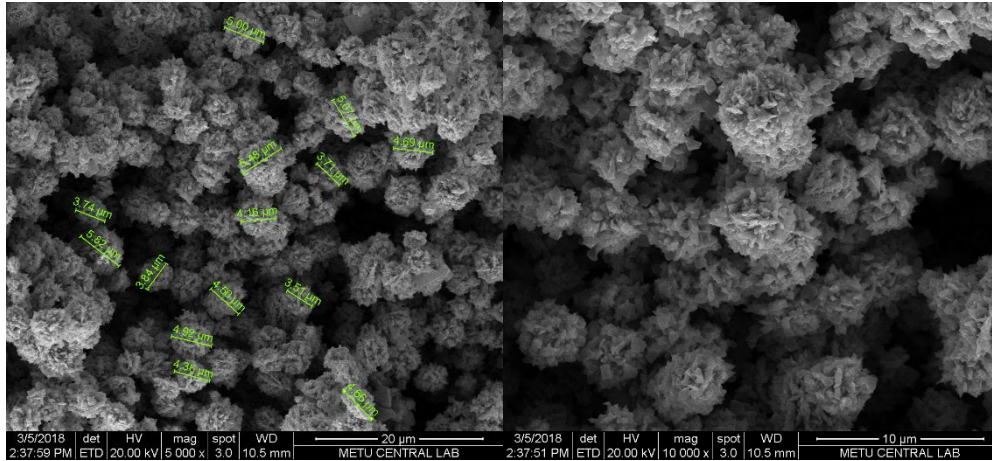
NiSO₄' ın zaman etkisini incelemek amacıyla Bölüm 2.6.3' de anlatıldığı gibi deneyler yapıldı. Elde edilen SEM görüntüleri Şekil 3.50; Şekil 3.51 ve Şekil 3.52' de verildi. Optimum koşullar sağlanarak yapılan NiSO₄ ile zaman çalışmasında nano parçacıkların yapışık olarak küreden dikene döndüğü gözlemlendi.(Optimum koşullar; hidrazin: 3 mL, sıcaklık: 120°C)



95



Şekil 3.52. Optimum Koşullarda, 10 saat Isıtılan NiSO_4 ' ın İncelendiği SEM Görüntüleri

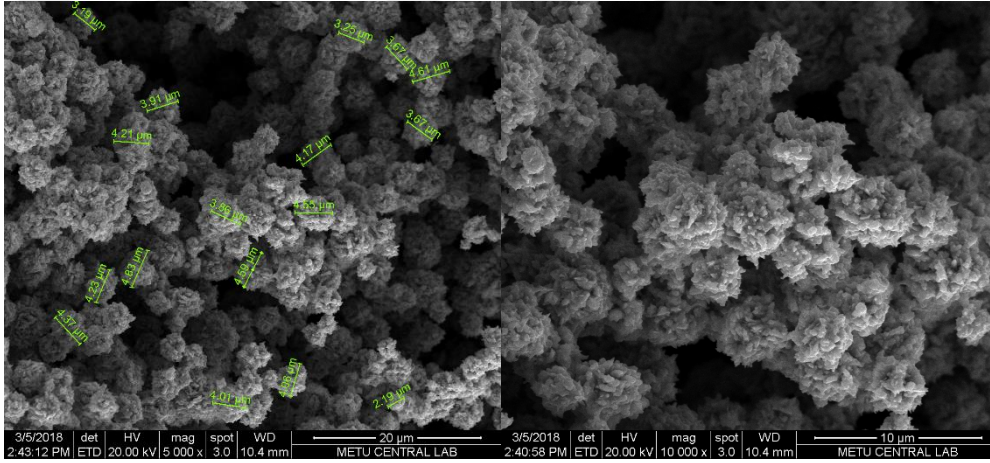


Şekil 3.53. Optimum Koşullarda, 15 saat Isıtılan NiSO_4 ' ın İncelendiği SEM Görüntüleri

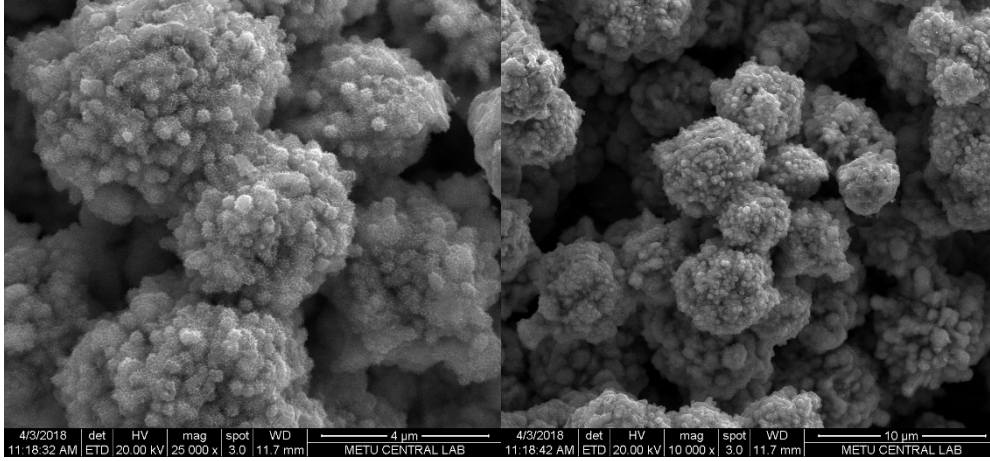
Otoklav ısıtma süresi 5 saat iken parçacık boyutu 3 – 4 μm dir. Parçacıklar düzgün diken görünümlüdür ve parçacıklarda çok az yapışma belirlenmiştir. Otoklav ısıtma süresi 15 saat iken parçacık boyutu 2 –3 μm dir. Parçacıklar diken görünümlü ve diken uzunluğu artmıştır. Otoklav ısıtma süresinin artması ile parçacık boyutunda önemli bir etki gözlenmemesine rağmen diken uzunluğu artmıştır.

3.3.4. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda NiSO₄ Derişim Parametresinin Uygulamaları

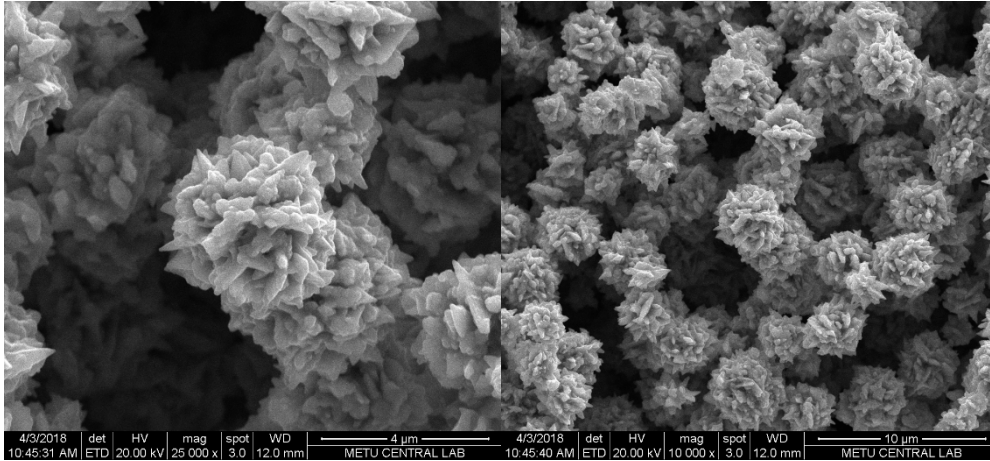
NiSO₄ derişiminin etkisini incelemek amacıyla Bölüm 2.6.4' de anlatıldığı gibi deneyler yapıldı. Elde edilen SEM görüntüleri Şekil 3.53; Şekil 3.54; Şekil 3.55; Şekil 3.56' da verildi. Optimum koşullar sağlanarak yapılan NiSO₄ derişim çalışmasında kullanılan derişim aralıklarında yapışık halde küreler ve tam oluşmamış diken yapıları gözlemlendi. (Optimum koşullar; hidrazin: 3 mL, sıcaklık: 120°C, zaman: 5 saat)



