

**NANO METAL OKSİTLERİN SENTEZİ, YAPAY SOĞUTMA SUYU  
BAZLI NANOAKIŞKANLARIN ELEKTROKİMYASAL  
ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI VE AKILLI KENT  
TEKNOLOJİLERİNDE UYGULANABİLİRLİĞİ**

**MESUT ÖZDİNÇER**

**DOKTORA TEZİ**

**DİSİPLİNLERARASI KOMPOZİT MALZEME TEKNOLOJİLERİ  
ANABİLİM DALI**

**DANIŞMAN  
PROF. DR. SEFA DURMUŞ**

**DÜZCE, 2023**

**T.C.**  
**DÜZCE ÜNİVERSİTESİ**  
**LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ**

**NANO METAL OKSİTLERİN SENTEZİ, YAPAY SOĞUTMA  
SUYU BAZLI NANOAKIŞKANLARIN ELEKTROKİMYASAL  
ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI VE AKILLI KENT  
TEKNOLOJİLERİNDE UYGULANABİLİRLİĞİ**

Mesut ÖZDİNÇER tarafından hazırlanan tez çalışması aşağıdaki jüri tarafından Düzce Üniversitesi Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Disiplinlerarası Kompozit Malzeme Teknolojileri Anabilim Dalı'nda **DOKTORA TEZİ** olarak kabul edilmiştir.

**Tez Danışmanı**

Prof. Dr. Sefa DURMUŞ

Düzce Üniversitesi

**Jüri Üyeleri**

Prof. Dr. Sefa DURMUŞ

Düzce Üniversitesi

Doç. Dr. Ahmet DEMİR

Düzce Üniversitesi

Doç. Dr. Alparslan ATAHAN

Düzce Üniversitesi

Prof. Dr. Orhan ATAKOL

Ankara Üniversitesi

Prof. Dr. Selhattin YILMAZ

Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi

Tez Savunma Tarihi: 21/12/2023

## BEYAN

Bu tez çalışmasının kendi çalışmam olduğunu, tezin planlanmasından yazımına kadar bütün aşamalarda etik dışı davranışımın olmadığını, bu tezdeki bütün bilgileri akademik ve etik kurallar içinde elde ettiğimi, bu tez çalışmasıyla elde edilmeyen bütün bilgi ve yorumlara kaynak gösterdiğimi ve bu kaynakları da kaynaklar listesine aldığımı, yine bu tezin çalışılması ve yazımı sırasında patent ve telif haklarını ihlal edici bir davranışımın olmadığını beyan ederim.

21 Aralık 2023

Mesut ÖZDİNÇER

## TEŞEKKÜR

Akademik hayatımda birçok bilgi ve tecrübe edindiğim, her zaman yanımda ve desteğini hiç esirgemeyen, bilginin en değerli varlık olduğunu benimseyen, bilgi birikimi ve bilim insanı kişiliği ile her zaman örnek olan çok değerli danışmanım Prof. Dr. Sefa DURMUŞ'a en içten dileklerle teşekkürlerimi sunarım.

Hayatın her noktasında olduğu gibi doktora sürecinde de bana anlayış ile yaklaşan, emek ve özveri gösteren, her zaman desteklerini hissettiğim sevgili ailem: babam Hüseyin ÖZDİNÇER'e, annem Gülsel ÖZDİNÇER'e, ablalarım Prof. Dr. Sevda ARSLAN, Sermin CAN ve Pervin ACAR'a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Bu tezin yürütülmesine önerileri ile katkı sağlayan tez izleme jüri üyelerim Doç. Dr. Ahmet DEMİR ve Doç. Dr. Alparslan ATAHAN'a teşekkür ederim.

Doktora eğitimim boyunca her zaman desteğini ve yardımını hissettiğim değerli Dr. Aslıhan DALMAZ'a ve doktora öğrencisi Kübra ZENKİN'e teşekkür ederim.

Tez çalışması kapsamındaki korozyon deneylerinde, emeğini esirgemeyen değerli arkadaşım Dr. Ertuğrul KAYA'ya teşekkür ederim.

Tez çalışmalarımı yürütürken vermiş olduğu destekler için 3-S Mühendislik Müşavirlik San. ve Tic. A.Ş.'ye teşekkürlerimi sunarım.

Bu tez çalışması, Düzce Üniversitesi BAP-2021.05.03.1156 numaralı Bilimsel Araştırma Projesiyle desteklenmiştir.

Bu tez çalışması, YÖK 100/2000 "Sürdürülebilir ve Akıllı Kentler" öncelikli alanlar doktora burs programı tarafından desteklenmiştir.

**21 Aralık 2023**

**Mesut ÖZDİNÇER**

# İÇİNDEKİLER

## Sayfa No

<b>ŞEKİL LİSTESİ</b> .....	<b>viii</b>
<b>ÇİZELGE LİSTESİ</b> .....	<b>xi</b>
<b>KISALTMALAR</b> .....	<b>xii</b>
<b>SİMGELER</b> .....	<b>xiii</b>
<b>ÖZET</b> .....	<b>xiv</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>xv</b>
<b>EXTENDED ABSTRACT</b> .....	<b>xvi</b>
<b>1. GİRİŞ</b> .....	<b>1</b>
<b>1.1. NANOTEKNOLOJİ VE NANOMALZEMELER</b> .....	<b>1</b>
<b>1.2. NANOPARTİKÜLLER VE ÖNEMİ</b> .....	<b>2</b>
<b>1.3. NANOPARTİKÜLLERİN BULK MALZEMELERDEN FARKLARI</b> .....	<b>4</b>
<b>1.4. METAL OKSİT NANOPARTİKÜLLER</b> .....	<b>5</b>
<b>1.4.1. Metal Oksit Nanopartiküllerin Sentez Yöntemleri</b> .....	<b>6</b>
<i>1.4.1.1. Kimyasal Buhar Biriktirme Yöntemi</i> .....	<i>7</i>
<i>1.4.1.2. Sonokimyasal Yöntem</i> .....	<i>8</i>
<i>1.4.1.3. Mikrodalga ile Sentez Yöntemi</i> .....	<i>9</i>
<i>1.4.1.4. Sol-jel Sentez Yöntemi</i> .....	<i>10</i>
<i>1.4.1.5. Birlikte Çöktürme Yöntemi</i> .....	<i>11</i>
<i>1.4.1.6. Mikroemülsiyonlar</i> .....	<i>12</i>
<i>1.4.1.7. Hidrotermal Sentez Yöntemi</i> .....	<i>12</i>
<b>1.4.2. Metal Oksit Nanopartiküllerin Karakterizasyonu</b> .....	<b>13</b>
<b>1.5. NANOAKIŞKANLAR</b> .....	<b>15</b>
<b>1.5.1. Nanoakışkan Üretiminde Kullanılan Yöntemler</b> .....	<b>16</b>
<i>1.5.1.1. Tek Adım Yöntemi</i> .....	<i>17</i>
<i>1.5.1.2. İki Adım Yöntemi</i> .....	<i>17</i>
<b>1.5.2. Nanoakışkanların Kararlılık Mekanizmaları</b> .....	<b>18</b>
<b>1.5.3. Nanoakışkanlarda Dispersiyon Kararlılığının Değerlendirilmesi</b> .....	<b>19</b>
<i>1.5.3.1. Görsel İnceleme veya Sedimentasyon Fotoğraflama Yöntemi</i> .....	<i>20</i>
<i>1.5.3.2. Santrifüjleme Tekniği Yöntemi</i> .....	<i>21</i>
<i>1.5.3.3. Zeta Potansiyeli ile Ölçme Yöntemi</i> .....	<i>21</i>
<i>1.5.3.4. Spektral Absorbans Ölçme Yöntemi</i> .....	<i>21</i>
<i>1.5.3.5. Elektron Mikroskobu Yöntemi</i> .....	<i>22</i>
<b>1.5.4. Nanoakışkanların Kararlılığını Artırma Teknikleri</b> .....	<b>22</b>
<b>1.5.5. Nanoakışkanların Uygulama Alanları</b> .....	<b>24</b>
<i>1.5.5.1. Endüstriyel Soğutma Uygulamaları</i> .....	<i>25</i>
<i>1.5.5.2. Bina Soğutma Sistemleri</i> .....	<i>25</i>
<i>1.5.5.3. Güneş Panelleri ve Kollektör Uygulamaları</i> .....	<i>26</i>
<i>1.5.5.4. Ulaşım Uygulamaları</i> .....	<i>27</i>

<b>1.6. AKILLI KENTLER .....</b>	<b>27</b>
<b>1.7. KOROZYON .....</b>	<b>30</b>
<b>1.7.1. Korozyon Mekanizması .....</b>	<b>30</b>
<b>1.7.2. Karbon Çeliğinde Korozyon .....</b>	<b>30</b>
<b>1.7.3. Soğutma Sistemlerinde Korozyon .....</b>	<b>31</b>
1.7.3.1. Soğutma Sistemlerinde Karbon Çeliğinin Korozyonu .....	31
1.7.3.2. Soğutma Sistemlerinde Kullanılan Korozyon İnhibitörleri .....	32
<b>2. LİTERATÜR ÇALIŞMALARI .....</b>	<b>33</b>
<b>3. MATERYAL VE YÖNTEM .....</b>	<b>36</b>
<b>3.1. MATERYAL .....</b>	<b>36</b>
<b>3.1.1. Metal Oksit NP'lerin Hazırlanmasında Kullanılan Kimyasallar .....</b>	<b>36</b>
<b>3.1.2. Nanoakışkanların Hazırlanmasında Kullanılan Kimyasallar .....</b>	<b>36</b>
<b>3.1.3. Korozyon Testlerinde Kullanılan Malzemeler .....</b>	<b>37</b>
<b>3.1.4. Kullanılan Cihazlar .....</b>	<b>38</b>
<b>3.2. YÖNTEM .....</b>	<b>39</b>
<b>3.2.1. Metal Oksit Nanopartiküllerinin Sentez Yöntemleri.....</b>	<b>39</b>
3.2.1.1. ( $M^{2+} = Zn, Ni, Cu$ ) Oksit Nanopartiküllerinin Sentezi .....	39
3.2.1.2. ( $M^{3+} = Co, Fe, Mn, Cr$ ) Oksit Nanopartiküllerinin Sentezi .....	40
3.2.1.3. ( $M^{3+, 2+} = Co, Fe, Mn$ ) Oksit Nanopartiküllerinin Sentezi .....	41
3.2.1.4. Titanyum (IV) Oksit Nanopartiküllerinin Sentezi .....	41
<b>3.2.2. Nanoakışkanların Hazırlanması.....</b>	<b>42</b>
<b>3.2.3. Elektrokimyasal Deneylerin Yapılışı.....</b>	<b>42</b>
<b>4. BULGULAR VE TARTIŞMA .....</b>	<b>44</b>
<b>4.1. METAL OKSİT NANOPARTİKÜLLERİNE AİT ANALİZLERİN DEĞERLENDİRİLMESİ.....</b>	<b>44</b>
<b>4.1.1. Çinko (II) Oksit NP'lerine Ait Analizlerin Değerlendirilmesi.....</b>	<b>44</b>
4.1.1.1. Mikrodalga Destekli Birlikte Çöktürme Yöntemi.....	44
4.1.1.2. Ultrasonik Destekli Birlikte Çöktürme Yöntemi .....	47
<b>4.1.2. Bakır (II) Oksit NP'lerine Ait Analizlerin Değerlendirilmesi.....</b>	<b>47</b>
4.1.2.1. Mikrodalga Destekli Birlikte Çöktürme Yöntemi.....	47
4.1.2.2. Ultrasonik Destekli Birlikte Çöktürme Yöntemi .....	50
<b>Nikel (II) Oksit NP'lerine Ait Analizlerin Değerlendirilmesi .....</b>	<b>51</b>
4.1.2.3. Mikrodalga Destekli Birlikte Çöktürme Yöntemi.....	51
4.1.2.4. Ultrasonik Destekli Birlikte Çöktürme Yöntemi .....	53
<b>4.1.3. Kobalt (III) Oksit NP'lerine Ait Analizlerin Değerlendirilmesi.....</b>	<b>54</b>
4.1.3.1. Mikrodalga Destekli Birlikte Çöktürme Yöntemi.....	54
4.1.3.2. Ultrasonik Destekli Birlikte Çöktürme Yöntemi .....	56
<b>4.1.4. Demir (III) Oksit NP'lerine Ait Analizlerin Değerlendirilmesi.....</b>	<b>57</b>
4.1.4.1. Mikrodalga Destekli Birlikte Çöktürme Yöntemi.....	57
4.1.4.2. Ultrasonik Destekli Birlikte Çöktürme Yöntemi .....	59
<b>4.1.5. Mangan (III) Oksit NP'lerine Ait Analizlerin Değerlendirilmesi.....</b>	<b>60</b>
<b>4.1.6. Krom (III) Oksit NP'lerine Ait Analizlerin Değerlendirilmesi.....</b>	<b>62</b>
<b>4.1.7. Kobalt (II,III) Oksit NP'lerine Ait Analizlerin Değerlendirilmesi.....</b>	<b>64</b>
<b>4.1.8. Demir (II,III) Oksit NP'leri Analizlerinin Değerlendirilmesi.....</b>	<b>66</b>
<b>4.1.9. Mangan (II,III) Oksit NP'leri Analizlerinin Değerlendirilmesi .....</b>	<b>69</b>

4.1.10. Titanyum (IV) Oksit NP'leri Analizlerinin Değerlendirilmesi .....	71
4.2. NANOAKIŞKANLARIN KARARLILIĞININ DEĞERLENDİRİLMESİ .	73
4.3. NANOAKIŞKANLARIN EIS ANALİZİ SONUÇLARININ DEĞERLENDİRİLMESİ .....	83
4.3.1. EIS Analizi Sonuçlarının Değerlendirilmesi.....	83
4.3.2. Yüzey Morfolojisi Sonuçlarının Değerlendirilmesi.....	87
5. SONUÇ .....	90
6. KAYNAKLAR .....	92
7. EKLER .....	105
7.1. EK 1: ULTRASONİK DESTEKLİ BİRLİKTE ÇÖKTÜRME METODUNA AİT FT-IR SPEKTRUMLARI.....	105
7.2. EK 2: ULTRASONİK DESTEKLİ BİRLİKTE ÇÖKTÜRME METODUNA AİT XRD ANALİZLERİ .....	106
ÖZGEÇMİŞ .....	109

## ŞEKİL LİSTESİ

### Sayfa No

Şekil 1.1. Nanopartiküllerin sınıflandırılmasına ait bazı örnekler.....	3
Şekil 1.2. Metal oksit NP'lerin sentez yöntemlerinin genel gösterimi. ....	7
Şekil 1.3. Mikrodalga yöntemi ile NP oluşumunun şematik gösterimi. ....	10
Şekil 1.4. Sol-jel yöntemi ile nanopartikül hazırlanmasının şematik gösterimi. ....	11
Şekil 1.5. Metal oksit nanopartiküllerin karakterizasyon yöntemleri. ....	14
Şekil 1.6. Nanoakışkanların hazırlanma basamakları. ....	15
Şekil 1.7. Tek adım yöntemiyle nanoakışkanların hazırlanması. ....	17
Şekil 1.8. İki adım yöntemiyle nanoakışkanların hazırlanması. ....	18
Şekil 1.9. Nanoakışkanlar için stabilizasyon mekanizmalarının şeması: elektrostatik ve sterik stabilizasyon. ....	18
Şekil 1.10. Sedimentasyon yöntemi ile NF'lerin kararlılığının değerlendirilmesi. ....	20
Şekil 1.11. Nanoakışkan içinde bulunan parçacığın şematik gösterimi. ....	21
Şekil 1.12. Nanoakışkanların stabilite sorunları ve kararlılığını artırma teknikleri.....	23
Şekil 1.13. Nanoakışkanların günlük hayattaki bazı uygulama alanları. ....	24
Şekil 1.14. Sistem bileşenlerinin temsili gösterimi.....	26
Şekil 1.15. Isı transfer sistemlerinde nanoakışkanların yaşam döngüsü değerlendirme süreçleri. ....	29
Şekil 1.16. Demir-su sistemi için Pourbaix diyagramı (25 °C). ....	31
Şekil 2.1. Nanoakışkanların bir pompanın dişlileri üzerindeki etkisi: yeni dişli (solda), TiO <sub>2</sub> nanoakışkan ile temas eden (ortada) ve Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> nanoakışkan ile temas eden dişlilerin (sağda) görüntüsü. ....	34
Şekil 3.1. Elektrokimyasal testte kullanılan hücre düzeneği ve çalışma elektrodunun şematik gösterimi. ....	37
Şekil 3.2. Çalışmada kullanılan cihazların kullanım amaçları ve görselleri.....	38
Şekil 3.3. Sentezlenen çinko bileşiği ve nikel bileşiğinin 10x optik mikroskoptaki görüntüleri. ....	39
Şekil 3.4. Ultrasonik destekli birlikte çöktürme sentez yönteminin temsili gösterimi. ..	40
Şekil 4.1. ZnO NP'lerin kalsinasyon işlemi a) sonrası, b) öncesi FT-IR spektrumları ..	44
Şekil 4.2. ZnO NP'lerinin XRD kırınım deseni.....	45
Şekil 4.3. ZnO NP'lerine ait farklı boyutlardaki (a) 3µm, (b) 500 nm, (c) 300 nm SEM görüntüleri ve (d) EDX spektrumu. ....	46
Şekil 4.4. ZnO nanoplakalara ait farklı boyutlardaki (a) 3µm, (b) 500 nm, (c) 300 nm SEM görüntüleri ve (d) EDX spektrumu. ....	47
Şekil 4.5. CuO NP'lerin kalsinasyon işlemi a) sonrası, b) öncesi FT-IR spektrumları ..	48
Şekil 4.6. CuO NP'lerinin XRD kırınım deseni. ....	48
Şekil 4.7. CuO NP'lerine ait farklı boyutlardaki (a) 1 µm, (b) 500 nm, (c) 400 nm SEM görüntüleri ve (d) EDX spektrumu. ....	49
Şekil 4.8. CuO NP'lerine ait farklı boyutlardaki (a) 1 µm, (b) 500 nm, (c) 300 nm SEM görüntüleri ve (d) EDX spektrumu. ....	50
Şekil 4.9. NiO NP'lerin kalsinasyon işlemi a) sonrası, b) öncesi FT-IR spektrumları... ..	51
Şekil 4.10. NiO NP'lerinin XRD kırınım deseni. ....	52
Şekil 4.11. NiO NP'lerine ait farklı boyutlardaki (a) 500 nm, (b) 400 nm, (c) 300 nm SEM görüntüleri ve (d) EDX spektrumu. ....	52
Şekil 4.12. NiO NP'lerine ait farklı boyutlardaki (a) 500 nm, (b) 400 nm SEM görüntüleri ve (c) EDX spektrumu.....	53

Şekil 4.13. Co <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NP'lerin kalsinasyon işlemi a) sonrası, b) öncesi FT-IR spektrumları.....	54
Şekil 4.14. Co <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NP'lerinin XRD kırınım deseni.....	55
Şekil 4.15. Co <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NP'lerine ait farklı boyutlardaki (a) 1µm, (b) 500 nm, (c) 400 nm SEM görüntüleri ve (d) EDX spektrumu. ....	56
Şekil 4.16. Co <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NP'lerine ait farklı boyutlardaki (a) 1µm, (b) 500 nm, (c) 300 nm SEM görüntüleri ve (d) EDX spektrumu. ....	56
Şekil 4.17. α-Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NP'lerin kalsinasyon işlemi a) sonrası, b) öncesi FT-IR spektrumları.....	57
Şekil 4.18. α-Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NP'lerinin XRD kırınım deseni.....	58
Şekil 4.19. α-Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NP'lerine ait farklı boyutlardaki (a) 1µm, (b) 500 nm, (c) 300 nm SEM görüntüleri ve (d) EDX spektrumu. ....	59
Şekil 4.20. α-Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NP'lerine ait farklı boyutlardaki (a) 1µm, (b) 500 nm, (c) 300 nm SEM görüntüleri ve (d) EDX spektrumu. ....	59
Şekil 4.21. Mn <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NP'lerin kalsinasyon işlemi a) sonrası, b) öncesi FT-IR spektrumları.....	60
Şekil 4.22. Mn <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NP'lerinin XRD kırınım deseni.....	61
Şekil 4.23. Mn <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NP'lerine ait farklı boyutlardaki (a) 500 nm, (b) 400 nm SEM görüntüleri ve (c) EDX spektrumu.....	61
Şekil 4.24. Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NP'lerin kalsinasyon işlemi a) sonrası, b) öncesi FT-IR spektrumları.....	62
Şekil 4.25. Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NP'lerinin XRD kırınım deseni.....	63
Şekil 4.26. Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NP'lerine ait farklı boyutlardaki (a) ve (b) 500 nm, (c) 300 nm SEM görüntüleri ve (d) EDX spektrumu.....	63
Şekil 4.27. Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub> NP'lerin kalsinasyon işlemi a) sonrası, b) öncesi FT-IR spektrumları.....	64
Şekil 4.28. Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub> NP'lerinin XRD kırınım deseni.....	65
Şekil 4.29. Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub> NP'lerine ait farklı boyutlardaki (a) 1µm, (b) 500 nm, (c) 400 nm SEM görüntüleri ve (d) EDX spektrumu. ....	66
Şekil 4.30. Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> NP'lerin kalsinasyon işlemi a) sonrası, b) öncesi FT-IR spektrumları.....	67
Şekil 4.31. Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> NP'lerinin XRD kırınım deseni. ....	67
Şekil 4.32. Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> NP'lerine ait farklı boyutlardaki (a) 1µm, (b) 500 nm, (c) 300 nm SEM görüntüleri ve (d) EDX spektrumu. ....	68
Şekil 4.33. Mn <sub>3</sub> O <sub>4</sub> NP'lerin kalsinasyon işlemi a) sonrası, b) öncesi FT-IR spektrumları.....	69
Şekil 4.34. Mn <sub>3</sub> O <sub>4</sub> NP'lerinin XRD kırınım deseni.....	70
Şekil 4.35. Mn <sub>3</sub> O <sub>4</sub> NP'lere ait farklı boyutlardaki (a) 1µm, (c) 500 nm SEM görüntüleri ve (c) EDX spektrumu.....	70
Şekil 4.36. TiO <sub>2</sub> NP'lerin kalsinasyon işlemi a) sonrası, b) öncesi FT-IR spektrumları. ....	71
Şekil 4.37. TiO <sub>2</sub> NP'lerinin XRD kırınım deseni. ....	72
Şekil 4.38. TiO <sub>2</sub> NP'lere ait farklı boyutlardaki (a) 1µm, (b) 500 nm, (c) 300 nm SEM görüntüleri ve (d) EDX spektrumu.....	72
Şekil 4.39. KS sürfaktanı kullanılarak hazırlanan ZnO NF'lerin (a) 1 ve (b) 24 saat sonraki görüntüleri. ....	74
Şekil 4.40. PVP sürfaktanı kullanılarak hazırlanan ZnO NF'lerin (a) 1 ve (b) 24 saat sonraki görüntüleri. ....	75
Şekil 4.41. KS sürfaktanı kullanılarak hazırlanan NiO NF'lerin (a) 1 ve (b) 24 saat sonraki görüntüleri. ....	76

Şekil 4.42. PVP sürfaktanı kullanılarak hazırlanan NiO NF'lerin (a) 1 ve (b) 24 saat sonraki görüntüleri. ....	77
Şekil 4.43. PVP sürfaktanı kullanılarak hazırlanan CuO NF'lerin (a) 1 ve (b) 24 saat sonraki görüntüleri. ....	78
Şekil 4.44. PVP sürfaktanı kullanılarak hazırlanan Co <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NF'lerin (a) 1 ve (b) 24 saat sonraki görüntüleri. ....	79
Şekil 4.45. PVP sürfaktanı kullanılarak hazırlanan Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NF'lerin 3 saat sonundaki görüntüleri. ....	80
Şekil 4.46. KS sürfaktanı kullanılarak hazırlanan Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NF'lerin (a) 1 ve (b) 24 saat sonraki görüntüleri. ....	81
Şekil 4.47. PVP sürfaktanı kullanılarak hazırlanan Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NF'lerin (a) 1 ve (b) 24 saat sonraki görüntüleri. ....	82
Şekil 4.48. KS sürfaktanı kullanılarak hazırlanan TiO <sub>2</sub> NF'lerin (a) 1 ve (b) 24 saat sonraki görüntüleri. ....	83
Şekil 4.49. St37 metalinin ZnO NP'leri ile hazırlanan NF çözeltisi ortamında elde edilen Nyquist, Bode-Angle diyagramları ve eşdeğer devre modeli. ....	84
Şekil 4.50. St37 metalinin farklı konsantrasyonlarda hazırlanan NiO NF çözeltisi ortamında elde edilen Nyquist diyagramı ve faz açısı diyagramı. ....	85
Şekil 4.51. St37 metalinin farklı konsantrasyonlarda hazırlanan Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NF çözeltisi ortamında elde edilen Nyquist diyagramı ....	86
Şekil 4.52. St37 metalinin deney öncesi SEM- EDX ve EDAX element haritalama mikrografların görüntüleri. ....	87
Şekil 4.53. St37 metalinin SCW temel akışkan içerisinde deney sonrası alınan SEM- EDX ve EDAX element haritalama mikrografların görüntüleri. ....	88
Şekil 4.54. St37 metalinin %0,05 ZnO NP ilaveli hazırlanan NF içerisinde EIS deneyi sonrası alınan SEM- EDX ve EDAX element haritalama mikrograflarının görüntüleri. ....	88
Şekil 7.1. ZnO NP'lerine ait FT-IR spektrumu. ....	105
Şekil 7.2. CuO NP'lerine ait FT-IR spektrumu. ....	105
Şekil 7.3. NiO NP'lerine ait FT-IR spektrumu. ....	105
Şekil 7.4. Co <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NP'lerine ait FT-IR spektrumu. ....	106
Şekil 7.5. Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NP'lerine ait FT-IR spektrumu. ....	106
Şekil 7.6. ZnO NP'lerine ait XRD kırınım deseni. ....	106
Şekil 7.7. CuO NP'lerine ait XRD kırınım deseni. ....	107
Şekil 7.8. NiO NP'lerine ait XRD kırınım deseni. ....	107
Şekil 7.9. Co <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NP'lerine ait XRD kırınım deseni. ....	107
Şekil 7.10. Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NP'lerine ait XRD kırınım deseni. ....	108

## ÇİZELGE LİSTESİ

### Sayfa No

Çizelge 3.1.Çalışmada kullanılan reaktifler ve temin edildikleri firmalar. ....	36
Çizelge 3.2. Temel akışkan olarak SCW'nun kimyasal içeriği .....	37
Çizelge 3.3. Düşük karbon çeliğinin kimyasal bileşimi (Kütlece %). ....	37
Çizelge 3.4. SCW baz sıvısının bazı fiziksel özellikleri. ....	42
Çizelge 4.1. KS sürfaktanı kullanılarak hazırlanan ZnO NF'lerin bileşenleri.....	74
Çizelge 4.2. PVP sürfaktanı kullanılarak hazırlanan ZnO NF'lerin bileşenleri. ....	75
Çizelge 4.3. KS sürfaktanı kullanılarak hazırlanan NiO NF'lerin bileşenleri. ....	76
Çizelge 4.4. PVP sürfaktanı kullanılarak hazırlanan NiO NF'lerin bileşenleri.....	77
Çizelge 4.5. PVP sürfaktanı kullanılarak hazırlanan CuO NF'lerin bileşenleri. ....	78
Çizelge 4.6. PVP sürfaktanı kullanılarak hazırlanan Co <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NF'lerin bileşenleri. ....	79
Çizelge 4.7. PVP sürfaktanı kullanılarak hazırlanan α-Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NF'lerin bileşenleri.....	80
Çizelge 4.8. KS sürfaktanı kullanılarak hazırlanan Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NF'lerin bileşenleri. ....	80
Çizelge 4.9. PVP sürfaktanı kullanılarak hazırlanan Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> NF'lerin bileşenleri. ....	81
Çizelge 4.10. KS sürfaktanı kullanılarak hazırlanan TiO <sub>2</sub> NF'lerin bileşenleri. ....	82
Çizelge 4.11. Farklı konsantrasyonlarda hazırlanan ZnO NF'ler içerisindeki St37 metalinin EIS sonuçları. ....	84
Çizelge 4.12. Farklı konsantrasyonlarda hazırlanan NiO NF'ler içerisindeki St37 metalinin 2 saat sonundaki EIS sonuçları. ....	86

## KISALTMALAR

AFM	Atomik kuvvet mikroskobu
AZ	Arap zankı
CNT	Karbon nano tp
CVD	Kimyasal buhar biriktirme
EDX	Enerji dispersif X-ıřınları
EIS	Elektrokimyasal empedans spektroskopisi
FT-IR	Fourier dnřml kızılltesi spektroskopisi
IE	İnhibitr etkinlięi
JCPDS	Toz kırınım standartları ortak komitesi
KS	Ksantan sakızı
LCA	Yařam dngs deęerlendirmesi
M	Metal
NF	Nanoakıřkan
NP	Nanopartikl
PDP	Potansiyodinamik polarizasyon
Peg-400	Polietilen glikol 400
PoliDADMAC	Poli dialil dimetil amonyum klorr
PV/T	Fotovoltatik termal kollektrler
PVP	Polivinilpirolidon
rpm	Dakikadaki devir sayısı
SCW	Yapay soęutma sıvısı
SDBS	Sodyum dodesil benzen slfonat
SEM	Taramalı elektron mikroskobu
TEM	Geçirimli elektron mikroskobu
UV-Vis	Ultraviyole-Grnr blge spektroskopisi
XRD	X-ıřını difraktometresi

## SİMGELER

$\Omega$	Ohm
Å	Ångström
keV	Kiloelektronvolt
kHz	Kilohertz
M	Molarite
mg	miligram
MHz	Megahertz
mL	Mililitre
mV	Milivolt
nm	Nanometre
Q	Sabit faz elemanı
$R_{ct}$	Yük transfer direnci
$R_p$	Polarizasyon direnci
$R_s$	Çözelti direnci
$Z_{im}$	Hayali empedans
$Z_{re}$	Gerçek empedans
$\mu\text{m}$	Mikrometre
$\mu\text{S}$	Mikrosiemens

## ÖZET

# NANO METAL OKSİTLERİN SENTEZİ, YAPAY SOĞUTMA SUYU BAZLI NANOAKIŞKANLARIN ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI VE AKILLI KENT TEKNOLOJİLERİNDE UYGULANABİLİRLİĞİ

Mesut ÖZDİNÇER

Düzce Üniversitesi

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Disiplinlerarası Kompozit Malzeme Teknolojileri  
Anabilim Dalı

Doktora Tezi

Danışman: Prof. Dr. Sefa DURMUŞ

Aralık 2023, 108 sayfa

Kentleşme ve sanayileşmenin artmasıyla birlikte çevre ile ilgili endişeler artmaktadır. Bu durum, sürekli artan enerji talebiyle birleşince, teknolojik alanlarda enerji verimliliğini artırmaya yönelik çalışmaların önemi daha da belirgin hale gelmiştir. Sürdürülebilir teknolojiler daha az enerji tüketerek, çevresel sürdürülebilirlik, enerji verimliliği, çevre kirliliği gibi olumsuzlukların üstesinden gelebilmek için nano boyutlu malzemelere olan ilgi istikrarlı bir şekilde artmaktadır. Yüksek termal iletkenliğe sahip metal oksit esaslı nano yapıların akışkanlara eklenmesiyle özelliklerinin gelişmesine imkân vermektedir. Nanoakışkanların sahip oldukları termal performanslarının yanı sıra anti-korozyon potansiyelleriyle de dikkat çekmektedirler bu bağlamda sürdürülebilir ve akıllı kent sistemlerinde kullanıldıklarında, enerji tüketimini azaltarak çevresel etkilere katkı sağlayabilirler. Tez çalışması kapsamında, çeşitli nano metal oksitlerin sentezi gerçekleştirildi ve bu nano metal oksitlerin yapıları X-ışını kırınım analizi (XRD), Fourier dönüşümlü kızılötesi (FT-IR) spektroskopisi, Enerji dağılımlı x-ışını (EDX) spektroskopisi gibi yöntemlerle karakterize edildi. Ayrıca, morfolojileri Taramalı elektron mikroskobu (SEM) ile incelendi. Daha sonra yapay soğutma suyu bazlı temel akışkana ağırlıkça farklı oranlarda sentezlenen nano metal oksitler ilave edilerek nanoakışkanlar hazırlandı. Elde edilen nanoakışkanların elektrokimyasal özellikleri araştırıldı ve sürdürülebilir ve akıllı şehirlerde katma değerli ürünler olarak uygulanabilirliği değerlendirildi.

**Anahtar Sözcükler:** Metal oksit, Nanoyapılar, Nanoakışkanlar, Akıllı kentler.

## ABSTRACT

### SYNTHESIS OF NANO METAL OXIDES, INVESTIGATION OF ELECTROCHEMICAL PROPERTIES OF SIMULATED COOLING WATER BASED NANOFLUIDS AND APPLICABILITY IN SMART CITY TECHNOLOGIES

Mesut ÖZDİNÇER

Düzce University

Graduate School, Department of Composite and Material Technologies

Doctoral Thesis

Supervisor: Prof. Dr. Sefa DURMUŞ

December 2023, 108 pages

With the increase in urbanization and industrialization, environmental concerns are increasing. When this situation is combined with the ever-increasing energy demand, the importance of studies to increase energy efficiency in technological fields has become more evident. Sustainable technologies consume less energy and the interest in nano-sized materials is steadily increasing in order to overcome the negativities such as environmental sustainability, energy efficiency and environmental pollution. The addition of metal oxide-based nanostructures with high thermal conductivity to fluids allows the development of their properties. In addition to the thermal performance of nanofluids, they also attract attention with their anti-corrosion potential. In this context, when used in sustainable and smart city systems, they can contribute to environmental impacts by reducing energy consumption. Within the scope of this thesis, various nano metal oxides were synthesized and their structures were characterized by X-ray diffraction analysis (XRD), Fourier transform infrared (FT-IR) spectroscopy, energy dispersive X-ray (EDX) spectroscopy. In addition, their morphology was analyzed by scanning electron microscopy (SEM). Then, nanofluids were prepared by adding synthesized nano metal oxides at different ratios by weight to the base fluid based on stimulated cooling water. The electrochemical properties of the obtained nanofluids were investigated and their applicability as value-added products in sustainable and smart cities was evaluated.

**Keywords:** Metal oxide, Nanostructure, Nanofluids, Smart cities.

## **EXTENDED ABSTRACT**

### **SYNTHESIS OF NANO METAL OXIDES, INVESTIGATION OF ELECTROCHEMICAL PROPERTIES OF SIMULATED COOLING WATER BASED NANOFLUIDS AND APPLICABILITY IN SMART CITY TECHNOLOGIES**

Mesut ÖZDİNÇER

Düzce University

Graduate School, Composite and Material Technologies

Doctoral Thesis

Supervisor: Prof. Dr. Sefa DURMUŞ

December 2023, 108 pages

#### **1. INTRODUCTION**

Energy costs have been increasing rapidly in the last decade and there is a tremendous need for new types of heating/cooling fluids that will improve the thermal performance of the heating system and reduce the total energy size and consumption. In parallel with the recent developments in materials science, the discovery of the superior properties of metal oxide nanoparticles has attracted the attention of researchers. Metal oxide nanoparticles are mainly used in electronic and optical materials, gas sensors, solar cells and as photo-catalysts in the industry. With the help of the improved properties provided by nano metal oxides, it prevents damage to materials and reduces the need for maintenance and repair. Metal oxides are important in the preparation of nanofluids due to their advantages such as relatively low density, chemical stability and high thermal conductivity. Nanofluids have many applications in power plants, cooling and heating systems of buildings, air conditioning systems of vehicles. Nanotechnology reduces the number of productions steps, makes a positive contribution to the economy by providing a significant reduction in resource conservation, raw material, energy consumption and thus CO<sub>2</sub> emissions. Air pollution caused by poor quality fuels, irregular urbanization, reduction of green cover and exhaust gases adversely affect the health of people living in cities. Therefore, it is necessary to create a conscious understanding of urbanization. This study presents nanofluids prepared with varying concentrations of metal oxide nanoparticles as environmentally friendly inhibitors of St37 steel corrosion for use in cooling systems. The corrosion inhibition mechanism of the prepared nanofluids between SCW solution and St37 steel surface is proposed. Nano metal oxides were synthesized

using microwave and ultrasonically assisted co-precipitation methods and nanofluids were prepared in SCW base liquid at different nanoparticle concentrations. The corrosion inhibition potential of the synthesized nanofluids was investigated on St37 steel using EIS measurements. The adsorption of SCW and prepared nanofluids on St37 steel surface was investigated by surface analysis (SEM) and elemental compositions (EDX and elemental mapping). Our research provides new possible considerations for nanofluids in adsorption theory and may enable the design of corrosion inhibitors in cooling systems.

## **2. MATERIAL AND METHODS**

Metal nitrate salt at a concentration of 0.1 M, 25 mL of distilled water, and 5 mL of PEG 400 or PVP dispersing agents were dissolved in a heat-resistant beaker using a microwave oven. This process resulted in a transparent solution. Subsequently, a 0.2 M NaOH solution was slowly added drop by drop to the solution at room temperature and mixed using a magnetic stirrer. The solution was then subjected to an 8-minute treatment in a 90 W microwave oven, with each period lasting one minute to ensure controlled reaction. After the reaction, the resulting precipitate was allowed to cool at room temperature, followed by centrifugation at 6000 rpm to separate the solid product from the solution mixture. The solid product was then washed three times with distilled water and centrifuged again to remove impurities formed during the reaction. The washed particles were dried in an oven at 70 °C. Then, the dried sample was calcined in a muffle furnace at target temperature to synthesize the nanoparticles. The synthesized nanoparticles were weighed on a balance with a sensitivity of 10<sup>-1</sup> mg to achieve the desired volumetric concentration. The nanofluids were prepared by mixing different concentrations of nano-sized metal oxide particles into the SCW base liquid for 30 minutes using a magnetic stirrer. Xanthan gum biopolymer or PVP surfactant was then added to the mixture, which was exposed to ultrasonic vibration for 2 hours to prevent agglomeration and enhance nanofluid stability. The solution was stirred again in a magnetic stirrer for 15 minutes to prepare the nanofluids. The stability of the prepared nanofluids was observed by storing them in 100 mL measuring cups with their mouths closed.

## **3. RESULTS AND DISCUSSIONS**

Within the scope of the thesis study, nano metal oxides were synthesized using microwave and ultrasonic wave assisted synthesis methods. FT-IR and UV-Vis spectra

and EDX analyses of the synthesized compounds were performed for structural characterization. SEM images of different sizes were taken to examine the surface and morphological properties of the obtained compounds. Analyses performed at different points showed that only metal and oxygen elements were present in the structure and there was no impurity formation in the material. In the section of preparation of nanofluids, an inorganic nanoparticle, which were synthesized and structurally characterized, were used industrially to prepare the coolant in artificial media. The electrochemical behaviors of the nanofluids prepared with different surfactants with the coolant in the prepared artificial environment were investigated in St37 steel. When the Nyquist diagrams obtained in SCW and nanofluid solutions were examined, the addition of nano metal oxide showed significant inhibition against corrosion compared to the base fluid.

#### **4. CONCLUSION AND OUTLOOK**

The first stage involved synthesizing nano transition metal oxides using microwave and ultrasonic wave assisted methods. While both methods yielded similar particle sizes, the ultrasonically assisted method was found to be more effective in producing a homogeneous structure. The synthesized nano metal oxides were then characterized using FT-IR, XRD, and EDX analyses, as well as SEM imaging for surface and morphological properties. In the second phase, nanofluids were prepared by incorporating the characterized inorganic nanoparticles into the SCW base fluid at varying concentrations. The stability of the nanofluids was enhanced using xanthan gum and PVP surfactants. This study has contributed valuable insights to the literature by highlighting the commercial accessibility, biodegradability, and hydrophilic nature of the nanofluids, making them suitable for various applications. Furthermore, the corrosion inhibition properties of the prepared nanofluids against St37 steel, commonly used in cooling systems, were investigated. The results from the EIS method demonstrated that the addition of nano metal oxides reduced the corrosion rate of St37 steel. All Nyquist curves exhibited similar capacitive cycles, indicating a consistent corrosion mechanism.

# 1. GİRİŞ

## 1.1. NANOTEKNOLOJİ VE NANOMALZEMELER

Nanoteknoloji, yirmi birinci yüzyılın heyecan verici ve umut vadeden teknolojilerinden biri olarak kabul edilir ve atom gruplarının yanı sıra moleküllerin de nanometre seviyelerinde ele alındığı, gelişmekte olan disiplinler arası bir araştırma alanıdır [1]–[3]. Nanometre mertebesindeki uzunluk ölçeklerine kritik derecede bağlı özelliklere sahip malzemelerin sistematik çalışması olarak tanımlanabilir. Bu tür yeni ve geliştirilmiş özellikler, nano ölçekli malzemeleri, öncelikle iletişim [4], elektronik [5], [6], enerji [7], [8], çevre [8], eczacılık ve sağlık hizmetleri [9]–[11] gibi bir dizi alanda bilimsel ve teknolojik ilerlemeyi sağlamak için umut verici adaylar haline getirmektedir.

Nanoteknoloji sayesinde geliştirilen nano materyaller, nanometre ölçeğindeki yapıları ve parçacıkları içeren malzemeyi ifade eder. Nanomalzemeler nanopartikülleri, nanotelleri, nanomembranları ve üç boyutta nano ölçek aralığındaki malzemeleri içerir. Nano ölçekteki malzemeler, kuantum etkileri ve artan yüzey alanı nedeniyle yığın halindeki benzerlerine kıyasla farklı davranışlar sergileyebilmektedir [12], [13]. Örneğin iletken bakır, elektronların artan saçılması nedeniyle nano ölçekte elektriği etkili bir şekilde iletmezken [14], silikon dioksit kuantum sınırlama etkileri nedeniyle yalıtkan durumdan yarı iletken hale geçebilir. Bu özellikler nano boyutun, geniş spesifik yüzey alanlarının ve nanomalzemelerin yüksek yüzey enerjisi gibi özelliklerinin bir sonucudur. Özellikle, yeni nesil yüksek teknoloji malzemelerinin ortaya çıkması nedeniyle, nanomalzemelerle ilgilenen araştırma gruplarının sayısı katlanarak artmıştır. Nanomalzemeler özellikle tıp alanında; ilaç taşıyıcıları, görüntüleme araçları ve biyosensörler gibi birçok alanda büyük bir potansiyele sahiptir [11], [15]–[17]. İlaç taşıyıcıları olarak kullanıldıklarında, nanomalzemeler ilaçları hedeflenen bölgelere taşıyarak tedavi etkinliğini arttırabilir ve yan etkilerini azaltabilmektedir. Görüntüleme araçları olarak kullanıldıklarında, nanomalzemeler dokuların içindeki hedef bölgeleri daha net bir şekilde göstererek teşhis ve tedavi süreçlerini iyileştirebilmektedir [18], [19]. Biyosensörler olarak kullanıldıklarında ise, nanomalzemeler biyolojik molekülleri algılayarak hastalıkların erken teşhisini sağlayarak sağlık izleme sistemlerinde kullanılabilir [15].