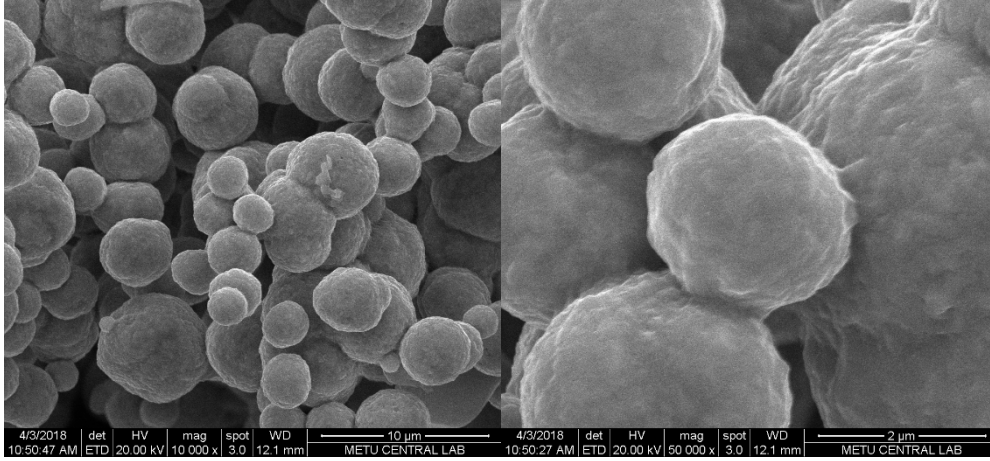
Şekil 3.54. Optimum Koşullarda, 0,05 M NiSO₄ Derişiminin İncelendiği SEM Görüntüleri



Şekil 3.55. Optimum Koşullarda, 0,07 M NiSO₄ Derişiminin İncelendiđi SEM Görüntüleri



Şekil 3.56. Optimum Koşullarda, 0,1 M NiSO₄ Derişiminin İncelendiđi SEM Görüntüleri



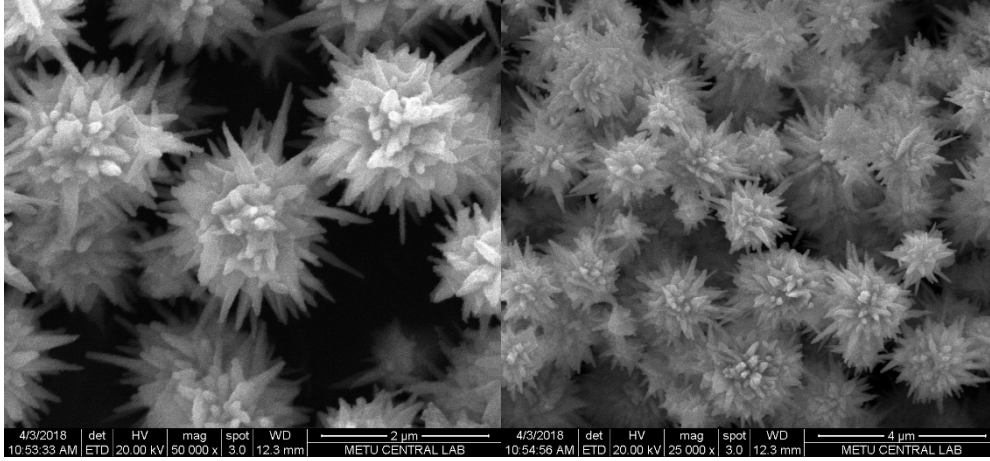
Şekil 3.57. Optimum Koşullarda, 0,4 M NiSO_4 Derişiminin İncelendiğı SEM Görüntüleri

NiSO_4 derişimi 0,05 M iken parçacık boyutu 3 – 4 μm dir. Parçacıklar düzgün diken görünümlüdür ve parçacıklarda çok az yapışma belirlenmiştir.

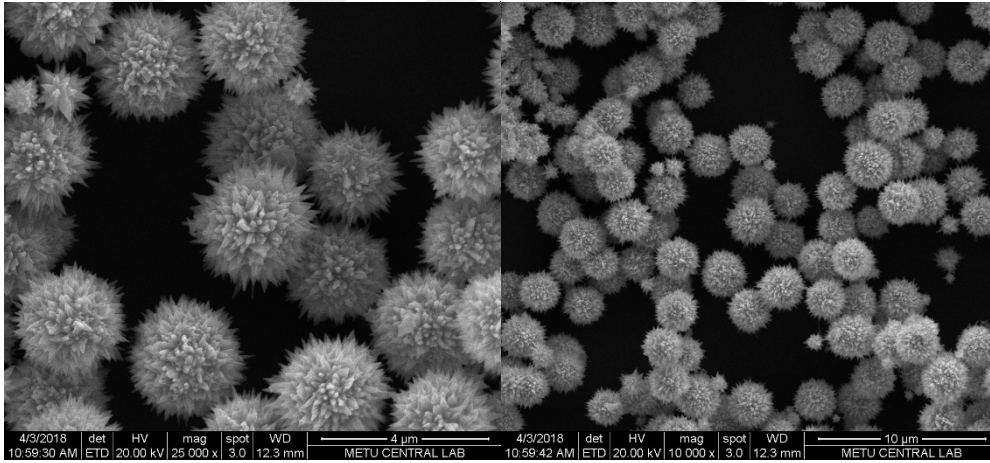
NiSO_4 derişimi 0,4 M iken parçacık boyutu 2 –3 μm dir. Parçacıklar diken görünümlü ve diken uzunluğu artmıştır. NiSO_4 derişiminin artması ile parçacık boyutunda önemli bir etki gözlenmemesine rağmen diken uzunluğu artmıştır.

3.3.5. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda pH Parametresinin Uygulamaları

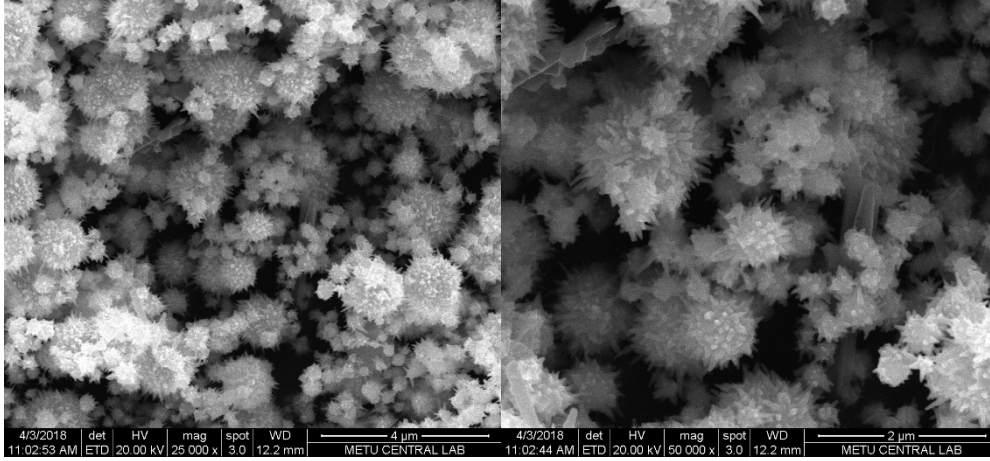
NiSO_4 ' e pH etkisini incelemek amacıyla Bölüm 2.6.5' de anlatıldığı gibi deneyler yapıldı. Elde edilen SEM görüntüleri Şekil 3.57; Şekil 3.58; Şekil 3.59' da verildi. Optimum koşullar sağlanarak yapılan NiSO_4 ile pH çalışmasında, çalışılan tüm değerlerde nano yapılarda dikenler gözlemlenmiş fakat optimum koşulları pH 11.0 sağlamış ve Şekil 3.58' de gösterilmiştir. (Optimum koşullar; hidrazin 3 mL, sıcaklık: 120°C, zaman: 5 saat)



Şekil 3.58. Optimum Koşullarda, pH 11.0' in Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri



Şekil 3.59. Optimum Koşullarda, pH 12.0' ın Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri



Şekil 3.60. Optimum Koşullarda, pH 12,5' in Etkisinin İncelendiği SEM Görüntüleri

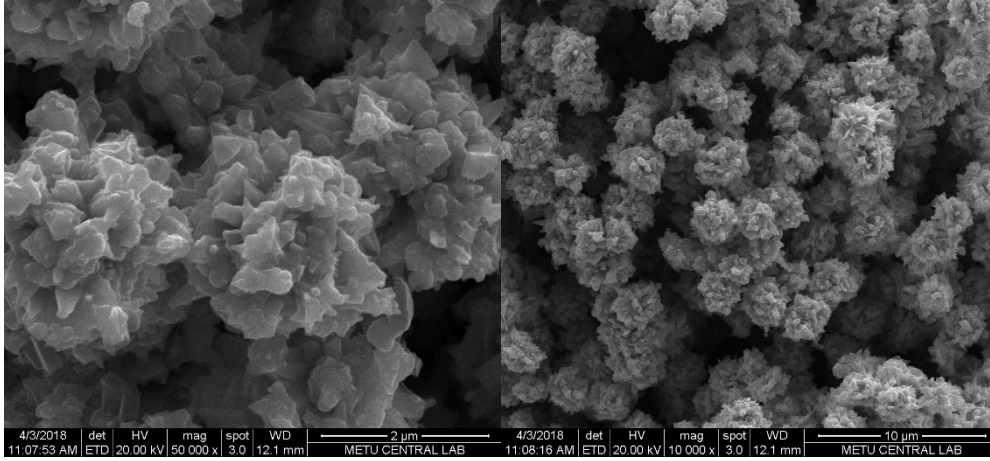
Çözelti pH değeri 11 iken parçacık boyutu 3 – 4 μm dir. Parçacıklar düzgün diken görünümündür ve parçacıklarda çok az yapışma belirlenmiştir.

Çözelti pH değeri 12,5 iken parçacık boyutu 2 –3 μm dir. Parçacıklar diken görünümlü ve diken uzunluğu artmıştır.

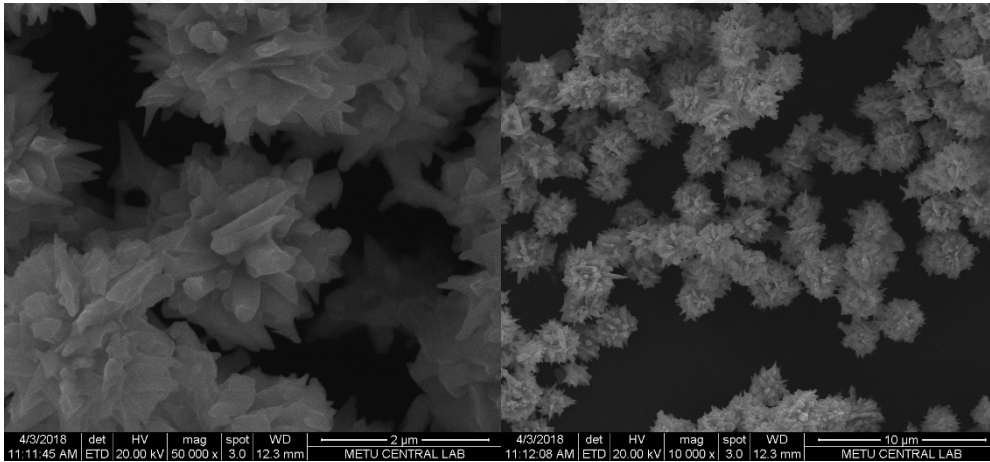
Çözelti pH değerinin artması ile parçacık boyutunda önemli bir etki gözlenmemesine rağmen diken uzunluğu artmıştır.

3.3.6. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda Sıcaklık Parametresinin Uygulamaları

NiSO_4 ' e sıcaklık etkisini incelemek amacıyla Bölüm 2.6.6' da anlatıldığı gibi deneyler yapıldı. Elde edilen SEM görüntüleri Şekil 3.60 ve Şekil 3.61' de verildi. Optimum koşullar sağlanarak yapılan NiSO_4 ile sıcaklık çalışmasında optimum koşulları 180 °C' de sağlamış ve nano diken oluşumu gözlemlenmiş, Şekil 3. 61' de gösterilmiştir. (Optimum koşullar; hidrazin: 3 mL)



Şekil 3.61. Optimum Koşullarda, 1 saat 160°C’ de Sıcaklık Değişiminin İncelendiği SEM Görüntüleri



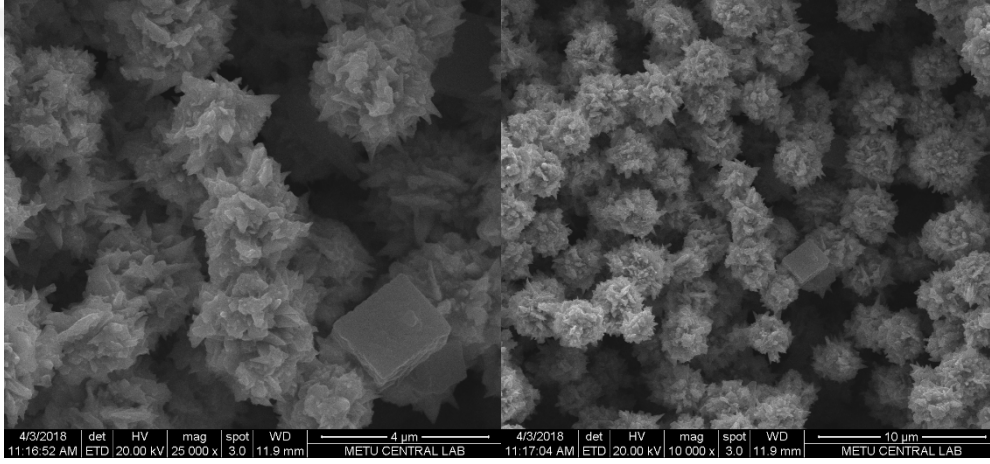
Şekil 3.62. Optimum Koşullarda, 1 saat 180°C’ de Sıcaklık Değişiminin İncelendiği SEM Görüntüleri

Otoklav sıcaklığı 120 °C iken parçacık boyutu 3 – 4 µm dir. Parçacıklar düzgün diken görünümlüdür ve parçacıklarda çok az yapışma belirlenmiştir.

Otoklav sıcaklığı 180 °C iken parçacık boyutu 2 –3 µm dir. Parçacıklar diken görünümlü ve diken uzunluğu artmıştır. Otoklav sıcaklığının artması ile parçacık boyutunda önemli bir etki gözlenmemesine rağmen diken uzunluğu artmıştır.

3.3.7. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda Oksalik Asit Parametresinin Uygulamaları

NiSO_4 e oksalik asit etkisini incelemek amacıyla Bölüm 2.6.7' de anlatıldığı gibi deneyler yapıldı. Elde edilen SEM görüntüleri Şekil 3.62' de verildi. Optimum koşullar sağlanarak yapılan NiSO_4 ile oksalik asit çalışmasında, düşük derişimde çalışılmış aglomera fakat nano diken yapılar gözlemlenmiş ve Şekil 3.62' de gösterilmiştir. (Optimum koşullar; hidrazin:3 mL, sıcaklık: 120°C , zaman: 5 saat)

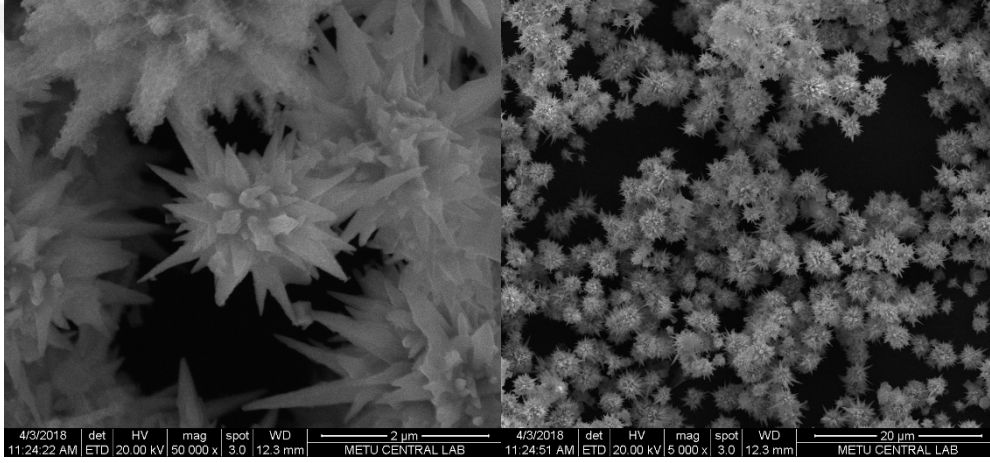


Şekil 3.63. Optimum Koşullarda, 0,1 mM Oksalik Asit Derişiminin İncelendiği SEM Görüntüleri