Elektronik sektöründe, nanomalzemelerin kullanımı daha küçük ve hızlı transistörler, verimli güneş pilleri ve daha dayanıklı ekranlar gibi gelişmiş cihazların geliştirilmesine olanak tanımaktadır. Nanomalzemeler, elektronik bileşenlerin boyutunu küçültmek ve performansını artırmak için kullanılmaktadır. Bu sayede, daha güçlü ve hızlı işlemciler, verimli enerji dönüşümü sağlayan güneş pilleri ve daha dayanıklı ekranlar elde edilebilmiştir [5], [20].

Enerji sektöründe, nanomalzemelerin kullanımı daha etkili güneş hücreleri, verimli yakıt hücreleri, daha hafif ve dayanıklı bataryaların geliştirilmesine olanak sağlamıştır. Güneş hücrelerinde, nanomalzemeler güneş ışığını daha verimli bir şekilde yakalayabilmekte ve elektriğe dönüştürebilmektedir. Yakıt hücrelerinde ise, nanomalzemelerin yüksek yüzey alanı ve katalitik özellikleri nedeniyle daha verimli enerji üretimi sağlamaktadır. Ayrıca, nanomalzemelerin kullanımıyla daha hafif ve dayanıklı bataryalar geliştirilebilir, bu da taşınabilir elektronik cihazların performansını artırmaktadır [8], [21]–[23].

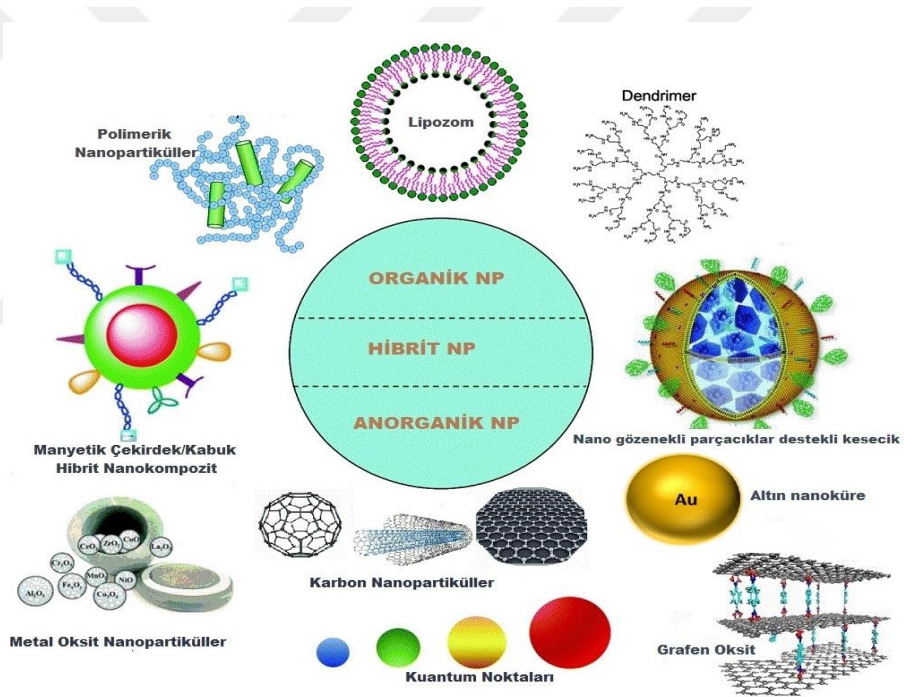
Nanomalzemelerin bu çeşitli uygulamaları, endüstriyel sektörlerde büyük bir potansiyel sunmaktadır. Bu teknoloji, tıp, elektronik ve enerji gibi alanlarda daha gelişmiş, verimli ve sürdürülebilir ürünlerin geliştirilmesine katkıda bulunmaktadır [24], [25].

Nano boyutlu malzemeler artık modern araştırmaların odak noktalarından biri haline gelmiştir. Nano ölçekteki yapıları tasarlamak, sentezlemek ve manipüle etmek için esrarengiz bir yetenek elde edilebilmektedir. Nanomalzemeler, mükemmel ve benzersiz optik, elektriksel, manyetik, katalitik, biyolojik veya mekanik özelliklerinden dolayı çeşitli uygulamalarda kullanımları son zamanlarda büyük ilgi görmektedir. Bu özellikler, malzemelerin ince ayarlanmış nano mimarilerinden ve nano yapılarından kaynaklanmaktadır. Bununla birlikte, nanomalzemelerin üretimi ve analizi zorlu olmaya devam etmektedir ve bu nedenle, tüm dünyada birçok araştırmacı tarafından nanoyapılar için yeni sentetik ve analitik yöntemler keşfetmek için sürekli çaba sarf edilmektedir. Bu nanomalzemelerin büyüleyici dünyası ve uygulama alanlarının çeşitliliği hayatımızdaki önemi ve yerini daha da artırmaktadır.

## **1.2. NANOPARTİKÜLLER VE ÖNEMİ**

Nanoteknoloji çok hızlı bir şekilde gelişmekte olan araştırma alanlarının başında gelmektedir ve nano ölçekli yeni malzemelerin araştırılması ve mühendisliğini içermektedir. Nanoteknoloji alanında kullanılan malzemelerin boyutları 1-100 nm

aralığındadır. Bu aralıkta bulunan veya elde edilen malzemeler nano yapılı malzemeler olarak tanımlanmaktadır [26], [27]. Nano yapılı malzemeler, boyutlarına bağlı olarak olağandışı özellikler ve işlevsellik sergileyerek, farklı teknolojilerde uygulama potansiyeline sahip oldukları için malzeme biliminde büyük önem kazanmışlardır. Ayrıca, disiplinlerarası araştırma alanlarında ortak bir noktayı oluşturmaktadırlar. Nanoyapıların kuantum boyut etkileri, elektronik yapısının boyut bağımlılığı, yüzey atomlarının benzersiz karakterleri ve yüksek yüzey/hacim oranına sahip olmaları gibi özellikler sergileyebilmeleri onları ön plana çıkarmıştır. Nanopartiküllerin reaktiflikleri boyutlarına, şekillerine (Şekil 1.1), yüzey bileşimlerine ve yüzey atomik dizilimlerine göre değişmektedir ki, nanopartiküllerin yüzey/hacim oranlarının yüksek olması, yapıya üstün mekanik, manyetik [28], [29], optik [30], termal ve elektriksel özellikler [31], [32] kazandırmaktadır.



Şekil 1.1. Nanopartiküllerin sınıflandırılmasına ait bazı örnekler.

Parçacıklar, nano parçacık kadar küçük boyutta olduklarında hem mekanik özellikleri hem de ışık ve diğer elektromanyetik ışınımlarla etkileşimi değişmektedir. Nano boyuttaki malzemeler, kütsel malzemenin özelliklerinden ya da malzemenin moleküler haldeki özelliklerinden oldukça farklı yeni özelliklere sahiptir. Malzemenin yüzey davranışı, kütsel malzeme davranışlarını baskılayıp önüne geçmektedir. 100 nanometreden daha küçük boyutta olan malzemeler, kütsel formda olan malzemelere göre toplam hacimlerine göre çok büyük oranda yüzeye sahiptir.

Makroskobik boyutlardan, nano boyutlara geçilmesi malzemelerin benzersiz özelliklere ve uygulamalara sahip olmasını sağlamaktadır. Kimyasal ve fiziksel özellikler, yapı büyüklüğüne ve atomik düzenlemeye, dışarıdan sisteme bağlanan yabancı atomun türüne ve konumuna bağlı olarak büyük ölçüde değişebilmektedir. Örneğin, opak olan bazı malzemeler şeffaf hale gelebilirken, yalıtkan olan bazı malzemeler ise nano boyutlarda iletkenlik özelliği kazanabilmektedir. Aynı zamanda kararlı malzemelerin, örneğin alüminyumun, nano boyutlarda yanıcı hale gelebilme potansiyeli bulunmaktadır [33]. Bu gibi üstün özelliklerinden dolayı nano boyutlu malzemeler üzerine gerçekleştirilen çalışmalar tek başına önemli bir disiplin olma doğrultusunda büyük bir gelişme göstermektedir.

Nanoteknoloji sayesinde, moleküler düzeyde modern malzemelerin geliştirilmesi kabiliyeti elde edilebilmektedir. Ayrıca, atomik düzeyde yapılan incelemeler sayesinde her atom-atom etkileşiminin fiziksel özelliklerini belirleyerek yeni malzemelerin sentezlenmesi mümkün hale gelmiştir. Nanoteknolojinin sağlayacağı en büyük avantajlar arasında, olağanüstü hafiflik, yüksek sertlik, uzun süreli dayanıklılık ve yüksek kimyasal aktivite gibi özellikler sıralanmaktadır [34], [35]. Nano boyutlu malzemelerin araştırılması, birçok kullanışlı özelliğin keşfedilmesine ve yeni uygulamaların geliştirilmesine olanak sağlamaktadır. Bu durum, nano boyutlu malzemelerin potansiyelini ve önemini vurgulamaktadır.

### **1.3. NANOPARTİKÜLLERİN BULK MALZEMELERDEN FARKLARI**

Nanopartiküllerin fizikokimyasal yapıları, aynı materyalin bulk (yığın) formlarıyla kıyaslandığında daha farklı davranışlar sergilemesine neden olmaktadır. Nano ölçekteki malzemeler, bulk malzemelerden birkaç önemli yolla farklılık gösterir:

- ❖ Nanopartiküllerin yüzey alanının büyük olması, bulk malzemelere kıyasla daha fazla reaktif yüzey sağlamaktadır. Bu, nanopartiküllerin katalitik aktivitesini artırmaktadır. Altın nanopartiküllerin yüksek yüzey alanı nedeniyle daha yüksek katalitik aktiviteye sahip olduğu görülmüştür.
- ❖ Nanopartiküllerin optik özellikleri, bulk malzemelerden farklı olabilmektedir. Campos ve arkadaşları yaptıkları bir çalışmada, gümüş nanopartiküllerin plazmon rezonansı nedeniyle belirli bir dalga boyunda yüksek emilim ve saçılma özelliklerine sahip olduğunu raporlamışlardır [36].

- ❖ Nanopartiküllerin mekanik özellikleri, bulk malzemelerden farklılık göstermektedir. Zhang ve arkadaşları, silika nanopartiküllerin boyutlarına bağlı olarak elastiklik modülünün değiştiğini ve daha küçük boyutlarda daha yüksek elastiklik modülüne sahip olduğunu göstermişlerdir [37].
- ❖ Nanopartiküller, bulk malzemelere göre daha yüksek kimyasal reaktiviteye sahip olabilmektedir. Demir oksit nanopartiküllerin yüksek yüzey alanı ve reaktif yüzey grupları sayesinde oksidasyon reaksiyonlarında daha etkili olduğu bulunmuştur.
- ❖ Nano malzemelerin termal ve elektriksel özellikleri de genellikle bulk malzemelerden farklıdır. Örneğin, bazı nano malzemeler, bulk hallerinden daha yüksek bir elektriksel iletkenliğe sahip olabilmektedir.

#### 1.4. METAL OKSİT NANOPARTİKÜLLER

Son birkaç yılda, anorganik partiküllerin sentezi ve özelliklerine ilgi, malzeme bilimi ve teknolojisinin farklı alanlarındaki uygulamaları için büyük beklentiler nedeniyle istikrarlı bir şekilde artmaktadır. Anorganik ve metal esaslı nano yapılı materyaller katalitik, optik, yarı iletken, manyetik, sürtünme önleyici gibi eşsiz özelliklerinden dolayı tüm bilim dallarında ilgi odağı oluşturmuş ve yeni pratik ürünlerin gelişmesine yol açmışlardır [38], [39].

Boyutu 100 nanometrenin (nm) altında olan nanopartiküller, hacimsel yapılı malzemelerden çok daha farklı ve üstün olarak kabul edilen birçok özellik sergilemektedirler. Nano yapılı partiküllerin gösterdikleri üstün özellikler sayesinde elektronik, biyomedikal [40], [41], otomotiv [42] ve kimya sektörleri başta olmak üzere birçok endüstriyel alanda kullanılmaktadır. Nanopartiküllerin fizikokimyasal ve morfolojik özellikleri kullanılan başlangıç malzemesinin özelliğinden etkilenmesinden dolayı farklı üretim yöntemlerinin geliştirildiği görülmektedir.

Nanomalzemelerin daha fazla yüzey alanına sahip olması ve yüksek yüzey/boyut oranı, kimyasal reaktivitesini artırarak, yüzey etkileşimlerini güçlendirmektedir. Metal oksitleri, metallere ayıran gerçek bir yük ayırma kapasitesine sahip olmalarıdır. İstenen veya hedeflenen özelliklere sahip olmak için metal oksit nanoparçacıklarının sentez yöntemleri çok önemlidir [38], [43]–[46].

Benzersiz ve gelişmiş özelliklerin çoğu metallerin ve yarı iletken bileşiklerin nanoparçacıklarına özgüdür. Nanopartiküller genellikle yüksek yüzey enerjisine sahiptir ve bu da istenmeyen etkileşimlere ve aglomerasyona yol açabilmektedir. Bu nedenle, çoğu uygulamada nanopartiküllerin yüzeyleri korunmalı (yüzey kapaklama veya modifikasyon) veya inert bir matrise yerleştirilmelidir. Sıvı ortamdaki korunmasız anorganik nanoparçacıklar termodinamik ile kararsız büyümeye karşı, kendiliğinden birleşme ve genellikle nanoparçacık yüzeyine bağlanan uygun başlık reaktifleri, donör elektronları veya akseptör türleriyle pasifleşmektedir.

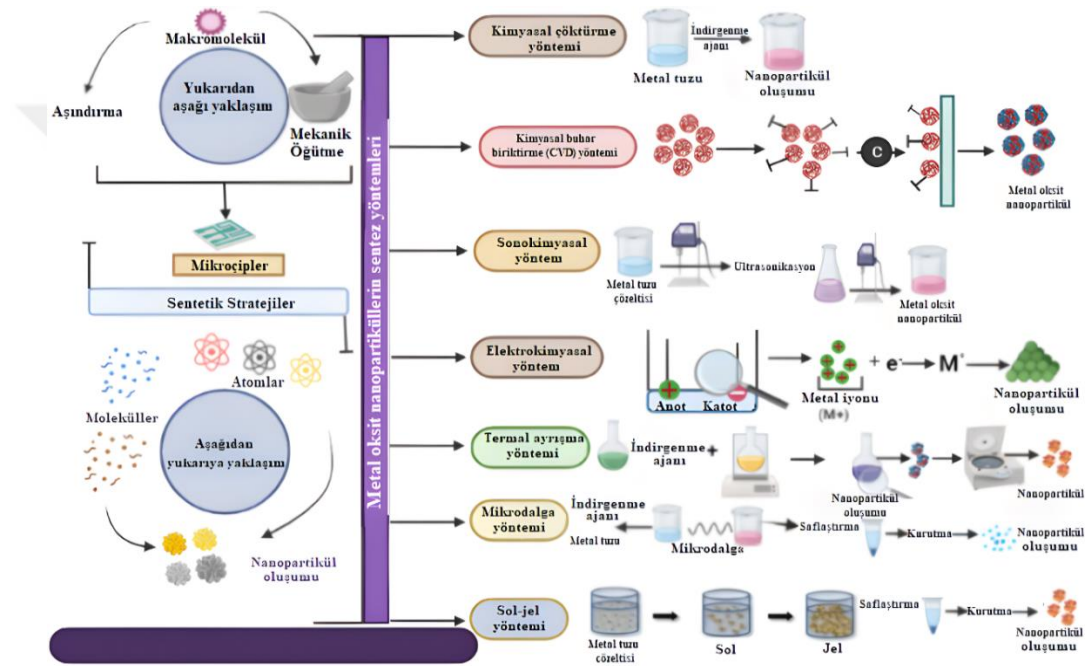
Metal veya metal oksit nanoparçacıklarının elektronik, optik ve katalitik etkilerinden dolayı son yıllarda birçok araştırmacının dikkatini bu nanoparçacıklara yönlendirmiştir. Nanopartikül malzemeler arasında en önemli olanlar, çinko oksit, silika, titanyum dioksit, alümina ve demir oksit gibi metal oksitlerdir. Ancak karbon siyahı ya da fullerenler gibi karbon nanoparçacıkların, kadmiyum tellür (CdTe) gibi bileşik yarı-iletken parçacıkların ya da galyum arsenidin (GaAs) ve ayrıca metal nanoparçacıklarının (özellikle Ag, Au gibi değerli metaller) da gittikçe genişleyen uygulama alanları bulunmaktadır. ZnO'nun optik ve elektronik özelliklerinin mükemmel olması nedeniyle, güneş pilleri başta olmak üzere transistörler, ışık yayan diyotlar, UV lazerler, fotokataliz, geçirgen iletken filmler, kimyasal sensörler, ultraviyole koruyucu filmler gibi birçok farklı alanda kullanım potansiyeline sahiptir [47], [48]. Ayrıca ZnO'un tanecik boyutu değiştirilerek veya başka elementlerle katkılandırılarak, optik ve elektronik özellikleri kullanılacağı alana göre kolaylıkla ayarlanabilmektedir.

ZnO, yakın ultraviyole ve görünür bölgelerde lüminesans özellikleri sergileyen bir yarıiletken malzemedir. Görünür bölgede ZnO nanoparçacıklarının emisyon özellikleri geniş olarak yüzey hataları ile ilişkili olan sentez metotlarına bağlı olarak değişmektedir. ZnO, TiO<sub>2</sub>'den daha büyük kuantum verimine sahip olmasından dolayı farklı kirletici maddelerin bozunması için fotokatalizör olarak kullanılmaktadır. Fotokatalizör, ışık yolu ile aktifleşen bir katalizördür. Işığı absorbe ederek yüksek enerjili bir hale gelmekte ve bu enerjiyi reaktif maddelere transfer ederek kimyasal tepkimeyi başlatmaktadır.

#### **1.4.1. Metal Oksit Nanopartiküllerin Sentez Yöntemleri**

Nanopartiküllerin üretiminde kullanılan yöntemler; aşağıdan yukarı "Bottom Up" yukarıdan aşağı "Top Down" olarak adlandırılmaktadır ve Şekil 1.2'de gösterilmiştir.

Yukarıdan aşağıya yaklaşımına dahil olan yöntemlerde hacimsel malzemeye dışarıdan mekaniksel ve/veya kimyasal işlemler ile enerji verilmesi sonucunda malzemenin nano boyuta kadar küçük parçalara ayrılması esas alınmaktadır. Yukarıdan aşağıya yaklaşımı ile çalışılan yöntemlere verilebilecek en genel örnekler; mekanik öğütme ve aşındırma olabilir. Bu tekniklerde klasik öğütme işlemlerinden çok daha fazla enerji tüketimi gerçekleştiğinden yüksek enerjili öğütme veya yüksek hız değirmenleri olarak da adlandırılmaktadırlar. Aşağıdan yukarıya yaklaşımına dahil yöntemler ise; atomik veya moleküler boyuttaki yapıları kimyasal reaksiyonlar ile büyüterek partikül oluşumunun gerçekleştirilmesi olarak tanımlanmaktadır.



Şekil 1.2. Metal oksit NP'lerin sentez yöntemlerinin genel gösterimi.

#### 1.4.1.1. Kimyasal Buhar Biriktirme Yöntemi

Gaz fazındaki malzemenin ısıl parçalanma ile partiküle dönüşüm esasına dayanmaktadır. İşlem akışı; kısaca başlangıç malzemesinin gaz fazına geçtiği bölgeye gaz akışı verilerek buharın reaktör olarak da adlandırılan fırın içine taşınıp burada ısıl parçalanması sağlanmaktadır. Taşıyıcı gaz olarak He, Ar veya N<sub>2</sub> gibi inert gazlar kullanılmakla birlikte bileşiğin redüklenmesi için H<sub>2</sub>, CO veya CH<sub>4</sub> gibi gazlar da taşıyıcı gaza ilaveten kullanılabilir. Isıl parçalanma sonucu oluşan atom kümeleri veya nanopartiküller fırın çıkışındaki farklı toz toplama yöntemleriyle toplanmaktadır. Bunlardan en çok kullanılanı içinden sıvı azot geçen bir çubuğun kapalı bir bölme için partiküllerin çöktürülmesidir [49].

Kimyasal buhar biriktirme (CVD) yönteminin en önemli avantajlarından biri, kaplanan malzemenin her tarafta homojen olması ve kaplanmayan yer kalmamasıdır.

- ❖ Ayrıca kaplamanın stokiyometrisi, morfolojisi, kristal yapısı, kaplama parametreleri değiştirilerek kontrol altına alınabilmektedir.
- ❖ Çöktürülen tabakanın kalınlığı, genellikle 10-30 µm arasında farklılık göstermektedir.
- ❖ Kaplama sıcaklığı, yapılan kaplamanın türüne bağlıdır ve genellikle 900-1100 °C arasında değişmektedir.
- ❖ İşlem süresi yapılan tabaka kalınlığına bağlı olarak, çoğu zaman 2-4 saat arasında değişmektedir.

Kimyasal-termik yöntemlerde yüzey tabakasının oluşumunda metal veya metal olmayan atomlar kaplanan malzeme içinde nüfuz ettirilirken, CVD yönteminde yalnızca tabaka/kaplanan malzeme sınır yüzeyinde bir difüzyon prosesi görülmektedir. Örneğin titan içine karbonun titan karbür olarak çöktürülmesi gibi, çöktürülen metal içerisine kaplanan malzeme nüfuz ettirilmelidir.

Nagirnyak ve diğer araştırmacılar, CVD yöntemiyle elde edilen kalay oksidinin özelliklerini incelemişlerdir. Bu çalışmada, nano boyutlu kalay(IV) oksitinin sentezi için iki farklı öncül, yani oksalik asit ve amonyum oksalatı kullanmışlardır. Amonyum oksalat kullanılarak elde edilen numuneler için nanoyapıların büyüme eğiliminde olduğunu tespit etmişlerdir [50].

#### *1.4.1.2. Sonokimyasal Yöntem*

Sonokimya, güçlü ultrason radyasyonunun (20 kHz-10 MHz) uygulanması nedeniyle moleküllerin kimyasal reaksiyona girdiği araştırma alanıdır. Sonokimyasal süreçten sorumlu fiziksel olgu akustik kaviteasyondur. Bir dizi teori, 20 kHz sonik radyasyonun kimyasal bağları nasıl kırıldığını açıklamak için geliştirilmiştir. Nanomalzemeler ultrasonik yöntem kullanılarak kolayca hazırlanmaktadır [51].

Ayrıca, sonokimyasal yöntem, nanomalzemelerle ilgili aşağıdaki konularda diğer tüm tekniklerden üstündür:

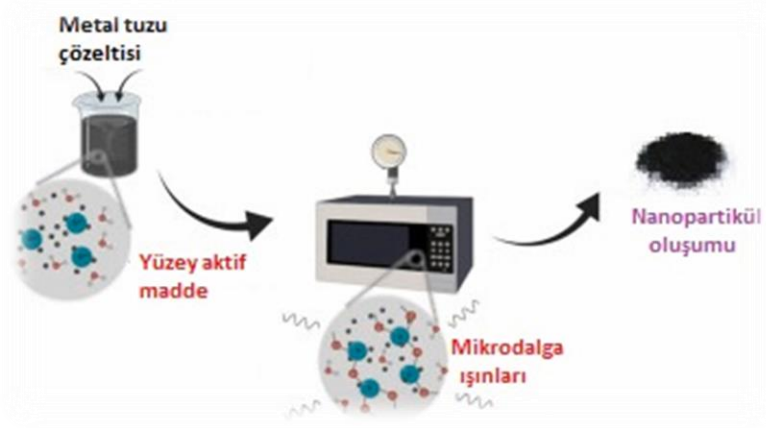
- ❖ Amorf ürünlerin de hazırlanabilmesi,
- ❖ Nanomalzemelerin mezo gözenekli malzemelerin içine yerleştirilmesi,

- ❖ Nanopartiküllerin seramik ve polimerik yüzeyler üzerinde biriktirilmesi,
- ❖ Nanomalzemelerin morfolojilerinin kontrolü.

Sonokimyasal reaksiyonlarda enerji verimliliği olduğundan ve genellikle verim artışına yol açtığından, yeşil kimya adı altında yer almaktadır. Ultrason radyasyonları kullanılarak çok çeşitli sentetik dönüşümler gerçekleştirilebilmektedir. Ayrıca, ultrasonun nanomateryal sentezindeki uygulamaları da tercih edilmektedir. Sentetik kimya ve nanopartikül sentezinde ultrason kullanımını açıklayan literatürlerde farklı metotlar mevcuttur. Sonokimyasal yöntemde, reaksiyon hızı yüksektir ve sonucunda çok küçük metal partiküller elde edilebilmektedir. [51]–[53].

#### *1.4.1.3. Mikrodalga ile Sentez Yöntemi*

Mikrodalga sentezi, basitliği ve azaltılmış işlem süresi nedeniyle günümüzde popülerlik kazanmaktadır. Esas olarak dönüştürülmüş elektromanyetik enerjiden elde edilen ısı olarak tanımlanan mikrodalga ısıtma, geleneksel ısıtma yerine sentez prosedürünü hızlandırmak için kullanılmaktadır. Geleneksel ısıtma kullanıldığında, numune iletim ve konveksiyon süreçleri nedeniyle reaksiyon kabının kenarlarından başlayarak ısınmaktadır. Böylece, homojen olmayan parçacık çekirdeklenme ve büyüme süreçlerine neden olan sıcaklık gradyanı ortaya çıkmaktadır. Mikrodalga ısıtma yöntemi böyle bir sorun içermez, çünkü enerji numune hacmi (veya mikrodalga emici malzeme) boyunca aktarılmakta ve homojen ısıtma sağlamaktadır. Mikrodalga ısıtma sırasında, termal ve termal olmayan olmak üzere iki etki ayrı bir şekilde tanımlanmaktadır. Termal etki, hızlı ve homojen olarak kabul edilmektedir ve bu nedenle numune hacminin etkili bir şekilde ısıtılmasını sağlamaktadır. Bu durum çekirdeklenme ve büyüme süreçlerine yol açmaktadır. Bu da homojen ve yüksek kristallik yapıya sahip nanopartiküllerin oluşumunu sağlamaktadır (Şekil 1.3). Termal olmayan etki sırasında, katı-sıvı ara yüzeyindeki katı yüzeyler ısıtılırken sıcak nokta ve yüzeyler oluşturmaktadır. Bu süreç aynı zamanda öncüllerin indirgenmesini, çekirdeklenmeyi ve partikül oluşumunu desteklemektedir [54], [55].



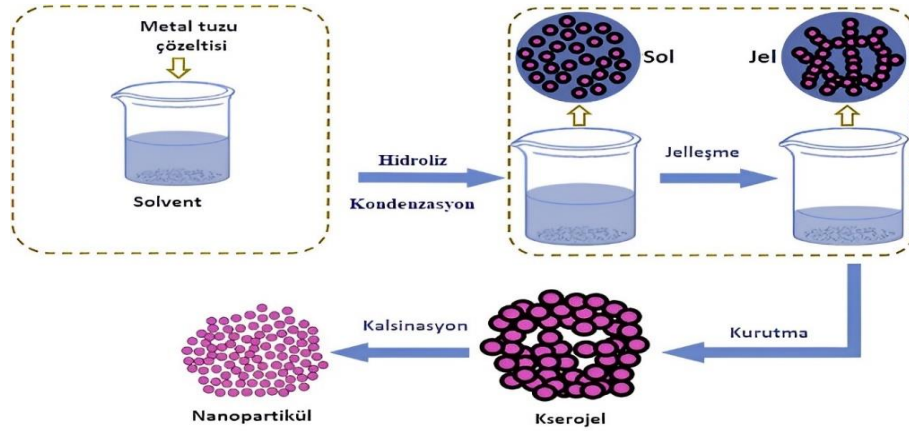
Şekil 1.3. Mikrodalga yöntemi ile NP oluşumunun şematik gösterimi.

Mikrodalga sentez yönteminde hem organik hem de anorganik ortam kullanılabilmekte ve bu yöntem sentez süresini saatler veya günler yerine dakikalara indirmektedir. Bu nedenle, aynı zamanda mikrodalga ile sentez enerji tasarrufu sağlayan bir yöntemdir [56], [57].

#### 1.4.1.4. Sol-jel Sentez Yöntemi

Sol-jel yöntemi, nanopartiküllerin yanı sıra karışık metal oksit kompozitlerin hazırlanmasında yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. Genel olarak, sol-jel yöntemi Şekil 1.4'te görüldüğü gibi hidroliz, polikondenzasyon, yaşlandırma-kurutma ve termal ayrışma olmak üzere dört temel adımda gerçekleşmektedir [58], [59].

- ❖ Hidroliz adımında, bir metal alkoksit veya metal tuzu uygun bir çözücü ortamında hidrolize uğrar ve metal oksitlerin oluşumunu sağlar,
- ❖ Polikondenzasyon adımı, hidroliz ürünleri, reaktif gruplar arasında kimyasal bağlar oluşturarak daha büyük yapıların oluşmasını ve malzemenin kıvamını artırır,
- ❖ Yaşlandırma adımı, oluşan jel yapısının istenen özelliklere ulaşması için bekletilmesini içermektedir. Bu süreçte, jel yapısı daha yoğun ve stabil hale gelmektedir. Kurutma adımında, jel yapısı su veya çözücünden ayrıştırılır ve katı bir materyal elde edilir. Bu adım, malzemenin hacmini azaltmakta ve istenen şekli ve formu almasını sağlar,
- ❖ Son olarak, termal ayrışma adımında ise, kurutulmuş malzeme yüksek sıcaklıklara maruz bırakılmaktadır. Bu süreçte, organik bileşenler yanar veya ayrışır, metal oksitlerin kristal yapıları oluşturur.



Şekil 1.4. Sol-jel yöntemi ile nanopartikül hazırlanmasının şematik gösterimi.

Sol-jel yöntemi, düşük maliyetli ve kolay uygulanabilir bir yöntem olduğu için nanopartikül hazırlanmasında yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu yöntem, genellikle endüstriyel ölçekte büyük miktarlarda üretim yapılmasını sağlamaktadır. Ayrıca, sol-jel yöntemi ile elde edilen nanopartiküllerin boyutu, şekli ve bileşimi kontrol edilebilir, bu da çeşitli uygulamalarda istenen özelliklere sahip malzemelerin üretilmesini sağlamaktadır. Bunun yanında düşük maliyet, özel ekipman gerektirmemesi ve çözelti kompozisyonu üzerinde etkili olan farklı parametrelerin optimize edilerek özelliklerinin kontrol edilebilirliği sol-jel yönteminin önemli avantajlarıdır. Sol-jel yöntemi ile üretilen malzemelerin yapısal özelliklerine etki eden birçok parametre bulunmaktadır. Bu parametreler sol-jel yöntemindeki hidroliz ve kondenzasyon süreçleri üzerinde önemli etkiye sahip olup en önemlileri sıcaklık, çözeltinin pH değeri, su/başlangıç kimyasal oranı, çözelti konsantrasyonu, yaşlandırma ve kurutma şartlarıdır [58], [60], [61].

#### 1.4.1.5. Birlikte Çöktürme Yöntemi

Birlikte çöktürme (ko-presipitasyon) yöntemi, genellikle anorganik ve metal bazlı nanopartiküllerin hazırlanmasında yaygın olarak kullanılan bir metottur. Birlikte çöktürme reaksiyonları eş zamanlı çekirdeklenme, büyüme, irileşme ve/veya aglomerasyon süreçlerinin gerçekleşmesini içermektedir [62]–[64]. Birlikte çöktürme reaksiyonları aşağıdaki karakteristik aşamaları sergilemektedir:

- ❖ Ürünler, aşırı doymuluk koşullarında çözünmeyen bir tür olarak elde edilir,
- ❖ Çekirdeklenme süreci çok sayıda küçük partikülün oluşmasına yardımcı olur,

- ❖ Çekirdeklenme sonrası süreç, Ostwald olgunlaşma süreçleri nedeniyle agregasyona yol açar ve bu durum partikülün boyutu, şekli, morfolojisi gibi özelliklerini önemli ölçüde etkiler,
- ❖ Aşırı doygunluk, reaksiyon ölçeğinde çökmeyi indüklemeye yardımcı olur.

Tipik birlikte çöktürme metotları arasında metallerin (sulu çözeltilerden, susuz çözeltilerden indirgenmeyle, elektrokimyasal indirgenmeyle ve metal organik öncüllerin bozunmasından), oksitlerin (sulu ve susuz çözeltilerden) ve metal kalgonidlerin (moleküler öncüllerin reaksiyonlarıyla) elde edilmeleri sayılabilmektedir.

#### *1.4.1.6. Mikroemülsiyonlar*

Nanopartikül eldesi için kullanılan bir başka sentez yöntemidir. Bu yöntemde, su, yağ ve yüzey aktif maddelerin belirli oranlarda karıştığı bir mikroemülsiyon sistemi oluşturulmaktadır. Bu sistemde, nanopartikül sentezi için gerekli olan reaktifler de çözeltiliye eklenmektedir. Mikroemülsiyon sistemi, nanopartikül sentezi için uygun bir ortam sağlamaktadır. Reaktifler, mikroemülsiyon içinde homojen bir şekilde dağılmakta ve reaksiyonun gerçekleşmesi için uygun bir ortam oluşturmaktadır. Bu yöntemde, nanopartiküllerin boyutu ve şekli, mikroemülsiyon sisteminin bileşimi ve reaksiyon koşulları gibi faktörlere bağlı olarak kontrol edilebilmektedir [65], [66].

Bu yöntemin avantajları arasında kolay uygulanabilirlik, yüksek verimlilik, kontrol edilebilir boyut, şekil, homojen dağılım ve çeşitli malzemelerin sentezlenebilmesi sayılmaktadır. Bununla birlikte, mikroemülsiyon sentez metodu bazı zorluklar da içerebilir, örneğin stabil bir sistem oluşturmak ve reaksiyon koşullarını optimize etmek gerekmektedir [65]–[67].

#### *1.4.1.7. Hidrotermal Sentez Yöntemi*

Hidrotermal sentez, anorganik malzemelerin sulu ortamda, yüksek sıcaklık ve basınç koşullarında sentezlenmesine yönelik heterojen reaksiyonları ifade etmektedir. Bu durumda, öncüllerin sulu bir karışımı, suyun kaynama noktasının üzerinde kapalı bir paslanmaz çelik otoklavda ısıtılmaktadır ve sonuç olarak, reaksiyon otoklavı içindeki basınç, atmosferik basıncın önemli ölçüde üzerine çıkmaktadır. Yüksek sıcaklık ve basıncın bu sinerjik etkisi, tavlama sonrası işlemlere gerek kalmadan yüksek kristalli malzemeler üretmek için tek adımlı bir süreç sağlamaktadır. Manyetik nanomalzemeler de dahil olmak üzere geniş bir nanomalzeme yelpazesini sentezlemek için hidrotermal stratejiler de geliştirilmektedir.

Öncüllerin türü ve konsantrasyonu, çözücü, stabilize edici maddeler ve reaksiyon sıcaklığı ve süresi gibi reaksiyon parametreleri, ürünler üzerinde önemli etkiler sunmaktadır [68]–[70].

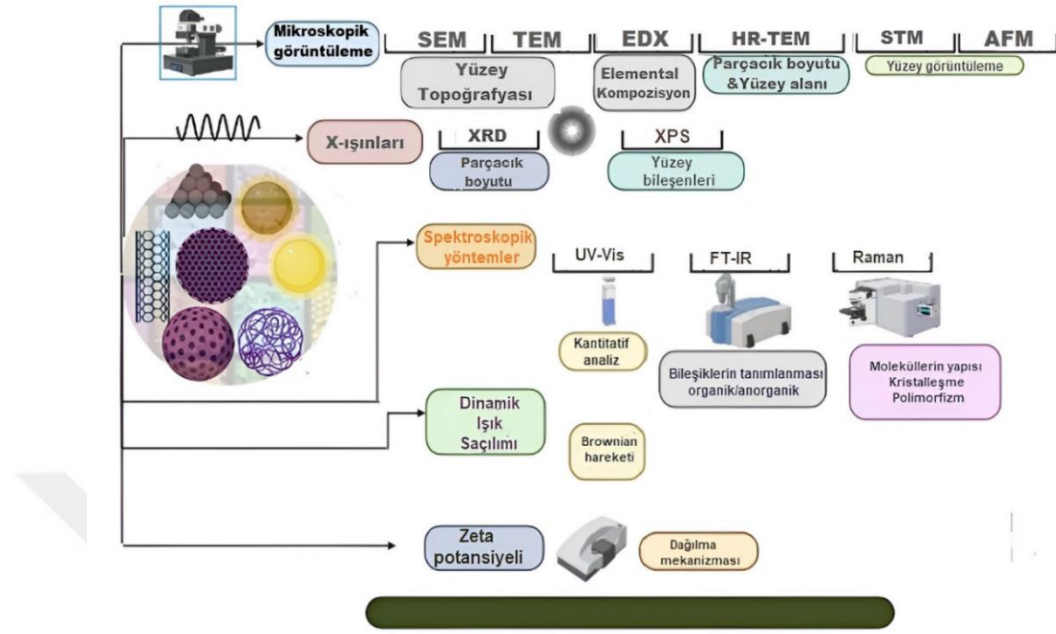
Hidrotermal sentez yöntemin avantajları:

- ❖ Kimyasal açıdan kontrol edilebilir bir yöntem olması,
- ❖ Hammaddeler ile karşılaştırıldığında homojenliğin daha iyi sağlanması,
- ❖ Düşük sıcaklıklarda üretimin yeterli olması,
- ❖ Farklı yapı ve özellikte malzeme sentezinin mümkün olması,
- ❖ Büyük saflıkta ürün elde edilebilmesi,
- ❖ Yüzey alanı yüksek malzemelerin sentezlenebilmesi,
- ❖ Öğütme, kalsinasyon gibi yüksek maliyetli işlemlere ihtiyaç olmaması,
- ❖ Tek adımda malzeme sentezinin mümkün olması.

#### **1.4.2. Metal Oksit Nanopartiküllerin Karakterizasyonu**

Anorganik nanopartiküllerin karakterizasyonu karmaşık bir süreçtir. Birçok görüş, metal nanopartiküllerin yapısının, birleşim, hazırlama metodu, ısıl işlemler, çevresel değişkenler gibi birçok parametreye dayandığını kabul etmektedir. Kolloidal metal nanopartiküllerin özellikleri, büyüklüğü, yapısı ve birleşimini içermektedir. Metal oksit nanopartiküllerin fizikokimyasal davranışlarını ve özelliklerini tamamen anlamak için birçok tamamlayıcı tekniğin ilgili parametrelerini hesaplamak gerekmektedir. Nanometre ebatlarında üretim yapabilmek için bu boyutlarda davranışlarının gözlemlenmesi gerekmektedir. Bu amaçla bu boyuttaki ayrıntılar görüntülenmeli, incelenen özellikleri en azından karşılaştırma amaçlı olarak ölçülebilmelidir. Metalik nanopartiküller gerek üretim koşullarının optimize edilebilmesi gerekse elde edilen yapıların fiziksel özelliklerinin tespiti amacıyla incelenir. Burada dikkat edilmesi gereken husus makro ölçekteki özelliklerin tespiti ve karakterizasyonu için kullanılan ya da yeterli olan çalışmaların nano boyutta kullanılamaması ya da yetersiz kalmasıyla ilgilidir. Bununla birlikte mikron boyutundaki partikül esaslı malzemelerden elde edilen bilgi birikimi nano boyutta araştırılmasıyla da incelenmesi gereken özelliklerin tespiti konusunda önemli bir yol haritası çizmektedir. Dolayısıyla bir üst boyut ile karşılaştırmalı olarak incelemek anlamamıza yardımcı olmaktadır.

Nanopartikül analizi ve karakterizasyonu için Şekil 1.5'te gösterildiği gibi çok çeşitli spektroskopik yöntemler mevcuttur [38], [71], [72].



Şekil 1.5. Metal oksit nanopartiküllerin karakterizasyon yöntemleri.

Nanopartiküllerin görselleştirilmesi/karakterizasyonu için en popüler teknikler elektron ve taramalı prob mikroskoplarıdır. Bu tekniğe bağlı olarak, alt-nanometre aralığındaki çözünürlükler elde edilebilmektedir. Atomik kuvvet mikroskobu (AFM), SEM ve geçirimli elektron mikroskobu (TEM) kullanılarak nanopartiküller sadece görselleştirilmez, aynı zamanda agregasyon, dağılım, emilim, boyut, yapı ve şekil durumu gibi özelliklerde gözlemlenebilmektedir. TEM’de, bir görüntü elde etmek için elektronlar bir numune boyunca iletilir (dolayısıyla numunenin çok ince olması gerekmektedir). SEM’de dağınık elektronları görüntülemek için numune arayüzde bulunmaktadır. Elektronlar numuneden geçerken bazıları soğurulur bazıları saçılarak yönlerini değiştirmektedir. Saçılmanın nedeni kristal atomlarının dizilimi arasındaki farklılıklardır.

Elektron demeti numuneden geçtikten sonra bir görüntü merceği sargısı tarafından odaklanır ve görüntü büyütülerek floresans perdeye yansıtılmaktadır. Numunede elektronları daha fazla saçan bölgeler, görüntü ekranında daha karanlık görünür. Bu nedenle atom dizilimi düzensiz olan dislokasyonlar elektron mikroskobu ekranında koyu çizgiler halinde kaydedilir.

Kristal yapıdaki heterojenliklerin malzemeden geçen elektronların difraksiyonunda yarattığı farklılıklar elektromanyetik merceklerde büyütüldükten sonra floresan ekranda açık-koyulu bir görüntüye dönüşmektedir. Kafes kusurlarının bulunduğu bölgeler normal olarak koyu görülür. TEM yardımıyla dislokasyonlar, dizi kusurları ve kafesteki en küçük çökeltiler dahi görünür hale getirilebilmektedir.

UV-görünür (UV-Vis) spektroskopisi; Nanopartiküllerin kütle konsantrasyonunu Beer-Lambert yasasına göre ölçmek için basit ve kullanışlı bir analitik teknik olup bir numune tarafından emilen ve dağılan ışığı ölçmek için kullanılmaktadır. Nanopartiküller optik özelliklere sahip olup boyut, şekil, konsantrasyon, aglomerasyon durumu ve nanopartiküllerin yüzeye yakın kırılma indeksine duyarlı olmasından dolayı UV-Vis ile karakterize edilmesi ve incelenmesi için uygundur.

### 1.5. NANOAKIŞKANLAR

Enerji verimliliği ve alternatif enerji kaynaklarına yönelik araştırmalar, enerji tüketiminin ve çevresel etkilerin azaltılması için önemlidir. Nanoakışkanlar, bu alanda önemli bir yenilik olarak kabul edilir. Nanoakışkanlar, bir temel akışkan (baz sıvı) içinde nano boyutta parçacıkların süspansiyonunu içermektedir (Şekil 1.6).



Şekil 1.6. Nanoakışkanların hazırlanma basamakları.