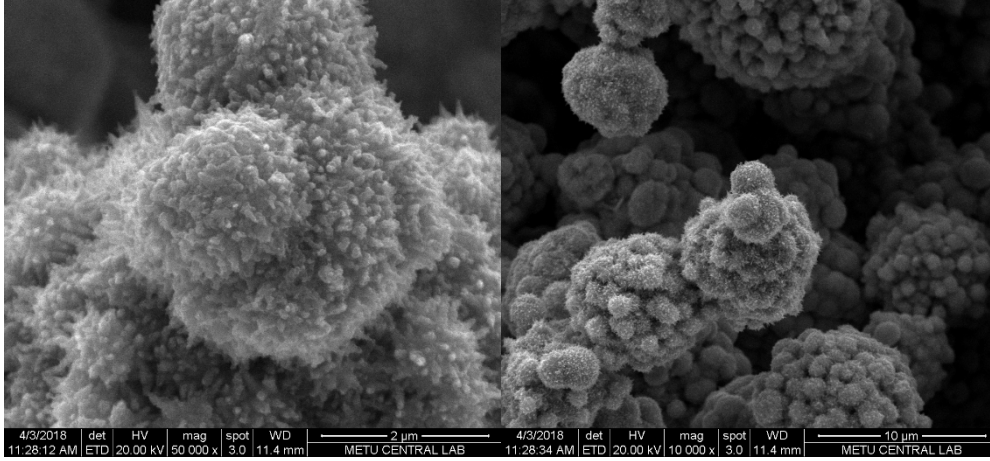
Surfaktan olarak kullanılan oksalik asit miktarı 0,1 mM iken parçacık boyutu 10 – 20 μm dir. Parçacıklar küreselden diken şekline dönüş başlamıştır. Ancak parçacıklarda yapışma belirlenmiştir.

3.3.8. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda Sodyum Klorür Parametresinin Uygulamaları

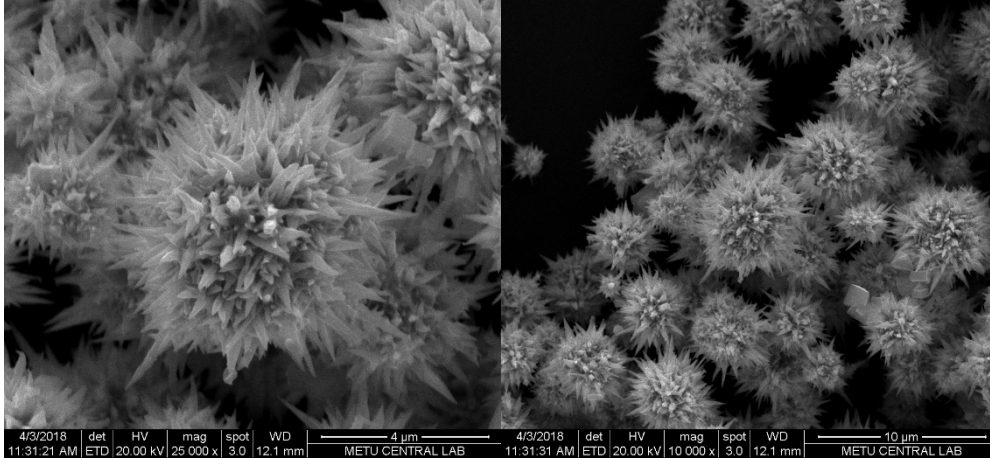
NiSO_4 ' e NaCl etkisini incelemek amacıyla Bölüm 2.6.8' de anlatıldığı gibi deneyler yapıldı. Elde edilen SEM görüntüleri Şekil 3.63; Şekil 3.64; Şekil 3.65' de verildi. Optimum koşullar sağlanarak yapılan NiSO_4 ile NaCl çalışmasında optimum koşulları 0,0005 M ile sağlamış ve Şekil 3.65' de gösterilmiştir. (Optimum koşullar; hidrazin: 3 mL, sıcaklık: 120°C, zaman: 5 saat)



Şekil 3.64. Optimum Koşullarda, 0,1 mM NaCl Derişiminin İncelendiği SEM Görüntüleri



Şekil 3.65. Optimum Koşullarda, 0,3 mM NaCl Derişiminin İncelendiğı SEM Görüntüleri



Şekil 3.66. Optimum Koşullarda, 0,5 mM NaCl Derişiminin İncelendiğı SEM Görüntüleri

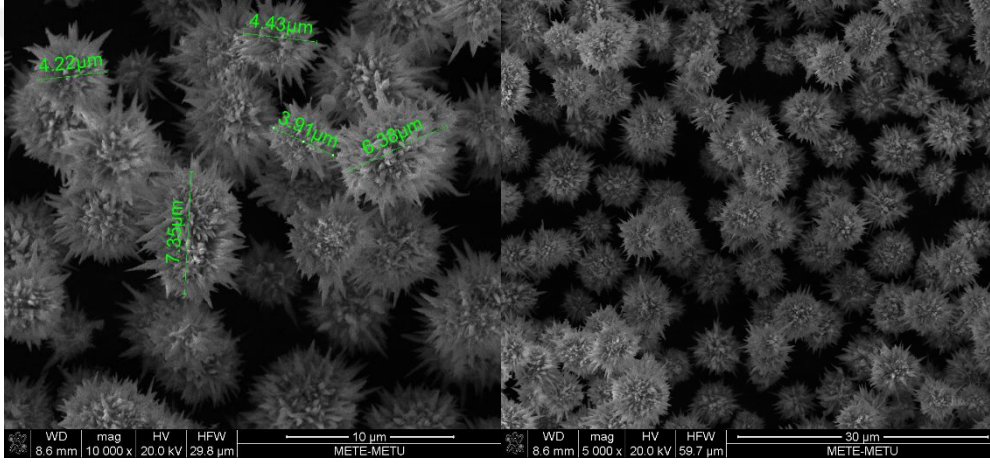
NaCl miktarı 0,1 mM iken parçacık boyutu 2 – 4 µm dir. Parçacıklar küreseldir. Ancak parçacıklarda oldukça çok yapışma belirlenmiştir.

NaCl miktarı 0,5 mM iken küresel görünümlü parçacık boyutu 1 – 2 µm dir. Ancak parçacıklarda oldukça çok yapışma belirlenmiştir.

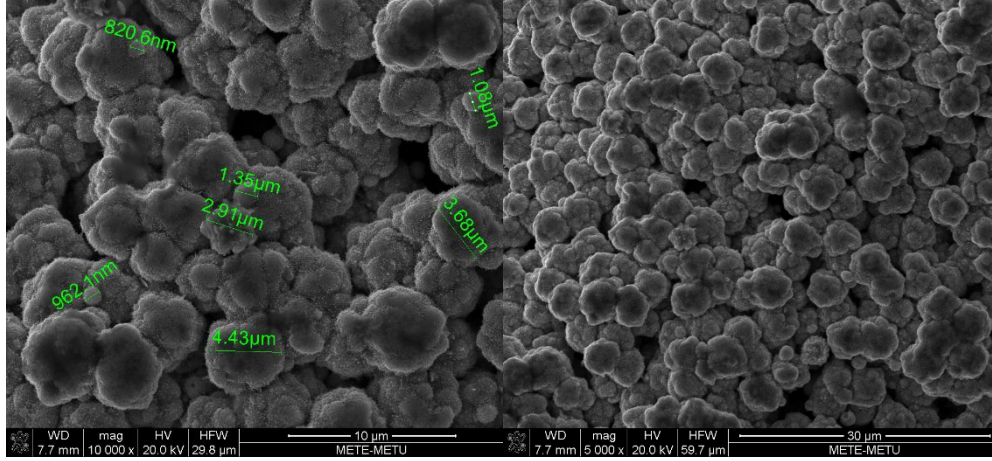
NaCl miktarı artması ile parçacık boyutunda önemli bir değışim gözlenmemiştir.