Nanoparçacıkların temel akışkanlara ilave edilerek kullanılmasının birçok avantajı vardır. Nanopartiküllerin özelliklerinden biri, bu malzemelerin yüksek yüzey-hacim oranına sahip olmasıdır. Bu özelliğe göre, nano ölçekte güçlü katalizörler üretilmektedir. Bu nano-katalizörler kimyasal reaksiyonların verimliliğini büyük ölçüde artırmakta ve ayrıca reaksiyonlardaki atık maddelerin üretimini önemli ölçüde azaltmaktadır. Nanopartiküllerin diğer malzemelerin üretiminde kullanılması, mukavemetlerini artırabilir, ağırlıklarını azaltabilir, kimyasal ve termal dirençlerini artırabilmektedir, ışığa

ve diğ er radyasyona tepkilerini deđ iştir ebilmektedir. Nanopartiküller in uygulanması kompozit malzemelerin mukavemet/ađ ırlık oranını büyük ölçü de artırmaktadır. Endüstrilerde kullanılan sıvıların küçük termal iletkenliđ i, daha yüksek termal iletkenliğ e sahip partiküller eklenerek iyileştir ilmektedir. 1995 yılında ilk kez Choi, nanoakış kanlar (NF'ler) terimini kullanmıř tır [73]. Daha sonra birçok arař tırmacı nanoakış kan uygulamalarının çeřitli cihazlar üzerindeki etkisini arař tırmıř tır. Ç eřitli nanopartiküller in temel akış kanlara dađ ıtılmasıyla hazırlanan NF'lerin termofiziksel özelliklerinin deđ iştir ilmesi birçok arař tırmacı tarafından incelenmiř tir. Bu özellikler arasında termal iletkenlik katsayısı, viskozite, yoğunluk, elektrik iletkenlik katsayısı, özgül ısı kapasitesi, yapış ma kuvveti vb. yer almaktadır [73]–[77].

Bu teknoloji, enerji verimliliđ ini artırmak ve alternatif enerji kaynaklarına yönelik arař tırmaları desteklemek için önemli bir araç olabilmektedir.

### **1.5.1. Nanoakış kan Üretiminde Kullanılan Yöntemler**

Nanoakış kan üretiminde, nanomalzemelerin sıvılarda dađ ıtılması ve kararlı hale getirilmesi konusunda bazı zorluklar ortaya çıkmaktadır. Kolloidal stabilite, nanomalzemelerin sıvı içinde homojen bir şekilde dađ ıtılmasını ve topaklanmayı önlemeyi ifade etmektedir. Bu durum, genellikle nanomalzemelerin yüzey özelliklerini ve çevreleyen sıvının özelliklerini kontrol ederek elde edilmektedir.

Van der Waals kuvvetleri, nanomalzemelerin birbirine yapış masına ve topaklanmasına neden olarak nanomalzemelerin sıvı içinde homojen bir şekilde dađ ıtılmasını zorlař tırmakta ve bu da nanoakış kanın genel özelliklerini olumsuz etkilemektedir.

Nanomalzemeleri sıvılarda dađ ıtmak için kullanılan birçok teknikte, genellikle mekanik enerji kullanılır. Bu teknikler arasında ultrasonik prob, ultrasonik banyo, mekanik karış tırma, manyetik karış tırma ve homojenizasyon bulunmaktadır ve nanomalzemeleri sıvı içinde dađ ıtmak ve topaklanmayı önlemek için kullanılmaktadır [78]–[80].

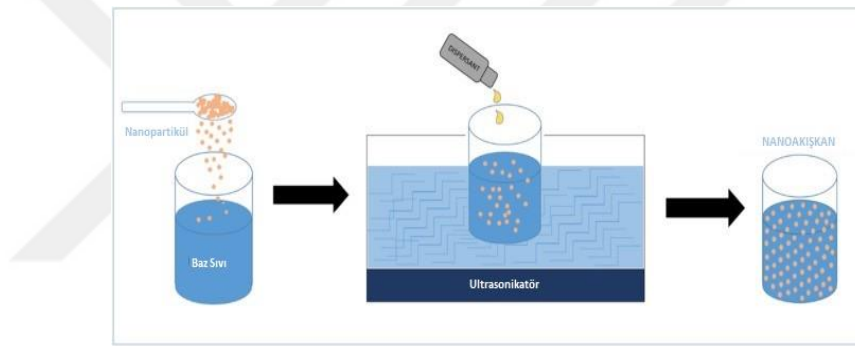
Elektrostatik stabilizasyonda nanomalzemelerin yüzey yükü, partiküller in yüzey yükünden kaynaklanan itici kuvvetlerin moleküller arası kuvvetlerin üstesinden gelen ve kararlı bir dađ ılımla sonuçlanacađ ı şekilde dispersiyon pH'ı deđ iştir ilmektedir. Sterik stabilizasyonda, dispersiyona eklenen yüzey aktif madde molekülleri partiküller in yüzeyine adsorbe olarak kolloidal stabilitenin korunmasına yardımcı olan itici sterik kuvvetlere yol açmaktadır.

Elektrosterik stabilizasyonda, dispersiyonlara eklenen yüzey aktif maddeler iyonlara ayrılarak partiküllerin yüzeyinde adsorbe olur ve partiküllere daha yüksek yüzey yükü sağlanır.

Nanoakışkan formülasyonu için kullanılan iki ana kategori; tek ve iki adımlı yöntemlerdir.

#### 1.5.1.1. Tek Adım Yöntemi

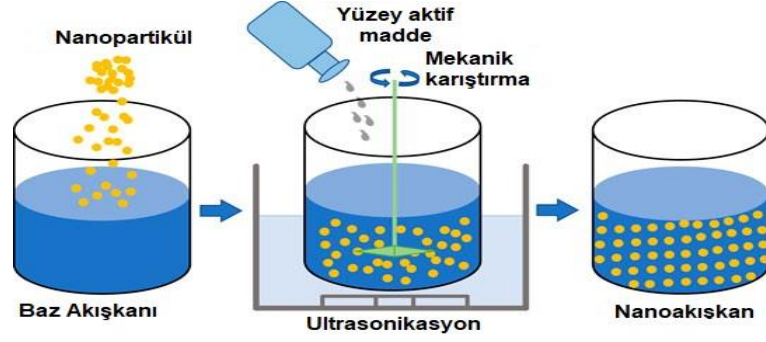
Bu yöntemde nanopartikül üretimi ve baz alınan akışkanda dağılımı aynı esnada meydana gelmektedir. Tek adım metodu ile daha homojen dağılımlı ve stabil nanoakışkanlar üretilebilmektedir. Bu yöntemde partikül topaklanma yüzdesi iki adım metoduna kıyasla daha azdır. Lakin metod kısıtlı bir uygulama alanına sahiptir. Metodun uygulama maliyeti pahalı ve kullanılacak partikül türü kısıtlıdır [81], [82]. Tek adım yöntemiyle nanoakışkan hazırlanması Şekil 1.7’de görüldüğü gibidir.



Şekil 1.7. Tek adım yöntemiyle nanoakışkanların hazırlanması.

#### 1.5.1.2. İki Adım Yöntemi

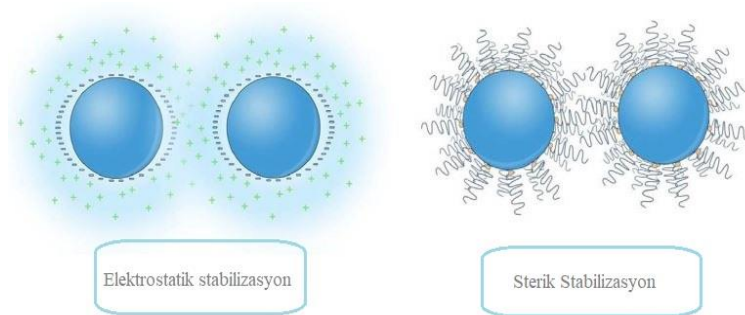
Bu yöntemde, Şekil 1.8’de görüldüğü gibi ilk olarak hedef nanopartiküller elde edilmekte ve daha sonra nanopartiküller belirli bir hacim veya kütle konsantrasyonunda temel akışkan içine dağıtılmaktadır. İki aşamalı yöntem, düşük üretim maliyeti ve nanopartiküllerin kolay erişilebilirliği nedeniyle en yaygın kullanılan yöntemdir [83], [84]. Bu yöntem, büyük miktarlarda nanoakışkan üretme olanağı sunduğu ve endüstriyel ölçekte üretim ve ticari anlamda da büyük bir potansiyele sahip olduğu için önemli bir avantaja sahiptir. Manyetik karıştırıcılar, homojenizatörler ve sonikatörler homojen dağılımı sağlamak için kullanılmaktadır. İki aşamalı yöntemde, stabiliteyi artırmak ve aglomerasyonu önlemek için yüzey aktif maddeler kullanılabilir. Bazı çalışmalarda, iki aşamalı yöntemle kararlı bir nanoakışkan hazırlanmasında herhangi bir yüzey aktif madde veya polimer kullanılmamıştır.



Şekil 1.8. İki adım yöntemiyle nanoakışkanların hazırlanması.

### 1.5.2. Nanoakışkanların Kararlılık Mekanizmaları

Nanoakışkanların ticarileştirilmesinde karşılaşılan zorluklardan biri de partiküllerin kendi aralarındaki ve partiküller ile çevreleyen sıvı arasındaki etkileşim nedeniyle zayıf kararlılıklarıdır [85], [86]. Bu tür bir davranış iki karşıt kuvvetle ilişkilendirilebilir; parçacıkların birbirlerine çekilerek kümeler veya parçacık yığınları oluşturmalarına ve daha sonra yerçekimi kuvveti nedeniyle taban akışkanından ayrılıp dibeye çökmesine neden olan parçacık yüzeyindeki iyi bilinen Van der Waals çekici kuvvetleri ve parçacıkları sterik ve elektrostatik itme mekanizmaları yoluyla birbirinden ayırma eğiliminde olan elektriksel çift katmanlı itme kuvvetidir. Sterik ve elektrostatik itme mekanizmaları Şekil 1.9’da gösterilmektedir. Kararlılık, termodinamik özelliklerini korurken ürünün raf ömrünü uzattığı için nanoakışkanların ticarileştirilmesinde çok önemli bir unsurdur. Kararlı bir nanoakışkan elde etmek için elektriksel çift katmanlı itme kuvveti Van der Waals çekici kuvvetlerinden fazla güçlü olmalıdır. Genel olarak, çekici Van der Waals dağılım kuvvetini dengeleyebilecek itici parçacıklar arası etkileşimi artırmak için elektrostatik stabilizasyon ve sterik stabilizasyon olmak üzere iki tür dağıtıcı mekanizma geliştirilmiştir.



Şekil 1.9. Nanoakışkanlar için stabilizasyon mekanizmalarının şeması: elektrostatik ve sterik stabilizasyon.

Elektrostatik kararlılık, nanoakışkan parçacıklarının zıt yüklerle yüklenerek birbirini itmesine dayanmaktadır. Bu, parçacıklar arasında elektrostatik bir itme kuvveti oluşturarak çekici Van der Waals kuvvetini dengelemektedir. Elektrostatik stabilizasyon, nanoakışkanların birbirleriyle karışmasını önlemek için yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir [87].

Sterik kararlılık, nanoakışkan parçacıklarının yüzeylerine moleküler bir bariyer oluşturarak birbirlerini itmesine dayanmaktadır. Bu, parçacıklar arasında sterik bir itme kuvveti oluşturarak çekici Van der Waals kuvvetini dengelemektedir. Sterik stabilizasyon, nanoakışkanların birbirleriyle karışmasını önlemek için elektrostatik kararlılıktan daha etkili bir yöntemdir [87], [88].

Elektrostatik stabilizasyon ile karşılaştırıldığında sterik stabilizasyon aşağıdaki avantajlara sahiptir:

- ❖ Termodinamik bir stabilizasyon yöntemi olarak farklı dispersiyon sistemlerine daha yaygın olarak uygulanabilir,
- ❖ Yüksek NP konsantrasyonu barındırılabilir ve geçici olarak toplanmış partiküller bile yeniden dağılabilir,
- ❖ Dispersiyon elektrolite duyarlı değildir,
- ❖ Aynı temel akışkan içerisinde farklı partikülleri aynı anda dağıtabilir.

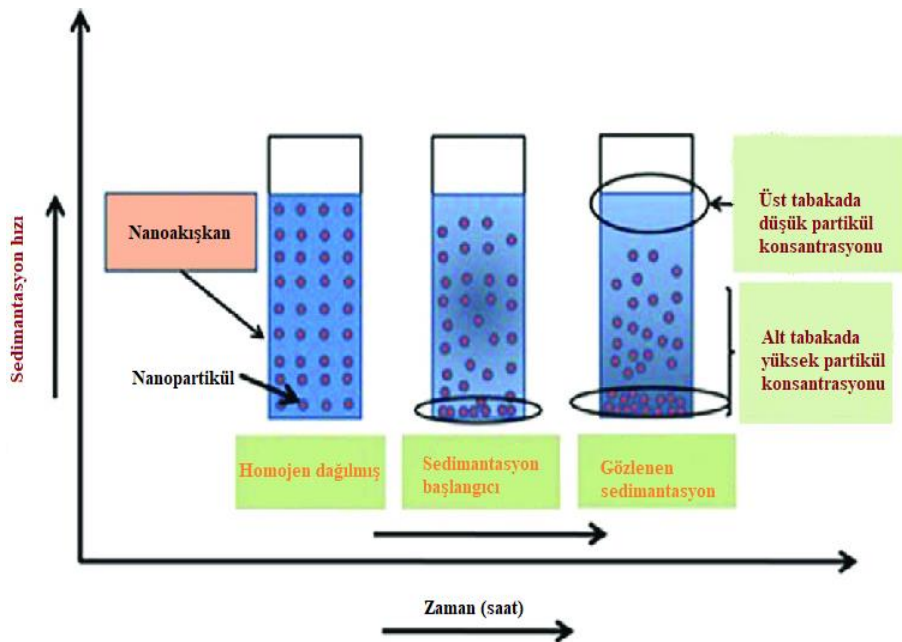
### **1.5.3. Nanoakışkanlarda Dispersiyon Kararlılığının Değerlendirilmesi**

Kararlı ve dayanıklı bir nanoakışkanın hazırlanması, nanoakışkanın herhangi bir potansiyel uygulamada kullanılabilmesi için önemli bir gerekliliktir. Nanoakışkanın kararlılığı için aglomerasyon ve sedimentasyon gibi faktörler kritik öneme sahiptir [78], [79]. Bu faktörler, kanalların tıkanması gibi operasyonel sorunlara ve nanoakışkanın termal iletkenlik gibi özelliklerinin azalmasına neden olabilmektedir. Nanoakışkanların kararlılığı, temel akışkan içindeki nanopartiküllerin kararlılığını ifade etmektedir. Nanopartiküller üzerine etki eden farklı kuvvetler, bunların topaklanmasına ve çökmesine neden olabilmektedir. Nanopartiküller baz akışkan içinde ne kadar uzun süre süspansiyon halinde kalırsa, nanoakışkanların daha iyi özelliklere sahip olması beklenmektedir. Bu nedenle, ticari uygulamalar için herhangi bir nanoakışkanın uygulanmasındaki birincil endişe, kararlı nanoakışkanlar hazırlamaktır.

Nanopartiküllerin dağılımı veya nanoakışkanın kararlılığı, görsel inceleme veya sedimantasyon fotoğraflama, santrifüjleme, zeta potansiyeli ve UV-Vis spektral absorban analiz gibi yöntemlerle analiz edilmektedir [89].

### 1.5.3.1. Görsel İnceleme veya Sedimantasyon Fotoğraflama Yöntemi

Sedimantasyon, nanoakışkanların dağılım kararlılığını görsel olarak değerlendirmek için ekipmana ihtiyaç duymayan en basit yöntemdir. Nanopartiküller ile temel akışkanlar arasındaki yoğunluk farkı nedeniyle, askıdaki NP'ler zaman içinde çökme eğilimindedirler. Sedimantasyon oranı büyük ölçüde dispersiyon stabilitesine bağlıdır. Zayıf dağılıma sahip nanoakışkanlar için NP'ler hızla çökmektedir ve başlangıçtaki homojen dağılım fazlara ayrılmaktadır. Genellikle farklı sürelerde bekletildikten sonra dispersiyonun dijital fotoğrafları çekilmeli ve dispersiyon stabilitesini niteliksel olarak değerlendirmek için karşılaştırılmalıdır. Nispeten iyi dağılıma sahip nanoakışkanlar için kısa sürede belirgin bir çökme gözlemlemek zordur. Herhangi bir çökme meydana gelmezse kararlı olarak adlandırılır. Şekil 1.10'da sedimantasyon yöntemiyle stabilizeyi değerlendirmek için kullanılan şematik diyagram gösterilmektedir. Bu yöntemin dezavantajı, partiküllerin çökmesini kontrol etmek için uzun gözlem süresidir. CuO nanoakışkanın kararlılığı Sahooli ve arkadaşları tarafından araştırılmıştır [90]. Cu/su ve kaolinit/su gibi diğer nanoakışkanlar da bazı araştırmacılar tarafından bu yöntem kullanılarak gözlemlenmiştir.



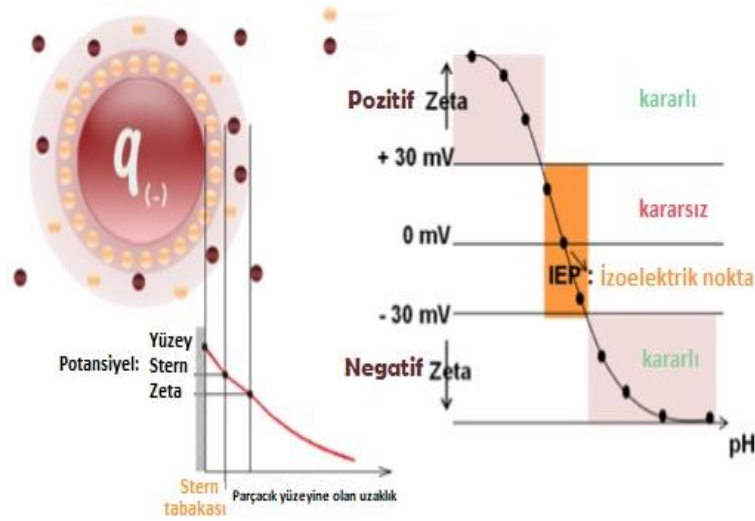
Şekil 1.10. Sedimantasyon yöntemi ile NF'lerin kararlılığının değerlendirilmesi.

### 1.5.3.2. Santrifüjleme Tekniği Yöntemi

Santrifüjleme tekniği, nanoakışkan stabilitesini değerlendirmek için daha az zaman gerektiren alternatif sedimentasyon tekniğidir. Bu yöntemde, santrifüj işlemi sırasındaki kuvvet, yerçekimi kuvvetinden çok daha güçlüdür ve çökme sürecini hızlandırmaktadır. Singh ve diğer araştırmacılar, stabilizatör olarak PVP ile etanol bazlı Ag nanoakışkan hazırlamış ve stabilitesini incelemek için 10 saat boyunca 3000 rpm’de santrifüjleme tekniğini kullanmışlardır [91]. Nanoakışkan, belirtilen zaman dilimi içinde, geleneksel sedimentasyon teknikleriyle gözlemlenen sedimentasyon belirtilerine kıyasla benzer bir sedimentasyon göstermemiştir.

### 1.5.3.3. Zeta Potansiyeli ile Ölçme Yöntemi

Zeta potansiyeli, akışkan içinde dağıtılan nanopartiküller arasındaki elektriksel itme potansiyelinin bir ölçüsüdür. Bu değer, nanoakışkanların kararlılığını değerlendirmek için önemli bir yöntemdir. Şekil 1.11’de sıvı içinde bulunan parçacığın şematik gösterimi ve zeta potansiyelinin pH’ye bağlı değişim grafiği gösterilmiştir. Ghadimi ve diğerleri, yüksek zeta potansiyelinin (negatif veya pozitif) elektriksel olarak kararlı süspansiyon sistemini gösterdiğini, düşük zeta potansiyeline sahip nanoakışkanlarda ise nanopartiküllerin daha hızlı çökme eğiliminde olduğunu belirtmişlerdir [92].



Şekil 1.11. Nanoakışkan içinde bulunan parçacığın şematik gösterimi.

### 1.5.3.4. Spektral Absorbans Ölçme Yöntemi

Spektral absorbans ölçümü, nanoakışkan stabilitesinin nicel bir ölçüsünü sağlamaktadır. Bu stabilite değerlendirme yöntemi genellikle temel akışkanda asılı nanoparçacık 190-800 nm arasında bir absorpsiyon zirvesine sahip olduğunda kullanılmaktadır.

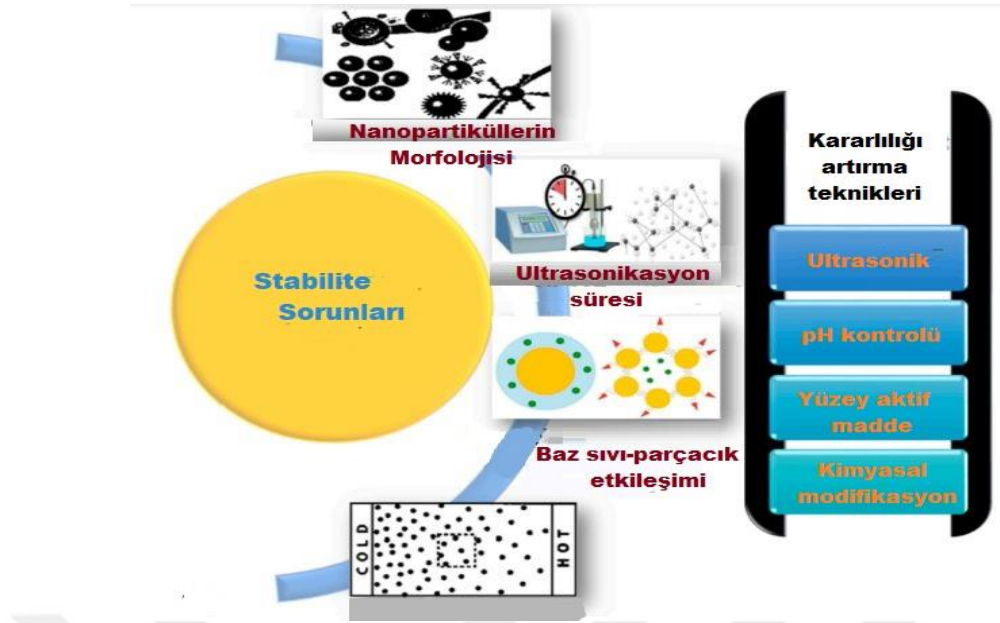
Temel akışkan içinde süspansiyon edilen parçacık, görünür ve ultraviyole frekans aralığındaki ışığı absorbe etme eğilimindedir. Kararlılık, UV-Vis spektrofotometresi kullanılarak absorpsiyon pik özelliklerinin sürekli kontrol edilmesi ve zamanla nasıl değiştiği ile ölçülmektedir [93]. Absorbansın zamanla azalması nanoakışkan süspansiyonunun kararsızlığını göstermektedir [94]. Sedimentasyon nedeniyle nanopartikül konsantrasyonunun zamanla azalması, absorbans değerinin düşmesine yansır. Bununla birlikte, koyu renkli nanoparçacık ve yüksek parçacık konsantrasyonuna sahip nanoakışkan için, bu yöntem ile kararlılığı ölçmek zordur.

#### *1.5.3.5. Elektron Mikroskopu Yöntemi*

Nanoakışkan içindeki nano malzemenin parçacık boyutu, belirli bir süre boyunca periyodik olarak çekilen TEM, SEM görüntüleri aracılığıyla izlenmektedir [95]. Nanoparçacıkların boyutundaki değişim, kararlılığın bir ölçüsüdür. Parçacıkların boyutunda bir artış, düzensiz parçacık kümelerinin oluşumu, yığılma ve dolayısıyla kararsız bir nanoakışkan anlamına gelmektedir. Bununla birlikte, bu nano partiküllerin nanoakışkan içindeki davranışlarını görselleştirebilmenin sağladığı avantajın yanında bazı sınırlamaları da beraberinde getirmektedir. Ölçümler için nanoakışkanın kurutulmuş numuneleri kullanıldığından, bu teknikler nanoakışkan içindeki nanopartiküllerin gerçek durumunu sağlamamaktadır. Etkili nanoparçacık karakterizasyonu için görüntüleme türünün, büyütmenin ve analiz yönteminin doğru seçilmesi kritik önem taşımaktadır. Kriyojenik elektron mikroskopu, nanoakışkanların donma işlemi sırasında mikroyapısının değişmemesini sağlayarak bu soruna bir çözüm olarak hizmet etmektedir. Bu teknik, nanoakışkanların dondurulduktan sonra bile orijinal yapılarını korumasını sağlamakta ve bu da nanoakışkanların incelenmesi ve anlaşılmasında büyük bir avantaj sunmaktadır. Bu sayede, nanoakışkanların özellikleri ve davranışları daha iyi anlaşılacaktır.

#### **1.5.4. Nanoakışkanların Kararlılığını Artırma Teknikleri**

Nanoakışkanların kararlılığının artırılması ultrasonikasyon [96], [97], pH kontrolü [98]–[100], yüzey aktif maddelerin eklenmesi, yüzey modifikasyon tekniği ve mekanizmaları [101], [102] yoluyla elde edilebilmektedir (Şekil 1.12). Termal iletkenlik başta olmak üzere pH değerinin değiştirilmesi nanoakışkanların özelliklerini önemli ölçüde değiştirmektedir. Her nanomateryalin, sistemde maksimum verimin elde edilebileceği belirli bir optimum pH değeri bulunmaktadır.



Şekil 1.12. Nanoakışkanların stabilite sorunları ve kararlılığını artırma teknikleri.

Ultrasonikasyon süresi ve nanopartiküllerin temel akışkandaki konsantrasyonu, nanopartiküllerin homojen dağılımının sağlanmasında önemli bir rol oynamaktadır. Bununla birlikte, optimum ultrasonikasyon süresinin ötesinde kullanım için hızlı sedimentasyonda bildirilmiştir [103], [104]. Nanopartiküllerin temel akışkandaki dağılılırlığı, baz sıvının yüzey gerilimini en aza indirdiği ve ayrıca nanopartiküller arasındaki Van der Waals etkileşim kuvvetini azalttığı için yüzey aktif maddelerle birlikte artmaktadır. Suda çözünen veya yağda çözünen yüzey aktif maddeler, temel akışkanın türüne (polar veya polar olmayan) bağlı olarak kullanılabilir. Ancak nanoakışkanlarda yüzey aktif maddelerin kullanılması köpük oluşumu, yüksek ısıl direnç, akışkan kirlenmesi, nanoakışkanların ısıl iletkenliğinde azalma gibi bazı dezavantajlara yol açmaktadır. Bu nedenle, nanopartiküllerin bir temel akışkan içinde dağılılırlığı, yüzey aktif madde ilavesi, pH kontrolü ve ultrasonikasyon yoluyla birlikte daha çok etkilidir [105]. Ancak bu gibi durumlarda nanoakışkanın doğası değişmektedir. Bu nedenle, yüzey modifikasyonunun (kovalent ve kovalent olmayan işlevselleştirme, adsorpsiyon ve elektrostatik bağlantı) gerekliliği, yüzey enerjisindeki azalma nedeniyle nanopartiküllerin temel akışkan içinde daha iyi dağılılırlığını sağladığı için gelişmiş kolloidal stabilite elde etmek için çok önemlidir.

Brownian hareketi ve sıvı katmanlaşması gibi fiziksel mekanizmalar, nanoakışkanların kolloidal stabilitesindeki mükemmel iyileşmeye ek olarak termofiziksel özellikleri de geliştirmektedir.

### 1.5.5. Nanoakışkanların Uygulama Alanları

Yeni bir malzeme türü olan nanoakışkanlar, benzersiz özellikleri nedeniyle daha geniş bir uygulama alanına sahiptir. Geleneksel akışkanlarla karşılaştırıldığında, nanoakışkanlar aşağıda verilen birçok avantajları bulunmaktadır [106]:

- ❖ Nanopartiküller ve temel akışkan arasındaki termal temas alanını daha büyük hale getiren ve daha yüksek bir termal iletkenliğe sahip olan geniş bir spesifik yüzey alanına sahiptir.
- ❖ Daha güçlü kontrol edilebilirlikle, manyetik nanoakışkanın termal iletkenliğinin kontrolü, parçacık konsantrasyonu ve parçacık boyutu gibi faktörleri kontrol edilerek ve manyetik alanın yönünü ve gücünü kontrol ederek elde edilebilmektedir.
- ❖ Küçük parçacık boyutu, akış sürecinde aşırı basınç düşüşüne neden olmamaktadır.

Yukarıda bahsedilen benzersiz avantajları nedeniyle Şekil 1.13'te gösterildiği gibi nanoakışkanlar; otomobil [107], [108] güneş enerjisi [109]–[111], sürtünmeyi azaltma, manyetik sızdırmazlık maddesi, reaktör ısı eşanjörü [112], optik uygulamalar, elektronik cihazlarda soğutma [113] vb. gibi birçok gündelik uygulamalarda yaygın olarak kullanılmaktadır.



Şekil 1.13. Nanoakışkanların günlük hayattaki bazı uygulama alanları.

Nanoakışkanların geniş uygulama alanlarının bazıları aşağıda özetlenmiştir.

#### *1.5.5.1. Endüstriyel Soğutma Uygulamaları*

Soğutma, birçok endüstrinin karşılaştığı önemli zorluklardan biridir. Soğutma oranlarını arttırmanın geleneksel yolu ısı transfer alanını arttırmaktır. Pompalama maliyetleri ile ısı transferi arasında bir denge vardır. Alan arttıkça, akışkanı eşanjörden geçirmek için gereken enerji de artmaktadır. Isı transfer alanının daha da artırılması, termal yönetim sisteminin boyutunun artırılmasını gerektirir. Isı eşanjörü tasarımına cazip bir yaklaşım, yeni, yüksek verimli ısı transfer akışkanları geliştirmektir.

Routbort ve arkadaşlarının 2008 yılında yaptıkları proje ile endüstriyel soğutma için nanoakışkanlar kullanıldığında, büyük enerji tasarrufu ve bunun sonucunda emisyonların azalacağını rapor etmişlerdir. Endüstri için soğutma ve ısıtma suyunun nanoakışkanlarla değiştirilmesi kayda değer enerji tasarrufu sağlama potansiyeli sunmaktadır. Elektrik enerjisi endüstrisi için, kapalı döngü soğutma çevrimlerinde nanoakışkanların kullanılması ile yılda yaklaşık 50.000-150.000 hanenin yıllık enerji tüketimine eşdeğer tasarruf sağlayabileceği tespit etmişlerdir [114].

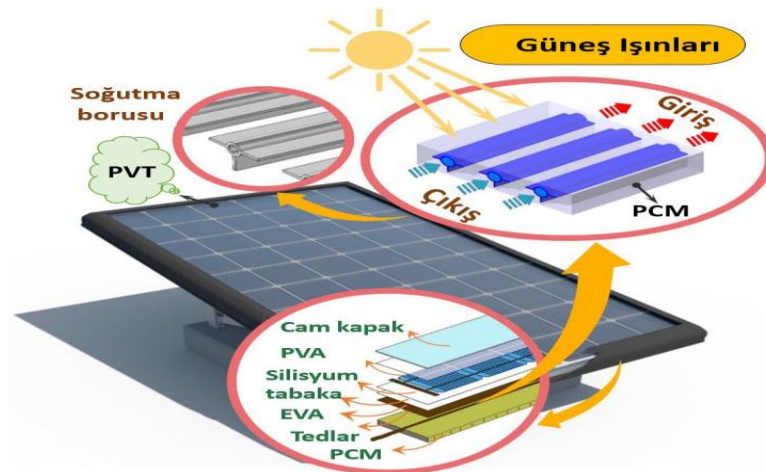
#### *1.5.5.2. Bina Soğutma Sistemleri*

Binalarda kullanılan geleneksel ısı eşanjörlerinde çeşitli nanoakışkanlar kullanılabilir. Analizler, nanoakışkan uygulamalarının hacimsel akışta ve kütle akış hızında azalma ve pompalama gücü tasarrufu sağlayabileceğini göstermektedir. Nanoakışkanlar ayrıca aynı miktarda termal enerji sağlayabilmek için daha küçük ısıtma sistemleri gerektirmekte, böylece ekipmanın boyutunu ve ilk maliyetini azaltmaktadır. Bu, güç tüketimindeki azalma ve ısı transfer sistemi yaşam döngüsünün sonunda üretilen atık nedeniyle çevreye kirlenimi de azaltmaktadır. Soğutma sistemlerinde nanoakışkanlar, klima kanallarının bataryalarında yaygın olarak kullanılan soğutulmuş suyun yerine kullanılabilir. Bakthavatchalam ve arkadaşları yaptıkları araştırmada, bir konut binasına kurulan fotovoltaik sistemlerle çalışan yeni tasarlanmış bir termoelektrik klimanın performansı, soğutucu akışkan olarak nanoakışkan kullanılarak analiz etmişlerdir. Ayrıca, farklı giriş akımları (2-6A) sağlayarak, tasarladıkları nanoakışkan destekli termoelektrik klima sisteminin soğutma özellikleri ve performansını, Malezya'nın tropikal ikliminde 25,6 m<sup>3</sup> hacimli bir test odasında deneysel olarak incelemişlerdir. Sistem geleneksel split klima ile karşılaştırıldığında %67 enerji tasarrufu ve %76 CO<sub>2</sub> emisyonunda azalma sağladığını tespit etmişlerdir.

Bu arařtırmayla geleneksel klima sistemine alternatif olarak Freon iermeyen bir sistem geliřtirmişlerdir [115]. Yapılan başka bir alıřma da arařtırmacılar, CNT'leri kullanarak zorlanmış konvektif ısı transferi oranları normalden dört kat daha iyi olan nanoakışkanlar geliřtirmişlerdir. Bir evin ticari su kazanına eklendiğinde, bu tür nanoakışkanların merkezi ısıtma cihazını %10 daha verimli hale getirebildiğini rapor etmişlerdir [116].

#### 1.5.5.3. Güneş Panelleri ve Kollektör Uygulamaları

Güneş enerjisi, özellikle ülkedeki diđer kaynaklar tükendiğinde, tüm yenilenebilir enerji kaynakları arasında en büyük potansiyele sahiptir. Güneş enerjili su ısıtıcısının verimliliğini artırmak için pek çok yöntem geliştirilmiştir. Ancak yeni yaklaşım, güneş enerjili su ısıtıcısında geleneksel ısı transfer akışkanları yerine nanoakışkanların kullanılmasıdır. Bu geleneksel akışkanların çoğu katıya kıyasla zayıf ısı transferi özellikleri, sistemin yüksek kompaktlığı ve etkinliği önündeki birincil engeldir. Temel girişim, geleneksel akışkanlarınkinden birkaç yüz kat daha yüksek termal iletkenliğe sahip katı partiküller aramaktır. Yenilikçi bir fikir, akışkanın ısı iletkenliğini iyileştirmek için ultra ince katı paracıkları akışkan içinde askıya almaktır. Arařtırmacılar, termal iletkenlik artışının askıdaki partiküllerin hacim oranına, partiküllerin ve temel akışkanların termal iletkenliklerine bađlı olduğunu ve nanoakışkanın geleneksel akışkanlardan daha etkili olduğunu kanıtlamışlardır. Bu akışkanlar ısı taşıma ortamı olarak kullanılırsa, geleneksel güneş enerjili su ısıtıcısının verimliliğini artırmaktadır. Alrowaili ve arkadaşları yapmış oldukları alıřmada, boşaltılmış tüp güneş kolektörünün performansını arařtırmak için alıřma sıvısı olarak mono CuO ve hibrit CuO + Cu/su nanoakışkanlarını kullanmışlardır (Şekil 1.14). Hibrit nanoakışkan durumunda, termal iletkenlik alıřmasında %21'lik bir artış gözlemişlerdir.



Şekil 1.14. Sistem bileşenlerinin temsili gösterimi.

Güneş kolektörünün performansını 0.0125, 0.015 ve 0.0175 L/s akış hızlarında test etmişlerdir ve hibrit nanoakışkan kullanımı ile kolektör alanının %38'e kadar azaltılabildiğini tespit etmişlerdir. Hibrit CuO + Cu (kütlece 2,5:1,5) nanoakışkan, su ve mono CuO'ya göre sırasıyla %61,7 ve %14,9 daha yüksek termal-optik verimlilik sergilediğini bildirmişlerdir [117].

#### *1.5.5.4. Ulaşım Uygulamaları*

Etilen glikol ve su karışımı otomotiv endüstrisinde yaygın olarak kullanılan bir soğutma sıvısıdır. Saf etilen glikol yüksek sıcaklıklar altında düşük basınçlarda çalışabilmekte iken saf su yüksek ısı transfer oranlarına sahiptir. Ancak, bu karışımın tek başına suya kıyasla düşük ısı transfer oranları gibi bir dezavantajı vardır. Motor soğutma sıvısına nanopartiküllerin eklenmesi, otomotiv ve kamyon motorları için soğutma oranlarını iyileştirmekte ve böylece soğutma sistemi boyutunu azaltma potansiyeline sahiptir. Daha hafif ve daha küçük radyatörlü daha kompakt soğutma sistemi tasarlamak otomobil performansını ve yakıt ekonomisini artırmaktadır. Tzeng ve arkadaşları, CuO ve Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartiküllerini motor şanzıman yağına katkılarını yapmışlardır. Döner kanatlı kaplinin yüksek dönme hızlarında genellikle yüksek sıcaklık oluşmaktadır. CuO nanopartiküllerinin eklenmesiyle elde edilen yüksek ısı transfer oranlarının, daha yüksek dönme hızlarında bile düşük sıcaklık dağılımıyla sonuçlandığı gösterilmiştir. Bununla birlikte, soğutma sisteminde nanopartiküller kullanılırken partiküllerin topaklanması, partiküllerin çökmesi ve yüzey erozyonu gibi diğer hususlar da dikkate alınmalıdır. Bakır oksit ve alüminyum oksit de fren nanoakışkanlarında kullanılmaktadır. Her ikisi de temel akışkanın özelliklerini geliştirerek daha yüksek kaynama noktasına, viskoziteye ve iletkenliğe sahip olmasını sağlamıştır. Fren sıvısındaki bu gelişmiş özellikler buhar kilidi oluşumunu azaltmış ve böylece sürüş sırasında güvenliği arttırmıştır. Ayrıca, nanoakışkanların fren performansını arttırdığı bildirilmiştir [118].

## **1.6. AKILLI KENTLER**

Akıllı kentler, sakinlerinin yaşam kalitesini artırmak için teknoloji ve verilerden yararlanan kentsel alanlardır. Öte yandan nanoakışkanlar, temel akışkan içinde dağılmış nanopartiküller içeren bir akışkan türüdür. Bu nanopartiküller akışkanın termal ve elektriksel özelliklerini geliştirebilmektedir. Akıllı şehirler bağlamında, nanoakışkanlar enerji verimliliğini ve sürdürülebilirliği artırmak için çeşitli uygulamalarda

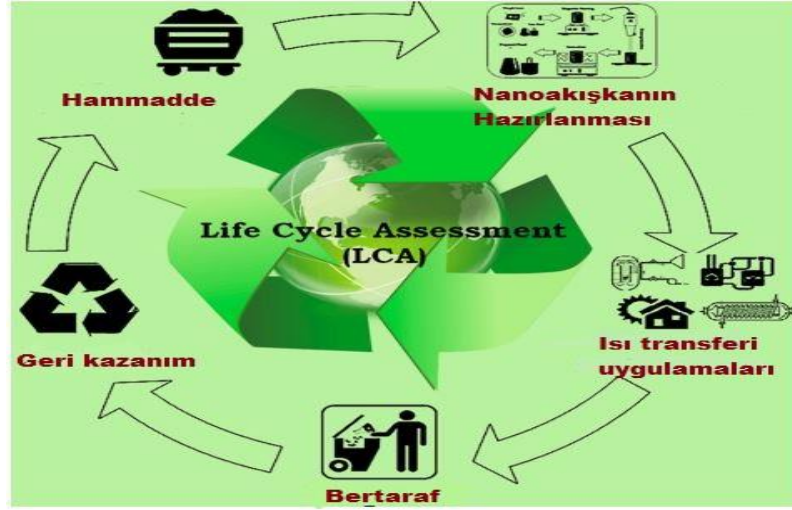
kullanılabilmektedir. Örneğin, nanoakışkanlar ısı transferini geliştirmek ve enerji tüketimini azaltmak için bina soğutma sistemlerinde kullanılabilmektedir. Nanoakışkanlar kullanılarak binalar daha verimli bir şekilde soğutulabilmektedir, bu da enerji tasarrufu ve çevresel etkinin azaltılmasını sağlamaktadır. Ayrıca, nanoakışkanlar enerji dağıtımının verimliliğini artırmak için akıllı şebeke sistemlerinde kullanılabilmektedir. Nanoakışkanlar güç kablolarına dahil edilerek ısı dağılımını iyileştirmekte ve iletim sırasında enerji kayıplarını azaltmaktadır [119], [120].

Genel olarak, nanoakışkanlar çeşitli uygulamalarda enerji verimliliğini ve sürdürülebilirliği artırarak akıllı şehirlerin gelişimine katkıda bulunma potansiyeline sahiptir.

Akıllı şehirler ve nanoakışkanlar arasındaki potansiyel bağlantı, akıllı enerji yönetimi alanında yatmaktadır. Nanoakışkanların soğutma sistemleri veya bölgesel ısıtma ağları gibi akıllı şehir altyapısına dahil edilmesiyle, enerji verimliliğini artırmak ve ısı transferi süreçlerini optimize etmek mümkündür. Örneğin, nanoakışkanlar soğutma sistemlerindeki ısı transfer verimliliğini artırarak enerji tüketimini ve maliyetleri azaltabilmektedir. Ayrıca, akıllı şehir platformları nanoakışkanların kullanımını optimize etmek ve enerji verimliliğini daha da artırmak için sıcaklık, enerji talebi ve akışkan akış hızlarına ilişkin verileri entegre edebilmektedir. Isı transferi sürecini geliştirmek için nanoakışkanların uygulanması, çeşitli süreçlerin enerji verimliliğini artırarak çevresel faydalar sağlamak ve bu da enerji tüketimini, ısı kayıplarını veya ısı dağılımını azaltmaktadır. Nanoakışkanlar sera gazı emisyonlarını azalttıkları için çevresel ve ekonomik tasarruf sağlamaktadır. Nanoakışkanların kullanımı CO<sub>2</sub> emilimini artırarak iklim değişikliğine neden olan ve hava kalitesini düşüren karbon emisyonlarının çevresel etkisini azaltmaktadır.

Tek adımlı ve iki adımlı yöntemler kullanılarak hazırlanan alümina nanoakışkanın değerlendirilmesinde kullanılan yaşam döngüsü değerlendirme (LCA) (Şekil 1.15) ve kantitatif risk değerlendirme (QRA) teknikleri, neredeyse aynı QRA seviyesinin aksine değişen LCA değerleri göstermiştir. Ayrıca, tek aşamalı yöntemin çevresel etkisi iki aşamalı yöntemin üç katı olur. Nanoakışkan tabanlı termal sistemlerde, nanoakışkanların toksisitesi de incelenmesi gereken önemli parametrelerden biridir.

Morfoloji, konsantrasyon, kristallik, fiziksel-kimyasal özellikler gibi çeşitli faktörler nanopartiküllerin toksisitesini büyük ölçüde etkilemektedir.