3.4. Nikel(II) Sülfat Başlangıç Malzemesinden Nikel Parçacık Sentezi Üzerine Optimum Koşullarda SEM Çalışmaları

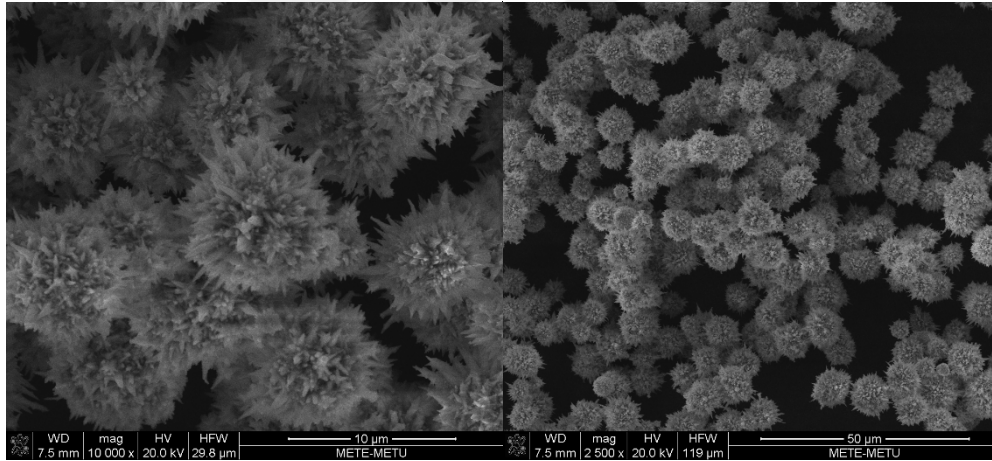
NaCl başlangıç çözeltisi üzerine NiSO_4 etkisini incelemek amacıyla Bölüm 2.8’ de anlatıldığı gibi deneyler yapıldı. Elde edilen SEM görüntüleri Şekil 3.66; Şekil 3.67; Şekil 3.68’ de verildi. Tüm optimum çalışmalar doğrultusunda, NaCl çözeltisinde başlatılan reaksiyonlarda optimum koşulları 0,01 M NaCl ile sağlamış ve Şekil 3.66’ da gösterilmiştir. (Optimum koşullar; hidrazin: 3 mL, sıcaklık: 120°C, zaman: 5 saat)



Şekil 3.67. Optimum Koşullarda, 0,01 M Derişimde NaCl Çözeltisinde Başlatılan Reaksiyonun SEM Görüntüleri



Şekil 3.68. Optimum Koşullarda, 0,02 M Derişimde NaCl Çözeltisinde Başlatılan Reaksiyonun SEM Görüntüleri



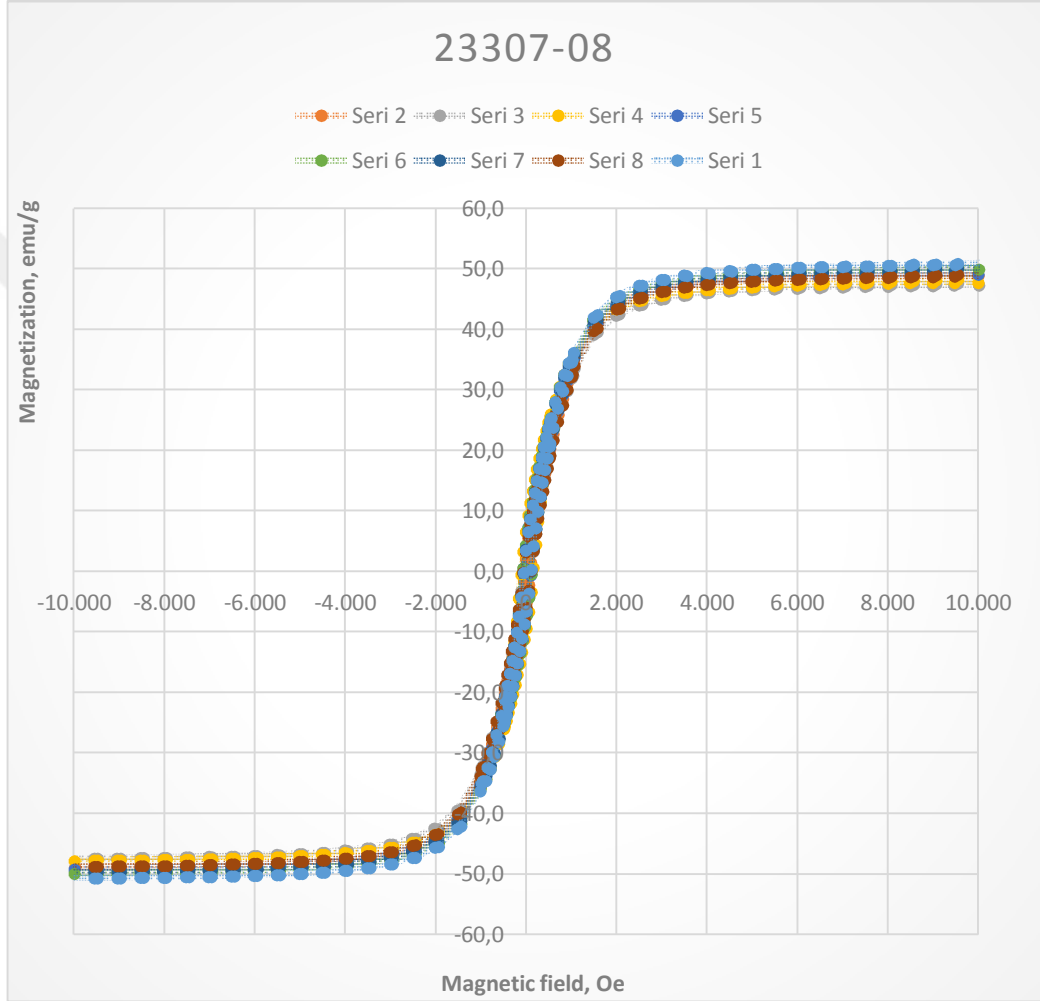
Şekil 3.69. Optimum Koşullarda, 0,05 M Derişimde NaCl Çözeltisinde Başlatılan Reaksiyonun SEM Görüntüleri

3.5. Nikel(II) sülfat başlangıç malzemesinden nikel parçacık sentezi üzerine Optimum Koşullarda Manyetik Histerezis Çalışmaları

Üretilen nikel metalinin optimum koşullarda manyetik özelliğini incelemek amacıyla Bölüm 2.7’ de anlatıldığı gibi deneyler yapıldı. Elde edilen grafik Çizelge 3.1’ de verildi. Katı nikelin manyetik özelliği ile diken partiküllerin

manyetik özellikleri karşılaştırıldı. Diken partiküllerin manyetik histeresis ölçümleri oda sıcaklığında yapıldı. Tüm numunelerde aynı oranda mıknatıslanma gözlemlendi.

Çizelge 3.1. Optimum Koşullarda Manyetik Histerezis Çalışmaları



Çizelge 3.2. Nikel Parçacıklarının Oda Sıcaklığında Ölçülen Manyetik Histerezis Sonuçları

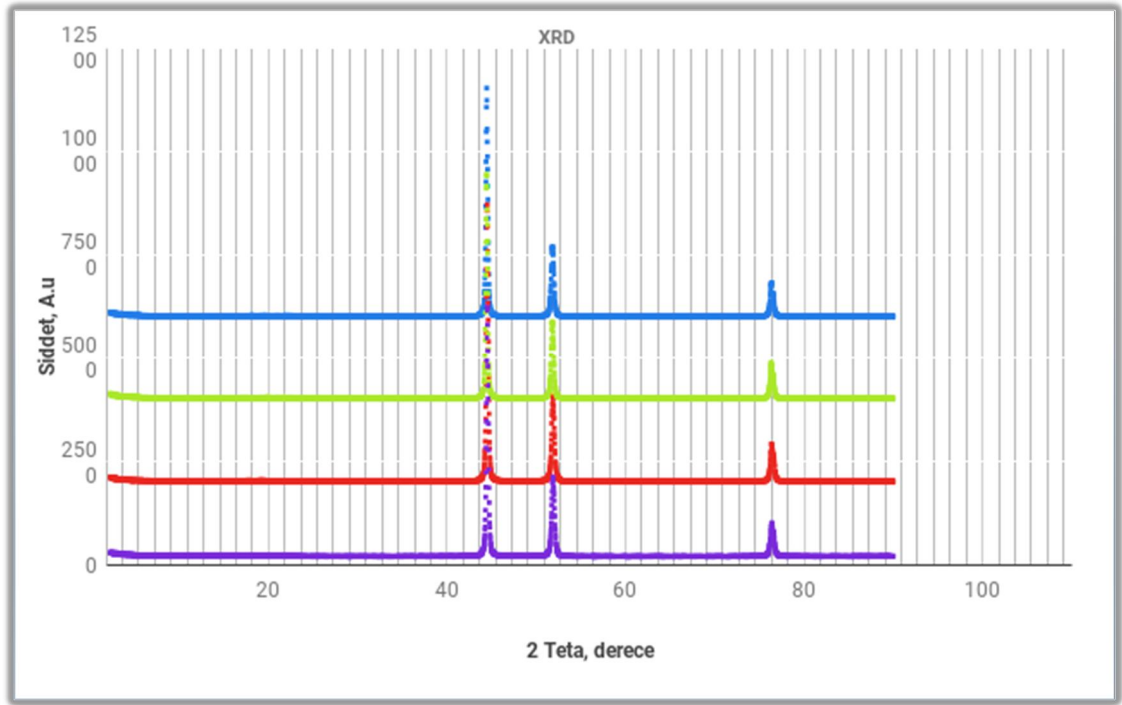
Parametre	Bulk nickel	160 °C	pH = 10.5	pH= 12	0,1 mM NaCl	10mM NaCl
Koersiv kuvvet,						
Hc, Oe	100	65	95	130	93	85
Doyma						
manyetikleşme	55	48,5	48	48	49	50
Ms, emu/g						
Kalıcı						
manyetikleşme,	2,7	4,0	5,5	8,3	6,0	5,5
Mr, emu/g						

Bulk nikel ve pH 12 koşullarında elde edilen nikel sonuçları karşılaştırıldığında, koersiv kuvvet ve kalıcı manyetikleşmeye oranla sonuçların daha yüksek çıktığı görülmüştür. Elde edilen nikel malzemesinin manyetik özelliğinin yüksek olduğu böylelikle görülmüştür.

3.6. XRD DeneySEL Sonuçları

Tüm numuneler için yapılan XRD analizlerinde pikler nikel fazıdır ve literatürde rapor edilen değerlerle uyumludur. Hiçbir XRD analizinde NiO ve Ni(OH)₂ gibi empürite fazlarının kırınım piklerine rastlanmamıştır. Tüm analizlerde pikler aynı değerleri göstermiştir.

Çizelge 3.3. Optimum Koşullarda Hazırlanan XRD Sonuçları



4. SONUÇLAR

Bu tez çalışması iki kısımdan oluşmaktadır. Birinci kısımda, Nikel(II) klorür ($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) başlangıç malzemesinden nikel parçacık sentezi üzerine parametrelerin etkisi araştırıldı. İkinci kısımda, Nikel(II) sülfat ($\text{NiSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) başlangıç malzemesinden nikel parçacık sentezi üzerine parametrelerin etkisi araştırıldı.

Nikel(II) klorür (NiCl_2) başlangıç malzemesinden nikel parçacık sentezi üzerine parametrelerin etkileri aşağıda verilmiştir.

1. Herhangi bir baz eklemeyen yapılan deneylerde 160 – 265 nm küresel benzeri nanoparçacıklar sentezlenmiştir.
2. Hem NaOH hem de NH_4OH eklenen deneylerde pH'nın artması ile nanoparçacık boyutu artmıştır.
3. Hidrazin konsantrasyonunun artması ile parçacık boyutunda azalma gözlenmiştir. Hidrazin konsantrasyonu 25 mL iken parçacık boyutu 100 – 250 nm dir.
4. HTAB miktarı artması ile parçacık boyutunda azalma gözlenmiştir. HTAB miktarı 0,03 g iken parçacık boyutu 46 – 137 nm dir.
5. EDTA miktarı artması ile parçacık boyutunda önemli bir değişim gözlenmemiştir. Surfaktan olarak kullanılan EDTA miktarı 0,25 g iken parçacık boyutu 1 – 8 μm dir.
6. PEG miktarı artması ile parçacık boyutunda azalma gözlenmiştir. Surfaktan olarak kullanılan PEG miktarı 0,01 g iken parçacık boyutu 70 – 150 nm dir.

7. NaCl miktarı artması ile parçacık boyutunda önemli bir değişim gözlenmemiştir. NaCl miktarı 1 mL iken parçacık boyutu 2 – 4 µm dir.
8. Oksalik asit miktarı artması ile parçacık boyutunda önemli bir değişim gözlenmemiştir. Surfaktan olarak kullanılan oksalik asit miktarı 0,25 g iken parçacık boyutu 10 – 20 µm dir.
9. Sodyum asetat miktarı artması ile parçacık boyutunda önemli bir değişim gözlenmemiştir. Surfaktan olarak kullanılan sodyum asetat miktarı 0,25 g iken parçacık boyutu 1 – 2 µm dir.

Nikel(II) sülfat (NiSO_4) başlangıç malzemesinden nikel parçacık sentezi üzerine parametrelerin etkileri aşağıda verilmiştir.

1. Herhangi bir baz eklemeyen yapılan deneylerde 2-3 µm diken benzeri nanoparçacıklar sentezlenmiştir.
2. pH çalışmasında, NaOH eklenmesi ile pH miktarının artmasıyla nanoparçacıkların diken sıklığı artmış, diken boyları kısalmış, tanecik miktarı artmıştır.
3. Hidrazin konsantrasyonunun artması ile parçacık boyutunda küçülme gözlenmiştir. 10 mL hidrazin konsantrasyonu kullanıldığında parçacık boyutu 2-3 µm' dir.
4. HTAB miktarının artması ile parçacıklar dikenden küreye dönüşmüş, parçacık boyutu büyümüştür. HTAB miktarı sabit tutulup, otoklav süresi artırıldıkça parçacık boyutu küçülüp, diken oluşumu gözlenmiştir.
5. EDTA miktarındaki değişimin parçacık boyutunda etkisinin olmadığı gözlenmiştir. EDTA miktarı 1 gram iken parçacık boyutu 2- 6 µm' dir.
6. PEG miktarının artması ile parçacık boyutunda büyüme ve şekillerde dikenden küreye dönüş gözlenmiştir.

7. NaCl miktarındaki artış parçacık yapısını etkilememiştir. Parçacıklar küre şeklinde ve aglomera oluşmuştur.
8. Oksalik asit miktarının artması ile parçacık boyutunda bir değişiklik gözlemlenmemiştir. Oluşan parçacıkların hepsinde aglomera küre yapılar gözlemlenmiştir. Oksalik asit miktarı 1 gram iken parçacık boyutu 7-8 μm ' dir.
9. SAT miktarının artması ile parçacık boyutlarında bir değişiklik gözlemlenmemiştir. Tanecik boyutları 1-2 μm iken parçacıkların küre şeklinden dikene döndüğü gözlemlenmiştir.

KAYNAKLAR

- [1] M. ARSLAN, Manyetik β -Siklodekstrin Nanopartiküllerin Sentezi ve Bazı Kiral Karboksilik Asitlere Karşı Ekstraksiyon Özelliklerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi. Selçuk Üniversitesi, Konya, 2012.
- [2] Eker, Akdoğan A., Nano Malzemeler Ders Notu. Yıldız Teknik Üniversitesi. 2008.
- [3] Akbulut, H., Nano Malzeme Üretim Yöntemleri, Sakarya Üniversitesi, 2014.
- [4] Duran, T., Nanoteknoloji ve Uygulama Alanları, Sakarya Üniversitesi, 2015.
- [5] Nanoteknoloji Nedir?. Faydaları ve Kullanım Alanları. www.bilgitimi.com, (Erişim Tarihi: 03.08.2015).
- [6] Guihua Yu, Charles M. Lieber. Assembly and integration of semiconductor nanowires for functional nanosystems. Pure Appl. Chem., Vol. 82, No. 12, pp. 2295–2314, 2010.
- [7] Zhenli Zhang, Mark A. Horsch, Monica H. Lamm, Sharon C. Glotzer. Tethered Nano Building Blocks: Toward a Conceptual Framework for Nanoparticle Self-Assembly. Nano Letters, Vol. 3, No. 10 1341-1346, 2003.
- [8] Sang-Min Lee, Young-wook Jun, Sung-Nam Cho, Jinwoo Cheon. Single-Crystalline Star-Shaped Nanocrystals and Their Evolution: Programming the Geometry of Nano-Building Blocks. J. AM. CHEM. SOC., 124, 11244-11245. 2002.
- [9] Gürmen, S., Ebin, B., Nanopartiküller ve Üretim Yöntemleri -1, Metalurji Dergisi, TMMOB Metalurji Mühendisleri Odası. No. 150, 1300-4824, 08/2008.
- [10] Derman S., Kızılbey K., Akdetse Z. M. Polymeric Nanoparticles, Journal of Engineering and Natural Sciences. Review Paper. Sigma 31, 107-120, 2013.
- [11] Yaghmaee M. S., Baghbaderani Thermodynamics modeling of cohesive energy of metallic nano-structured materials. Materials and Design 114,

521–530. 2017.