Şekil 1.15. Isı transfer sistemlerinde nanoakışkanların yaşam döngüsü değerlendirme süreçleri.

Nanoakışkanların kullanıldığı termal sistemlerde ekonomik ve çevresel analiz çalışmalarının hala sınırlı olduğu gözlemlenmiştir. %0,1 grafen bazlı NP'ler için güneş kollektörünün boyutunda maksimum %26 azalma ve temel akışkandan %5,6 daha az geri ödeme süresi ile uzun vadeli malzeme ve maliyet tasarrufu sağladığı rapor edilmiştir [121].

Boyaghchi ve arkadaşları yapmış olduğu çalışmada, bir güneş-jeotermal sisteminde su bazlı CuO nanoakışkanlar kullanarak çevresel etkide %22,8'lik maksimum iyileşme tespit etmişlerdir [122]. Sharafeldin ve diğerleri ise, tahliye borulu güneş kollektörü sisteminde Cu nanoakışkanlar için yaklaşık 312 kg CO<sub>2</sub> emisyonu azaltımı ile 1,3 yıllık geri ödeme süresi olduğunu rapor etmişlerdir [123].

Jose ve arkadaşları yapmış oldukları çalışmada, nanoakışkanlı serpantin bakır borulu ısı eşanjörünün 100W güneş fotovoltaik termal kolektörler (PV/T) üzerindeki etkisini deneysel ve sayısal olarak analiz etmişlerdir. Yapılan testler, Hindistan'ın 2018 yaz günlerinde farklı soğutucu kütle akış hızlarında gerçekleştirilmiştir. Nanoakışkanın kütle akış hızının dış T ve Reynolds sayısı üzerindeki etkisini incelemişlerdir. Su bazlı soğutma sisteminin termal verimliliği %53,61, iken %0,1 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve %0,2 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ilavesi ile verimlerin sırasıyla %69,45 ve %71,02 olduğunu rapor etmişlerdir [124]. Enerji kullanımını önemli ölçüde azalttığı göz önüne alındığında, yaptıkları çalışma ile yeşil ve akıllı şehirler için uygulanabilir nanoakışkan geliştirmişlerdir.

## 1.7. KOROZYON

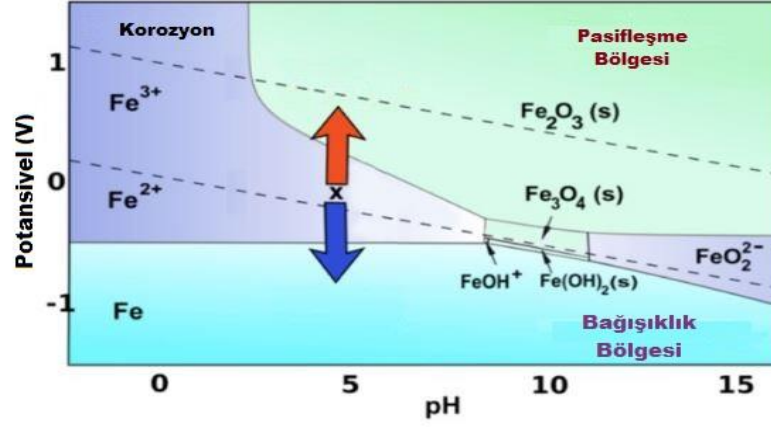
### 1.7.1. Korozyon Mekanizması

Korozyon, metalin çevresindeki ortamla kimyasal veya elektrokimyasal reaksiyona girerek özelliklerinin bozulmasına veya kaybolmasına yol açan ve malzemelerin özelliklerini etkileyen doğal bir süreçtir. Elektrokimyasal olarak korozyon, bir metal ile içine daldırıldığı elektrolit çözeltisi arasındaki yüzey boyunca elektronların hareketini içeren bir süreci ifade eder. Elektrokimyasal bir reaksiyonun gerçekleşebilmesi için anot, katot, iletken malzeme ve elektrolit olmak üzere dört unsura ihtiyaç vardır.

Korozyon mekanizması pH, sıcaklık, oksijen, klorür, sülfür gibi aşındırıcı elementlerin varlığı ve diğer çevresel koşullara bağlıdır. Bu faktörler, bir malzemenin korozyona uğrama hızını ve şeklini belirleyebilmektedir. Oksidasyon yükü  $n$  olan herhangi bir  $M$  metali için gerçekleşen anodik ve katodik reaksiyonlar ortamın pH değerine bağlıdır. Oksijensiz asidik bir ortamda, hücre reaksiyonlarını tamamlamak için hidrojen gazı içeren katodik reaksiyon gerçekleşirken, nötr ve alkali ortamda, hidroksit bileşikleri ve hidrojen evrimi daha elverişlidir.

### 1.7.2. Karbon Çeliğinde Korozyon

Yumuşak (karbon) çelik, kolay erişilebilirliği ve düşük maliyeti nedeniyle endüstriyel proseslerde yapı malzemesi olarak yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Endüstriyel uygulamalara örnek olarak su boru hatları, soğutma suyu sistemleri [125], [126], petrol boru hatları [127], gaz dağıtım şebekeleri, iklimlendirme sistemleri, kazanlar vb. verilebilmektedir. Düşük maliyeti nedeniyle, yumuşak çelik özellikle tercih edilmektedir. Ancak, yumuşak çeliğin düşük dirence sahip olması, farklı korozyon türlerine karşı hassas olmasına nedenlerinden biridir. Bu durum, özellikle tahrip edici ortamlarda çelik malzemenin korozyona uğrama riskini artırmaktadır. Bu nedenle, yumuşak çelik yapılarının korozyona karşı korunması önemlidir [128]. Demir, çeliğin ana bileşimi olduğundan, Şekil 1.16'de gösterildiği gibi Fe için karşılık gelen Pourbaix diyagramı, çeliğin 25 °C'deki davranışını belirlemek için kullanılmaktadır. Üç ana bölge bağımsızlık, pasivasyon ve aktif korozyon gibi farklı korozyon türleriyle ilişkilendirilebilir. Potansiyelin pH'dan bağımsız olduğu bölge, korozyonun meydana gelmediği bağımsızlık durumuna karşılık gelmektedir. Pasivasyon, termodinamiğin koruyucu oksit tabakasının oluşumunu desteklediği  $Fe_2O_3$  bölgesi ile gösterilmektedir. Korozyon, demirin  $Fe^{2+}$  ve/veya  $Fe^{3+}$ 'e oksitlendiği Pourbaix diyagramının  $Fe^{2+}$  bölgesinde gerçekleşmektedir.



Şekil 1.16. Demir-su sistemi için Pourbaix diyagramı (25 °C).

### 1.7.3. Soğutma Sistemlerinde Korozyon

Sirkülasyonlu (kapalı devridaim) su sistemleri, çeşitli ısıtma ve soğutma uygulamalarında kullanılmaktadır. Bu uygulamalar, otomobil ve kamyon soğutma sistemlerinden, binaların ısıtılması ve soğutulmasına, döküm ünitelerinde erimiş çeliğin soğutulmasına, endüstriyel proses ekipmanlarının soğutulmasına ve diğer birçok alana kadar uzanmaktadır. Bu sistemlerde, ısıtma veya soğutma sıvısıyla temas halinde olan metal parçalarda kireçlenmenin önlenmesi ve korozyonun minimize edilmesi büyük önem taşımaktadır. Isıtma veya soğutma sistemlerinde kullanılan sıvılar genellikle su bazlıdır, ancak bazı durumlarda etilen glikol gibi antifriz bileşikleri kullanılabilir. Diğer durumlarda ise, soğutma sistemlerinin çelik endüstrisinde kullanılan yüksek ısı akışına veya düşük iletkenliğe sahip sistemlere uygun şekilde nispeten saf su bazlı sıvılar olması gerekmektedir.

#### 1.7.3.1. Soğutma Sistemlerinde Karbon Çeliğinin Korozyonu

Karbon çeliği, çeşitli korozyon ortamlarında yaygın olarak kullanılan bir metal olduğundan, korozyon çalışmaları açısından en kapsamlı şekilde araştırılan metallere biridir. Özellikle ısı eşanjörü borularının imalatında, karbon çeliği önemli bir malzeme olarak kullanılmaktadır. Ancak, bu boru hatlarında zorlu ortam koşulları nedeniyle korozyon sorunları ortaya çıkabilmektedir. Sistem suyunda çözünmüş oksijen, çelik radyatörlerde bulunan demir içeriğiyle etkileşime girerek pas ve hidrojen üretimine neden olabilir. Bu pas, hidrojen ve ısı ile birlikte sistem içinde kimyasal reaksiyonlara yol açabilir. Sonuç olarak, ferrik oksit pası gibi yaygın olarak gözlemlenen bir ürün oluşabilir. Bu durum, karbon çeliği kullanılan boru hatlarında korozyonla ilgili sorunların potansiyel olarak ortaya çıkabileceğini göstermektedir.

### *1.7.3.2. Soğutma Sistemlerinde Kullanılan Korozyon İnhibitörleri*

Soğutma suyu sistemlerinde, korozyon, kireçlenme ve mikrobiyal büyüme gibi üç temel sorun bulunmaktadır. Bu sorunların önlenmesi için çeşitli inhibitörler kullanılmaktadır. Genellikle azot, kükürt ve oksijen atomları içeren organik bileşikler, yaygın olarak bilinen inhibitörler arasındadır. Özellikle, metallerin korozyonunu engellemek için çift elektron barındıran ve hetero-atomlar içeren fonksiyonel gruplara sahip bileşiklerin inhibitör olarak özellikle faydalı olduğu tespit edilmiştir. Bu tür bileşikler, endüstriyel uygulamalarda hala metallerin korozyonunu önlemek için aktif olarak araştırılmaktadır. İnhibitör seçiminde düşük konsantrasyon, geri dönüşümde kararlılık ve maliyet etkinliği gibi kriterler önem taşımaktadır. Bu kriterler, inhibitörlerin etkinliğini artırmak ve sistemin sürdürülebilirliğini sağlamak için dikkate alınması gereken faktörlerdir.



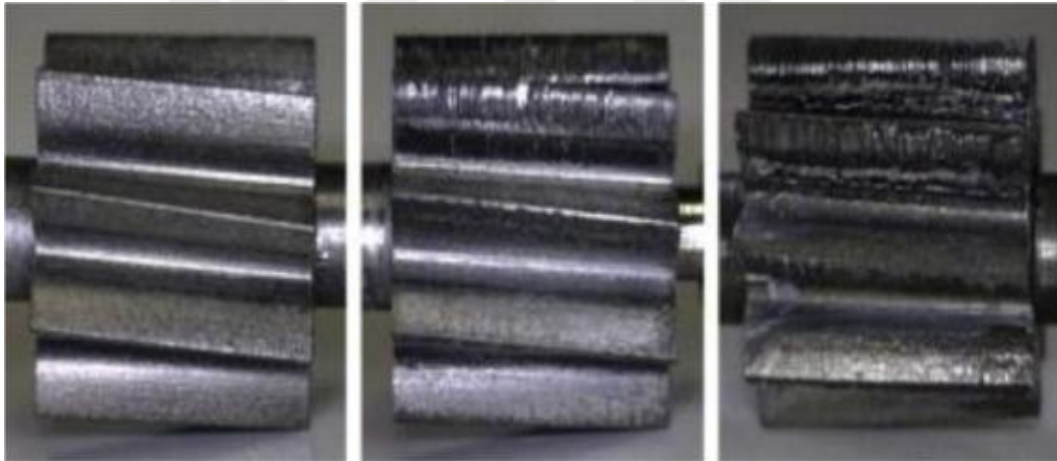
## 2. LİTERATÜR ÇALIŞMALARI

Enerji kaynaklarının sınırlı olmasından ve yüksek maliyetlerden dolayı endüstriyel alanlarda enerji verimliliğini geliştirmek için çalışmalar yapılmaktadır. Isı transferi, endüstride birçok alanı doğrudan etkileyen önemli bir çalışma konusudur. Isı transferinde meydana getirilebilecek iyileştirmelerin enerji verimliliğini artırmanın yanı sıra, endüstriyel uygulamalarda çalışma sürelerini azaltarak malzemelerin kullanım ömürlerini artırdığı belirtilmektedir. Nanoakışkanların ısı transfer sistemlerine dahil edilmesiyle, ısı transferinde belirgin artış olduğu kanıtlanmıştır. Bununla birlikte, NP'lerin ilavesi olmaksızın korozyon sorunları olduğundan, korozyon performansı açısından nanoakışkanların kullanımıyla ilgili güvenlik hususunun korunması önemlidir. Nanopartiküllerin temel akışkandaki varlığı termo-fiziksel özelliklerini değiştirmektedir, bu nedenle nanoakışkanların çevre ile reaktivitesi dikkate alınmalıdır. Nanoakışkanların korozyonuyla ilgili yapılan çalışmalar sınırlı sayıda bulunmaktadır. Bu alanla ilgili yayımlanan çalışmaların yetersiz olmasının yanı sıra kapsamlı da değildir. Bazı yapılan çalışmalarda araştırmacılar ısı ve erozyon özelliklerini [129], [130], yüzey aktif maddeler gibi bazı bileşenlerin [131], [132] veya deneysel koşulların (örneğin karıştırma süresi veya akış hızı) etkisini [133] inceledikleri için nanoakışkanların korozyonu ana odak noktası olmamış ve korozyon davranışları ayrıntılı olarak incelenmemiştir.

Xie ve arkadaşları yaptıkları çalışmada, temel akışkan olarak yapay soğutma suyunu (SCW) ve dağıtıcı olarak sodyum dodesil benzen sülfonatu (SDBS) kullanarak  $TiO_2$  ve  $Al_2O_3$  nanoakışkanlarını hazırlamışlardır. Daha sonra elektrolit olarak nanoakışkanları, pirinç alaşımına karşı korozyon davranışını elektrokimyasal yöntemler ve yüzey analiz teknikleri ile incelemişlerdir. SDBS'nin pirinç alaşımı yüzeyine adsorbe olarak koruyucu bir film oluşturabildiğini ve SCW içindeki pirinç alaşımı üzerinde korozyon önleyici bir etkiye sahip olduğunu rapor etmişlerdir. SCW-SDBS- $TiO_2$  nanoakışkanında, bazı negatif yüklü  $TiO_2$  nanopartiküllerinin pirinç alaşımı yüzeyine bağlandığını ve belirgin bir SDBS adsorpsiyon filmi bulunmadığını, bu durumda nanoakışkandaki SDBS'nin pirinç alaşımına karşı neredeyse hiç korozyon inhibisyonuna sahip olmadığını tespit etmişlerdir. SCW-SDBS- $Al_2O_3$  nanoakışkanında ise, pirinç alaşım yüzeyi pozitif yüklü bazı  $Al_2O_3$  nanopartikülleri içeren düzgün dağılımlı SDBS filmi ile kaplandığını ve nanoakışkanda

pirinç alaşımının korozyon inhibisyonunu önemli ölçüde artırdığını göstermiştir. Nanoakışkanlarda SDBS'nin pirinç yüzeyine adsorpsiyonunun nanopartiküllerin yük durumuyla ilişkili olduğu ve pirinç alaşımının çeşitli nanoakışkanlarda farklı korozyon direncine sahip olduğu sonucuna varmışlardır [134].

Bubbico ve diğerleri,  $Al_2O_3$ ,  $TiO_2$ ,  $ZrO_2$  ve SiC ve nanoparçacıkları içeren dört farklı nanoakışkanın paslanmaz çelik, alüminyum ve bakır yüzeyler üzerindeki etkisini araştırmışlardır. Hazırlanan nanoakışkanların paslanmaz çelikten yapılmış yüzeye zarar vermediğini belirtmişlerdir. Bu nedenle, yenilenebilir enerji sistemlerinin yapısında, borularında ve akış geçitlerinde paslanmaz çelik kullanımının en iyi seçenek olduğunu vurgulamışlardır. Alüminyumun nanoakışkanlara karşı en düşük dirence sahip olduğu ve en yüksek korozyon/erozyona maruz kaldığı tespit etmişlerdir. Aynı zamanda, şekil 2.1'de görüldüğü gibi  $Al_2O_3$ 'ün çalışma akışkanının rezervuardan termal sisteme iletilmesi için kullanılan pompaya önemli ölçüde zarar verebileceği sonucuna varmışlardır [130].



Şekil 2.1. Nanoakışkanların bir pompanın dişlileri üzerindeki etkisi: yeni dişli (solda),  $TiO_2$  nanoakışkan ile temas eden (ortada) ve  $Al_2O_3$  nanoakışkan ile temas eden dişlilerin (sağda) görüntüsü.

Yaptığımız çalışmada ultrasonik destekli birlikte çöktürme yöntemi ile ZnO NP'leri üretilmiştir. Sentezlenen ZnO NP'lerin yapısı ve morfolojisi, FT-IR, XRD, SEM ve EDX gibi spektroskopik teknikler kullanılarak karakterize edilmiştir. İncelenen nanoakışkanlarda önemli bir çökme olmaksızın uzun süre stabil kalmışlardır. Bu çalışmada ayrıca, çeşitli ZnO NP konsantrasyonları ile hazırlanan nanoakışkanlarda, St37 çeliğinin korozyon davranışı araştırılmıştır. Özellikle, ağırlıkça %0.05 ZnO nanopartikül içeren nanoakışkanın hazırlanan nanoakışkanlar arasında en yüksek korozyon önleme

etkinliđi gösterdiđi tespit edilmiřtir. Aynı zamanda EIS ve PDP ölçüm sonuçlarına göre, sođutma sistemlerinde ZnO gibi anorganik nanopartikülleri varlıđının nanoakıřkanların korozyon önleme performansını önemli ölçüde artırdıđını göstermiřtir. Çalıřılan St37 çeliđi yüzeyindeki hem korozif hem de adsorpsiyonda rol oynayan ürünler elementel haritalama analiz tekniđi ile incelenmiř, korozyondan önleme olası mekanizması tartıřılmıřtır [135].

Fotowat ve diđer arařtırmacılar tarafından gerçekteřtirilen bir bařka çalıřmada, alüminyum oksit/su nanoakıřkanının alüminyum, bakır ve paslanmaz çelik üzerindeki etkilerini incelenmiřtir. Bu amaçla, pH deđerı 3.7 olan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ve HCl çözeltileri içerisinde bu metaller sekiz aylık bir süre boyunca bekletilmiřtir. SEM ve EDX gibi teknikler ile tüm numune yüzeylerinin görüntülerini, haritalarını ve analizlerini yapmıřlardır. Nanoakıřkanın alüminyum ve bakırdaki aşındırıcılıđının önemli olduđunu, ancak paslanmaz çelikte ihmal edilebilir düzeyde olduđu sonucuna varmıřlardır. Ayrıca bu çalıřmada, farklı sıcaklıklar ve nanoakıřkan konsantrasyonları dikkate alınarak Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/su nanoakıřkanının ısı iletkenliđi üzerindeki etkisi deneysel olarak arařtırılmıřtır. Nanoakıřkanın ısı iletkenliđinde temel akıřkana kıyasla yaklaşık %17'lik bir artış olduđunu belirlemiřlerdir [136].

Abdeen ve diđer arařtırmacılar, karbon nanotüplerin (CNT) ve Arap zamkının (AZ) farklı sıcaklıklar altında CNT-su nanoakıřkanında 316L paslanmaz çeliđin korozyon inhibisyon davranıřını elektrokimyasal yöntem ve yüzey analiz teknikleri kullanarak incelemiřlerdir. Bu amaçla, 316L paslanmaz çelik numuneleri 22, 40, 60 ve 80 °C sıcaklıklarda CNT-su nanoakıřkana maruz bırakmıřlardır. İki farklı CNT konsantrasyonu (ađırlıkça %0,1 ve %1 CNT) yüzey aktif madde AZ kullanılarak deiyonize su içinde homojen bir řekilde dađıtılmıř ve korozyon testi uygulamıřlardır. CNT-su nanoakıřkanlarının sıcaklık ve konsantrasyonunun korozyonu artırdıđını ve %1 CNT nanoakıřkanında 80 °C'de 32,66 mili-mpy ile en yüksek korozyon oranına sahip olduđunu belirlemiřlerdir. Aktivasyon enerjisi analizi ve optik yüzey gözlemleri, CNT'lerin daha yüksek sıcaklıklarda desorbe olabileceđini ve bu durumda yüzeyin korozyon saldırısına karřı daha savunmasız hale geldiđini rapor etmiřlerdir [137].

### 3. MATERYAL VE YÖNTEM

#### 3.1. MATERYAL

##### 3.1.1. Metal Oksit NP'lerin Hazırlanmasında Kullanılan Kimyasallar

Bu çalışmada metal oksit nanopartiküllerin hazırlanması aşamasında kullanılan kimyasallar ve temin edildikleri firmalar Çizelge 3.1'de verilmiştir.

Çizelge 3.1.Çalışmada kullanılan reaktifler ve temin edildikleri firmalar.

Reaktifler	Temin Edilen Firma
Co(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> . 6H <sub>2</sub> O	Merck
Cr(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> . 9H <sub>2</sub> O	Merck
Cu(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> . 2,5H <sub>2</sub> O	Alfa Aesar
Fe(Cl) <sub>3</sub> . 6H <sub>2</sub> O	Merck
Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> . 9H <sub>2</sub> O	Alfa Aesar
FeSO <sub>4</sub> . 7H <sub>2</sub> O	Merck
Mn(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> . 6H <sub>2</sub> O	Alfa Aesar
NaOH	Merck
Ni(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> . 6H <sub>2</sub> O	Alfa Aesar
PEG 400	Ataman Kimya
PVP	Ataman Kimya
PoliDADMAC	Ataman Kimya
KS	Ataman Kimya
Ti[OCH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ] <sub>4</sub>	Ataman Kimya
Zn(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> .4H <sub>2</sub> O	Merck

##### 3.1.2. Nanoakışkanların Hazırlanmasında Kullanılan Kimyasallar

Yapay soğutma suyu temel akışkanı, Çizelge 3.2'de belirtilen kimyasalların literatürlerde [138], [139] bildirilen uygun konsantrasyonlarda karıştırılmasıyla hazırlandı (Bölüm 3.2.2). Nanoakışkanlar için temel akışkan olan SCW çözeltisinin içeriği Çizelge 3.2'de verilmiştir. SCW çözeltisinin hazırlanmasında kullanılan kimyasallar Merck firmasından temin edilmiştir.