- [12] Ferenc Bíró, György Z. Radnóczy, Máté Takács, Zsófia Baji, Csaba Dücső and István Bársony, Pt deposition techniques for catalytic activation of nano-structured materials. *Procedia Engineering* 168, 1148 – 1151. 2016.
- [13] N. ŞAHAN, Faz Değiştiren Maddelerle Nano Malzemenin Kullanımının Araştırılması. Yüksek Lisans Tezi. Çukurova Üniversitesi, Adana, 2011.
- [14] Xinling Tang, Masaharu Tsuji. Syntheses of Silver Nanowires in Liquid Phase. *Nanowires Science and Technology*. 978-953-7619-89-3, pages: 25-42, 2010.
- [15] A.G.N. Sofiah, M. Samykano, K. Kadirgama, R.V. Mohan, N.A.C.Lah. Metallic nanowires: Mechanical properties – Theory and experiment. *Applied Materials Today* 11, 320-337, 2018.
- [16] Hannah J. Joyce, Qiang Gao, H. Hoe Tan, C. Jagadish, Yong Kim, Jin Zou, Leigh M. Smith, Howard E. Jackson, Jan M. Yarrison-Rice, Patrick Parkinson, Michael B. Johnston, III–V semiconductor nanowires for optoelectronic device applications. *Progress in Quantum Electronics* 35, 23–75, 2011.
- [17] Jiamei Feng, Peirong Chen, Dongqin Zheng, Weirong Zhong. Transport diffusion in deformed carbon nanotubes. *Accepted Manuscript S0378-4371(17)31024-5*. 2017.
- [18] Laura M. Esteves, Hugo A. Oliveira, Fabio B. Passos. Carbon nanotubes as catalyst support in chemical vapor deposition reaction: A review. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. (IF 4.421) Pub Date: 2018.
- [19] Kiriaki Kardimi, Theodoros Tsoufis, Aphrodite Tomou, Bart J. Kooi, Mamas I. Prodromidis, Dimitrios Gournis. Synthesis and characterization of carbon nanotubes decorated with Pt and PtRu nanoparticles and assessment of their electrocatalytic performance. *International journal of hydrogen energy* 37. 1243-1253. 2012.
- [20] Babak Nikoobakht, Mostafa A. El-Sayed. Preparation and Growth Mechanism of Gold Nanorods (NRs) Using Seed-Mediated Growth Method. *American Chemical Society*. 15 (10), pp 1957–1962. 2003.

- [21] M. KARAKIZ, Silisyum ve Germanyum Nanoçubukların Elektron Demeti Biriktirme Sistemi ile Büyütülmesi ve Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi. Gebze Yüksek teknoloji Enstitüsü, Gebze, 2014.
- [22] Rao, Ram Seshadri, A. Govindaraj, Rahul Sen. Fullerenes, nanotubes, onions and related carbon structures C.N.R. Solid State and Structural Chemistry Unit, CSIR Centre of Excellence in Chemistry and Materials Research Centre, Institute of Science, Bangalore 560 012, Indian. 1995.
- [23] https://www.researchgate.net/figure/a-Fulleren-b-Nanotube-c-Nanobots-Quantum-dots-QD-These-quantum-dots-are_fig5_320518624 (Erişim Tarihi: 11.08. 2017)
- [24] Eva Oberdörster. Manufactured Nanomaterials (Fullerenes, C60) Induce Oxidative Stress in the Brain of Juvenile Largemouth Bass. Environ Health Perspect, 112, (10), 1058–1062. 2004.
- [25] Yan Chai, Ting Cuo, Cbangming Jin, Robert E. Haufler J L., P. Felipe Chibante; Jan Fure, Lihong Wang, J. Michael Alford, Richard E. Smalley. Fullerenes with Metals Inside. J. Phys. Chem., 95 (20), pp 7564–7568. 1991.
- [26] Dresselhaus, M. S., Dresselhaus, G., Sugihara, K., Spain, I. L., Goldberg, H. A., Graphite Fibers and Filaments. Materials. Springer Series in Materials Science, Vol 5.1998.
- [27] Pulickel M. Ajayan, Otto Z. Zhou. Applications of Carbon Nanotubes. Department of Materials Science and Engineering, Rensselaer Polytechnic Institute, Troy, New York, USA. Vol:80, 2001.
- [28] Dünder Tekkaya E., Karatepe N. Production of Carbon Nanotubes by Iron Catalyst. World Academy of Science, Engineering and Technology International Journal of Materials and Metallurgical Engineering Vol:5, No:7, 2011.
- [29] <https://tr.freeimages.com/premium/carbon-nanotube-90813> (Erişim Tarihi:08.07.2017)
- [30] Dresselhaus, M.S., Dresselhaus, G., Eklund, P. C. Science of Fullerenes and Carbon Nanotubes, Academic Press, Florida. 1996.
- [31] Saito R., Dresselhaus G., Dresselhaus M.S. Physical properties of carbon nanotubes. Imperial College Press , London. 1998.

- [32] Dresselhaus, M.S., Dresselhaus, G., Avouris, P. Carbon nanotubes. Synthesis, structure, properties and applications, Springer, London. , 2001.
- [33] Terrones M., Science and technology of the twenty-first century: synthesis, properties, and applications of carbon nanotubes. Annual Review of Materials Research, Vol. 33, pp. 419-501. 2003.
- [34] Andrews R. Carbon Nanotubes: Synthesis, Properties, and Applications. Critical Review of Solid State Materials Science. Vol 26, Issue 3, pp.145-249. 2001.
- [35] Hata, K., Futaba, D. N., Mizuno, K., Namai, T., Yumura, and M. Lijima, S. Water-assisted highly efficient synthesis of impurity-free single-walled carbon nanotubes. Science, Vol. 306, pp. 1362–1364. 2004.
- [36] Haiping Hong, Greg Christensen, Christian Widener. Carbon nanotube grease and sustainable manufacturing. 15th Global Conference on Sustainable Manufacturing. 2016.
- [37] https://nanofons.blogspot.com.tr/p/karbon-nanotupler-karbon-nanotupler-ilk_19.html (Erişim Tarihi:18.05.2017)
- [38] Kiselev, N.A. and Zakharov, D.N. Electron Microscopy of Carbon Nanotubes. Crystallography Reports, Vol. 46, No. 4, pp. 577-585. 2001.
- [39] Miki-Yoshida M., Elechiguerra, J.L., Antúnez-Flores, W., Aguilar-Elguezabal, A., José-Yacamán, M. Atomic Resolution of Multi-Walled Carbon Nanotubes. Microscopy and Microanalysis. Vol. 10(Suppl. 02), pp 370-371. 2004.
- [40] Qin, L.C., Zhao X.L., Hirahara, K., Miyamoto, Y., Ando, Y., and Lijima, S. The smallest carbon nanotube. Nature, Vol. 408, p. 50. 2000.
- [41] Kiselev, N.A. and Zakharov, D.N. Electron Microscopy of Carbon Nanotubes, Crystallography Reports, Vol. 46, No. 4, pp. 577-585. 2001.
- [42] Sun, X., Kiang, C. H., Endo, M., and Takeuchi, K. Stacking characteristics of graphene shells in carbon nanotubes. Physical Review B: Condensed Matter, Volume 54, Issue 18/PT2, p. R12629. 1996.
- [43] Kuchibhatla, S. V. N. T., Karakoti, A. S., Bera, D., and Seal, S. One dimensional nanostructured materials. Progress in Materials Science,

Vol. 52, Issue 5, pp. 699-913. 2007.

- [44] Dündar Tekkaya E. Carbon Nanotube Synthesis With different Catalysts. M.Sc. Thesis. Istanbul Technical University. İstanbul, 2011.
- [45] Marcelina Adamska, Urszula Narkiewicz. Fluorination of Carbon Nanotubes. Accepted 30 June 2017.
- [46] <https://www.makaleler.com/nikel-nedir-nerelerde-kullanilir> (Erişim Tarihi: 20.02.2018)
- [47] <https://www.kimyadersi.org/nikel.html> (Erişim Tarihi: 22.03.2018)
- [48] <http://www.kimyaevi.org/TR/Genel/Metal.aspx?F6E10F8892433CFF679A66406202CCB0B79A5F80BD5D6B41> (Erişim Tarihi: 21.05.2018)
- [49] Dong-Hwang Chen, Xin-Rong He, Synthesis of nickel ferrite nanoparticles by sol-gel method. Materials Research Bulletin. 36, 1369–1377, (2001).
- [50] M., Vafaee , M., Sasani Ghamsari, Preparation and characterization of ZnO nanoparticles by a novel sol–gel route. Materials Letters. 61, 3265–3268,(2007).
- [51] Jing Xu, Haibin Yang, Wuyou Fu, Kai Du, Yongming Sui, Jiuju Chen, Yi Zeng, Minghui Li, Guangtian Zou, Preparation and magnetic properties of magnetite nanoparticles by sol–gel method. Journal of Magnetism and Magnetic Materials. 309, 307–311, (2007).
- [52] Sanosh Kunjalukkal Padmanabhan, Avinash Balakrishnan, Min-Cheol Chu, Yong Jin Lee, Taik Nam Kim, Seong-Jai Cho, Sol–gel synthesis and characterization of hydroxyapatite nanorods. Particuology. 7, 466–470, (2009).
- [53] Il-Seok Kim, Prashant N. Kumta, Sol–gel synthesis and characterization of nanostructured hydroxyapatite powder. Materials Science and Engineering. B 111, 232–236, (2004).
- [54] Övgü GENÇER, Bakır ve Bakır Oksit Nanopartiküllerinin Ultrasonik Sprey Piroli (USP) Yöntemi ile Üretimi. Yüksek Lisans Tezi. İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul, 2009.
- [55] A.,S., Teja, P.,Y., Koh, Prog., Cryst., Growth Charact. Mater. 55, 22. (2009).

- [56] U.,T., Lam, R., Mammucari, K., Suzuki, N.,R., Foster, Ind. Eng. Chem. Res. 47 (3) 599. (2008).
- [57] A., Tavakoli, M., Sohrabi, A., Kargari, Chem. Pap. 61 (3) 151. (2007).
- [58] Sanchez, C.; Ribot, F. New J. Chem. 18, 1007. 1994.
- [59] Barrer, R. M. Hydrothermal Chemistry of Zeolites; Academic Press: London, 1982.
- [60] Boutonnet M, Kitzling J, Stenius P. Colloids Surf 1982;5:209.
- [61] Pileni M-P. CR Chimie 2003;6:965.
- [62] Ekwall P, Mandell L, Solyom P., J Colloid Interface. Sci 35, 266. 1970.
- [63] Dong-Hwang Chen and Szu-Han Wu, Synthesis of Nickel Nanoparticles in Water-in-Oil Microemulsions. Chem. Mater. 12, 1354-1360, 2000.
- [64] Julian Eastoe, Martin J. Hollamby, Laura Hudson, Recent advances in nanoparticle synthesis with reversed micelles. Advances in Colloid and Interface Science. 128–130, 5–15, 2006.
- [65] DeyuWang, Hilmi Buqa, Michael Crouzet, Gianluca Deghenghi, Thierry Drezen, Ivan Exnar, Nam-Hee Kwon, James H., Miners, Laetitia Poletto, Michael Grätzel, High-performance, nano-structured LiMnPO₄ synthesized via a polyol method. Journal of Power Sources. 189, 624–628, 2009.
- [66] Bong Kyun Park, Sunho Jeong, Dongjo Kim, Jooho Moon, Soonkwon Lim, Jang Sub Kim, Synthesis and size control of monodisperse copper nanoparticles by polyol method. Journal of Colloid and Interface Science. 311, 417–424, 2007.
- [67] Şahin COŞKUN, Synthesis of Silver Nanowires Through Polyol Process. Yüksek Lisans Tezi. Middel East Technical University, Ankara, 2012.
- [68] Wojciech L., Suchanek and Richard E., Riman, Hydrothermal Synthesis of Advanced Ceramic Powders. Advances in Science and Technology. Vol. 45, pp 184-193, 2006.
- [69] R., E., Riman in High Performance Ceramics. Surface Chemistry in Processing Technology. edited by R., Pugh and L., Bergström. Marcel-Dekker, U.S.A. p. 29, 1993.
- [70] M., Yoshimura, W., L., Suchanek, and K., Byrappa. MRS Bull. Vol. 25, p. 17, 2000.

- [71] W., J., Dawson. Ceram. Bull. Vol. 67, p. 1673, (1988).
- [72] G., C., Ulmer and H., L., Barnes. Hydrothermal Experimental Techniques Wiley-Interscience, U.S.A., 1987.
- [73] I., Sunagawa, K., Tsukamoto, K., Maiwa, and K., Onuma. Prog. Crystal Growth and Charact. Vol. 30, p. 153, 1995.
- [74] Y., L., N., Murthy, T., Kondala Rao, I.,V., Kasi viswanath, Rajendra Singh. Synthesis and characterization of nano silver ferrite composite. 2010.
- [75] D.,C., Tien, C.,Y., Liao, J.,C., Huang, K.,H., Tseng, J.,K., Lung, T.,T., Tsung, W.,S., Kao, T.,H., Tsai, T.,W., Cheng, B.,-S., Yu, H.,-M., Lin and L., Stobinski. Novel technique for preparing a nano-silver water suspension by the arc-discharge method. 2008.
- [76] <http://www.maintenancenews.org/nikel-piyasasi-hakkinda-guncel-Bilgiler> (Eriřim Tarihi:12.12.2017)
- [77] <http://inovatifkimyadergisi.com/> (Eriřim Tarihi:12.12.2017)
- [78] <https://bilgihanem.com/nikel-nedir/> (Eriřim Tarihi:12.12.2017)
- [79] Bhattacharya, S., N., Gupta, R., K., Kamal, M., R. Polymeric nanocomposites: Theory and practice. Hanser Verlag, Munich. 2008.
- [80] M. YER, Gümüř Nanopartiküllerin Sentezlenmesi ve Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi. Selçuk Üniversitesi, Konya, 2012.
- [81] McCulloch, D., Harland, J., Francis, P. Notes on transmission electron microscopy. RMIT Microscopy and Micro-analysis Facility, Depart. Appl. Phys., RMIT University (Australia). , 2003.
- [82] Wischnitzer, S. Introduction to Electron Microscopy. 3rd Edition, Pergamon Press, New York. , 1989.
- [83] Skoog D., A., Holler F., J., Nieman T., A. Principles of Instrumental Analysis. Ed. Harbor Drive, part IV. Orlando, Florida. 1998.
- [84] <http://www.intertek.com/analysis/microscopy/edx/> (Eriřim Tarihi:17.04.2018)
- [85] <http://www.elektrikport.com/teknik-kutuphane/histerezis-nedir/16871#ad-image-0> (Eriřim Tarihi: 15.05.2018)
- [86] Zhifeng Jiang, Jimin Xie, Deli Jiang, Xiaojun Wei and Min Chen,

- Modifiers-assisted formation of nickel nanoparticles and their catalytic application to p-nitrophenol reduction. *CrystEngComm*, 15,560. 2013.
- [87] Azam Sobhani, Masoud Salavati-Niasari, Fatemeh Davar, Shape control of nickel selenides synthesized by a simple hydrothermal reduction process. *Polyhedron* 31, 210–216. 2012.
- [88] Jeerapan Tientong, Stephanie Garcia, Casey R. Thurber, and Teresa D. Golden, Synthesis of Nickel and Nickel Hydroxide Nanopowders by Simplified Chemical Reduction. Published 5 February 2014.
- [89] Yong Wang, Qingshan Zhu and Huigang Zhang, Fabrication and magnetic properties of hierarchical porous hollow nickel microspheres. *Journal of Materials Chemistry*. 28th February 2006.