Çizelge 3.2. Temel akışkan olarak SCW'nun kimyasal içeriği

Bileşikler	NaCl	NaHCO <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	MgSO <sub>4</sub>	CaCl <sub>2</sub>
C(mmol/L)	7.50	2.00	3.50	0.25	0.50

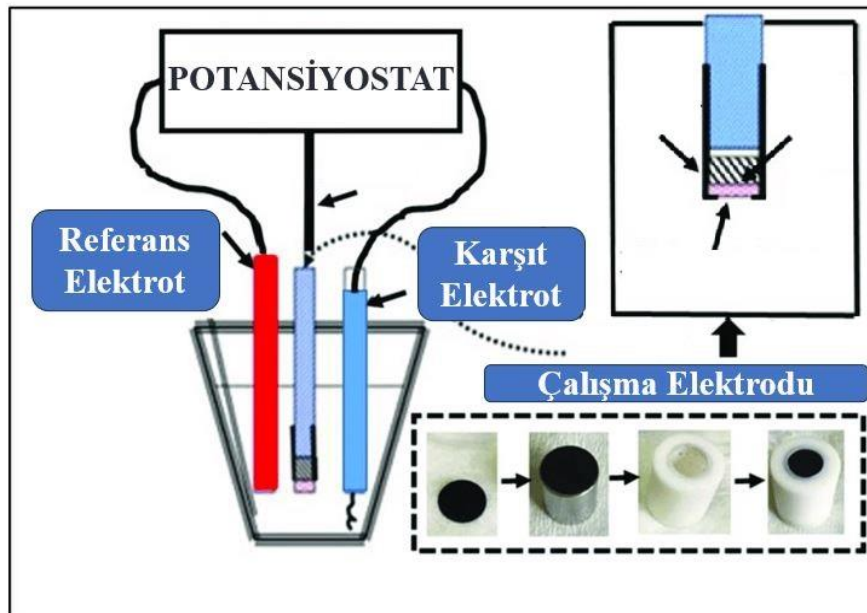
### 3.1.3. Korozyon Testlerinde Kullanılan Malzemeler

Mükemmel mekanik özellikleri ve düşük maliyetli bakımı nedeniyle birçok sektörde yaygın bir şekilde kullanılan düşük karbon çeliğinin elementel içeriği Çizelge 3.3'te gösterilmiştir.

Çizelge 3.3. Düşük karbon çeliğinin kimyasal bileşimi (Kütlece %).

Materyal	C	Mn	P	Si	S	Fe
St37 çeliği	0.17	1.40	0.05	0.30	0.05	Bal.

Deneylerde kullanılan düşük karbon çeliği Erdemir Çelik Şirketi'nden temin edilmiştir. Elektrotlar 0,75 cm<sup>2</sup> silindirik olacak şekilde kesilerek hazırlanmıştır. Yalnızca silindirin taban alanlarından bir tanesi açıkta kalacak şekilde yalıtkan boru içerisine konup üzerinde ve etrafında kalın bir polyester tabakanın oluşması sağlanmıştır (Şekil 3.1).



Şekil 3.1. Elektrokimyasal testte kullanılan hücre düzeneği ve çalışma elektrodunun şematik gösterimi.

### 3.1.4. Kullanılan Cihazlar

Çalışmada kullanılan cihazların kullanım amaçları ve görselleri Şekil 3.2’de sunulmuştur.

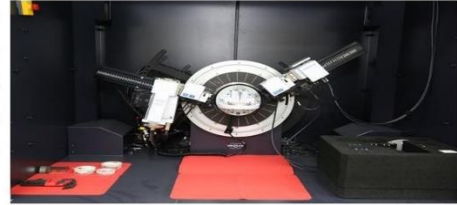
#### **FT-IR Spektroskopi Analizi**

Sentezlenen metal oksit nanopartiküllerin yapısını karakterize etmek, fonksiyonel gruplarını tanımlamak ve yapısındaki değişiklikleri incelemek amacıyla FT-IR analizi yapılmıştır. Perkin Elmer Spectra Two FTIR-ATR cihazı kullanılarak sentezlenen nanopartiküllerin, 375-4000  $\text{cm}^{-1}$  aralığında FT-IR spektrumları ölçülmüştür.



#### **XRD Analizi**

X ışını kırınımı analizi, nanopartiküllerin kristal yapılarını ve oluşan fazları belirlemek için gerçekleştirilmiştir. Sentezlenen metal oksit nanopartiküllerin yapısal analizleri, toz X-ışınları difraktometresinde  $\text{Cu K}\alpha$  ışınması ( $\lambda=1.54056\text{\AA}$ ) kullanılarak yapılmıştır. Ölçümler XRD (Bruker marka D8 Discover) difraktometresinde  $2\theta=20-90^\circ$  aralığında alınmıştır.



#### **SEM ve EDS Analizi**

Optimum koşullarda sentezlenen nanopartiküllerin morfolojik yapılarını incelemek, partikül boyut dağılımı ve elemental bileşimini tayin etmek için SEM ve EDS analizleri J. Quanta 250 (FEI, Holland) model cihaz kullanılarak gerçekleştirilmiştir.



#### **EIS Analizi**

Hazırlanan SCW ve nanoakışkan numunelerinin korozyon davranışlarını tespit etmek için Elektrokimyasal Empedans Spektroskopisi (EIS) deneyleri yapılmıştır. Bu yöntemde düşük karbon çeliğinin korozyon potansiyelleri GAMRY Interface 1010E potansiyostat/galvanostat/ZRA sisteminde 0,01Hz-100kHz frekans aralıklarında yapılmıştır. Deney sonrasında elde edilen veriler ZsimpWin 3.21 yazılımı kullanılarak analiz edilmiştir.



#### **Ultrasonik Banyo**

Sentez aşamalarında ve nanoakışkan hazırlama işlemleri için (Isolab marka) ultrasonik banyo kullanılmıştır. Ultrasonik banyo da, ultrasonik gücü 240 W, frekans gücü 37 kHz, "sweep", "degass" ve "pulse" fonksiyonları bulunmaktadır.



#### **Kül Fırını**

Nanopartiküllerin sentezlenmesi aşamasında kalsinasyon işlemleri sırasında Nabertherm B180 markalı kül fırını kullanılmıştır.

#### **Santrifüj Cihazı**

Nanopartiküllerin sentezlenmesi aşamasında elde edilen süspansiyonlar santrifüj edilip, çözeltilerden çöktürülerek ayrılmıştır. Bu işlem Elektromag MP150 model santrifüj cihazında gerçekleştirilmiştir.

Şekil 3.2. Çalışmada kullanılan cihazların kullanım amaçları ve görselleri.

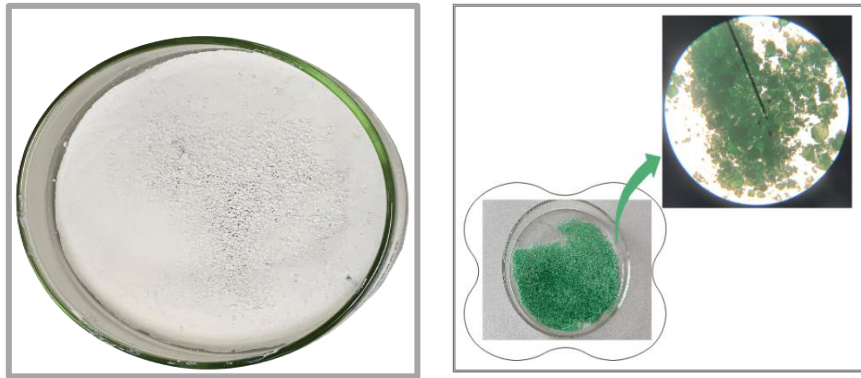
## 3.2. YÖNTEM

### 3.2.1. Metal Oksit Nanopartiküllerinin Sentez Yöntemleri

#### 3.2.1.1. ( $M^{2+} = Zn, Ni, Cu$ ) Oksit Nanopartiküllerinin Sentezi

##### ❖ Yöntem A : Mikrodalga Destekli Birlikte Çöktürme Metodu:

0,1 M konsantrasyonundaki  $M(NO_3)_2$  tuzu, 25 ml distile su ve 5 ml PEG 400 veya PVP dispersan ajanları, ısıya dayanıklı bir kap içerisinde mikrodalga fırın kullanılarak çözünme işlemi gerçekleştirildi. Bu işlemin sonunda saydam bir çözelti elde edildi. Daha sonra bu çözeltinin üzerine 0,2 M'lık NaOH çözeltisi oda sıcaklığında damla damla eklenerek manyetik karıştırıcıda karışması sağlandı. Çözelti, 8 dakika boyunca (reaksiyonun kontrollü bir şekilde gerçekleşmesini sağlamak için her biri bir dakika süren periyotlarla) 90 W gücündeki mikrodalga fırında bekletildi ve reaksiyonun tamamlanması sağlandı. Reaksiyon prosesi tamamlandıktan sonra, oluşan çökelek oda sıcaklığında soğumaya bırakıldı. Daha sonra çözelti karışımından, oluşan katı ürünü ayırmak için 6000 rpm devir hızında santrifüj işlemine tabi tutuldu ve katı ürün ayrıştırıldı. Reaksiyon sonucu oluşan safsızlıkların uzaklaştırılması için elde edilen katı ürün üç defa distile su ile yıkanarak tekrar santrifüj işlemi (6000 rpm 10 dakika) uygulandı. Yıkama sonrası elde edilen ürün 70 °C'de etüvde kurumaya bırakıldı. Sentezlenen çinko ve nikel bileşiklerine ait görseller Şekil 3.3'te gösterilmektedir.



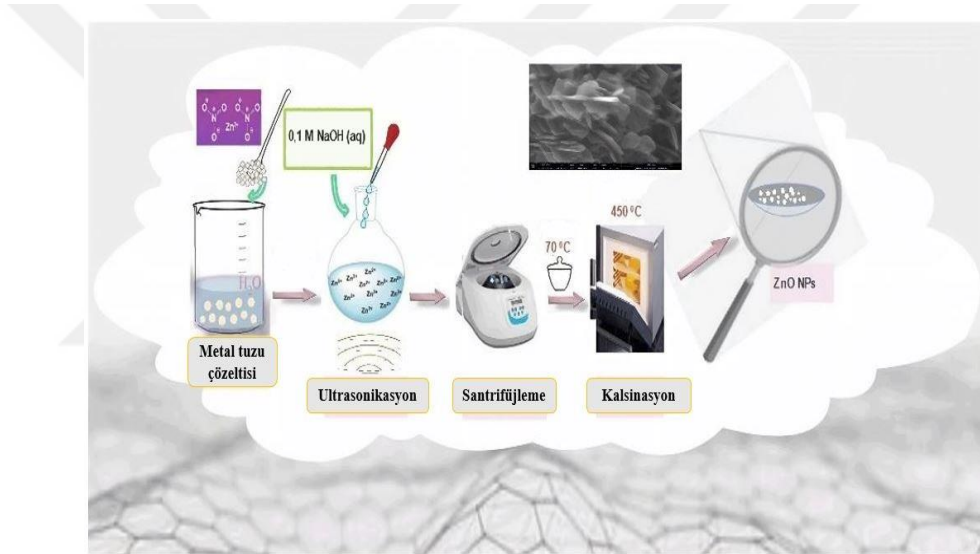
Şekil 3.3. Sentezlenen çinko bileşiği ve nikel bileşiğinin 10x optik mikroskoptaki görüntüleri.

Kurutulan numune ZnO için 400 °C'de 2,5 saat, NiO ve CuO için ise 500 °C'de 3 saat kül fırınında kalsinasyon işlemi uygulanarak, nanopartiküller sentezlendi.

❖ **Yöntem B:** Ultrasonik Destekli Birlikte Çöktürme Metodu:

250 mL'lik bir balon içerisinde 0,1 M'lık  $M(NO_3)_2$  tuzu ve 20 mL distile su ilave edilerek ultrasonik su banyosunda çözünmesi sağlandı. Bu çözeltinin üzerine bir gram yüzey aktif madde daha sonra da damla damla 0,2 M'lık NaOH çözeltisi ilave edildi. Oluşan çözelti 45 dakika boyunca bir ultrasonik banyoda sonikasyona tabi tutuldu (Şekil 3.4).

Deney sona erdikten sonra, oluşan çözelti santrifüj işlemine tabi tutularak katı ürün ayrıştırıldı. Reaksiyon sonucu oluşan safsızlıkların uzaklaştırılması için elde edilen katı ürün üç kez distile su ile yıkanarak santrifüj işlemine (6000 rpm 10 dakika) tabi tutuldu. Yıkama sonrası elde edilen ürün etüv içerisinde kurumaya bırakıldı. Kurutulan numune ZnO için 400 °C'de 2,5 saat, NiO ve CuO için ise 500 °C'de 3 saat kül fırınında kalsinasyon işlemi uygulanarak, nanopartiküller sentezlendi.



Şekil 3.4. Ultrasonik destekli birlikte çöktürme sentez yönteminin temsili gösterimi.

3.2.1.2. ( $M^{3+} = Co, Fe, Mn, Cr$ ) Oksit Nanopartiküllerin Sentezi

0,1 M konsantrasyonundaki  $M(NO_3)_3$  tuzu, 25 mL distile su ve 5 mL PEG 400, poli dialil dimetil amonyum klorür (poliDADMAC) veya PVP dispersan ajanları, ısıya dayanıklı bir kap içerisinde mikrodalga fırını kullanılarak çözünme işlemi gerçekleştirildi. Bu işlemin sonunda saydam bir çözelti elde edildi. Daha sonra bu çözeltinin üzerine 0,3 M'lık NaOH çözeltisi oda sıcaklığında damla damla eklenerek manyetik karıştırıcıda karışması sağlandı. Çözelti, 8 dakika boyunca (reaksiyonun kontrollü bir şekilde gerçekleşmesini sağlamak için her biri bir dakika süren periyotlarla) 90 W gücündeki mikrodalga fırında bekletildi ve reaksiyonun tamamlanması sağlandı.

Reaksiyon prosesi tamamlandıktan sonra, oluşan çökelek oda sıcaklığında soğumaya bırakıldı. Daha sonra çözelti karışımından, oluşan katı ürünü ayırmak için 6000 rpm devir hızında santrifüj işlemine tabi tutuldu ve katı ürün ayrıştırıldı. Reaksiyon sonucu oluşan safsızlıkların uzaklaştırılması için elde edilen katı ürün üç defa distile su ile yıkanarak tekrar santrifüj işlemi (6000 rpm 10 dakika) uygulandı. Yıkama sonrası elde edilen ürün 70 °C’de etüvde kurumaya bırakıldı. Kurutulan numuneler  $\text{Co}_2\text{O}_3$  ve  $\text{Mn}_2\text{O}_3$  için 500 °C’de 5 saat,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  ve  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  için ise 500 °C’de 4 saat kül fırınında kalsinasyon işlemi uygulanarak, nanopartiküller sentezlendi.

### 3.2.1.3. ( $M^{3+,2+} = \text{Co}, \text{Fe}, \text{Mn}$ ) Oksit Nanopartiküllerinin Sentezi

Beherlerde  $M^{2+}$  sülfat veya klorür ve  $M^{3+}$  klorür tuzları (1:2) 25 mL deiyonize suda çözülerek çözeltileri hazırlandı. Daha sonra ilk çözelti 250 mL’lik bir balona aktarıldı ve manyetik karıştırıcıda 10 dakika karıştırılarak homojen hale getirildi. Homojen ikinci karışıma yani  $M^{3+}$  klorür tuzu çözeltisi ve bir gram PVP ilave edildi. Daha sonra inert ortam oluşturmak için argon gazı verilerek su banyosunda 45 dakika karıştırıldı. Elde edilen karışıma pH’ı yaklaşık 10 civarı oluncaya kadar 0,5 M NaOH solüsyonu damla damla ilave edildi ve 75-80 °C’de 3 saat karışmaya bırakıldı. Reaksiyon prosesi tamamlandıktan sonra, oluşan çökelek oda sıcaklığında soğumaya bırakıldı. Daha sonra çözelti karışımından, oluşan katı ürünü ayırmak için 6000 rpm’de santrifüj işlemine tabi tutuldu ve katı ürün ayrıştırıldı. Reaksiyon sonucu oluşan safsızlıkların uzaklaştırılması için elde edilen katı ürün üç defa distile su ile yıkanarak tekrar santrifüj işlemi (6000 rpm 10 dakika) uygulandı. Yıkama sonrası elde edilen ürün 70 °C’de etüvde kurumaya bırakıldı. Kurutulan numuneler  $\text{Co}_3\text{O}_4$ ,  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ve  $\text{Mn}_3\text{O}_4$  için 500 °C’de 5 saat kül fırınında kalsinasyon işlemi uygulanarak, nanopartiküller sentezlendi.

### 3.2.1.4. Titanyum (IV) Oksit Nanopartiküllerinin Sentezi

Titanyum dioksit NP’leri başlangıç maddesi olan tetraizopropil titanat’ın hidroliz edilmesiyle hazırlandı. 10 mL tetraizopropil titanat çözeltisi, 250 mL’lik bir balonda yaklaşık 20 mL etil alkolle karıştırıldı. Daha sonra ultrasonik su banyosuna yerleştirilerek, bu çözeltinin üzerine damla damla su ve bir gram PEG-400 çözeltisi ilave edildi. Oluşan çözelti 20 dakika ultrasonik su banyosunda, daha sonra manyetik karıştırıcıya alınarak 80 °C sıcaklıkta 3 saat karıştırıldı. Reaksiyon prosesi tamamlandıktan sonra, oluşan çözelti santrifüj işlemine tabi tutularak katı ürün ayrıştırıldı.

Reaksiyon sonucu oluşan safsızlıkların uzaklaştırılması için elde edilen katı ürün iki kez distile su ve bir kez etil alkol ile yıkanarak santrifüj işlemine (6000 rpm 10 dakika) tabi tutuldu. Yıkama sonrası elde edilen ürün etüv içerisinde kurumaya bırakıldı. Kurutulan numune 500 °C’de 3 saat kül fırınında kalsinasyon işlemi uygulanarak, TiO<sub>2</sub> nanopartikülleri sentezlendi.

### 3.2.2. Nanoakışkanların Hazırlanması

İlk aşamada öncelikle SCW temel akışkanı, Çizelge 3.2’de belirtilen kimyasalların literatürlerde bildirilen uygun konsantrasyonlarda karıştırılmasıyla hazırlandı.

Çizelge 3.4. SCW baz sıvısının bazı fiziksel özellikleri.

Özellikler	pH	Elektriksel İletkenlik (25 °C)
SCW	7.40	1690 $\mu$ s/cm

İstenilen hacimsel konsantrasyonda karışım yapabilmek için sentezlenen NP’leri, 10<sup>-1</sup> mg hassasiyete sahip terazide tartıldı. Nanoakışkanlar, SCW baz sıvısı içerisine farklı konsantrasyonlarda nano boyutta metal oksit partikülleri ilave edilerek önce manyetik karıştırıcıda 30 dakika karışması sağlandı. Bunu adımı takiben oluşabilecek topaklanmayı engellemek ve nanoakışkanın stabilitesini artırmak için karışım üzerine farklı tip yüzey aktif madde ilave edilerek 2 saat boyunca ultrasonik titreşime maruz bırakıldı. Daha sonra çözelti tekrar manyetik karıştırıcıda 15 dakika karıştırılarak nanoakışkanlar hazırlandı. Hazırlanan nanoakışkanların kararlılıklarının gözlemlenmesi için 100 mL’lik mezürlarda ağzuları kapatılarak bekletildi.

### 3.2.3. Elektrokimyasal Deneylerin Yapılışı

Elektrotların yüzeyi deneylere başlamadan önce, 600, 1000 ile 2000 numaralı zımpara kâğıtları kullanılarak temizlendi. Ardından, elektrotlar saf su ile yıkandı ve deney hücresine yerleştirildi. Kullanılan düşük karbon çeliğinin korozyon davranışı, oda sıcaklığında incelendi. Tüm elektrokimyasal ölçümler için Gamry Interface 1010 E potansiyostat/galvanostat/ZRA sistemi kullanıldı. Deneyler, araştırma hücresini oluşturan Ag/AgCl’nin referans elektrot, platin karşıt elektrot ve düşük karbon çeliği çalışma elektrodu olarak görev yaptığı elektrokimyasal test sisteminde gerçekleştirildi.

Elektrokimyasal deneyler için çalışma elektrodu, St37 çeliđi, yüzey alanı 0.75 cm<sup>2</sup> çalışma numuneleri halinde mekanik olarak kesildi. Elektriksel iletkenliđi sağlamak için, numuneler bakır bir tele dikkatlice lehimlendi ve açık yüzey alanı olarak 0.75 cm<sup>2</sup> elde etmek için yalıtıldı. Elektrolit çözeltisi olarak hazırlanan nanoakışkanlar kullanıldı. EIS ölçümleri, frekans aralığı 100 kHz ila 0,1 Hz ve AC genliđi 10 mV'da yapıldı. Her test en az üç kez gerçekleştirildi. İlgili eşdeđer devre, EIS verilerine uygun olarak ZsimpWin 3.20 yazılımını kullanılarak elde edildi.



## 4. BULGULAR VE TARTIŞMA

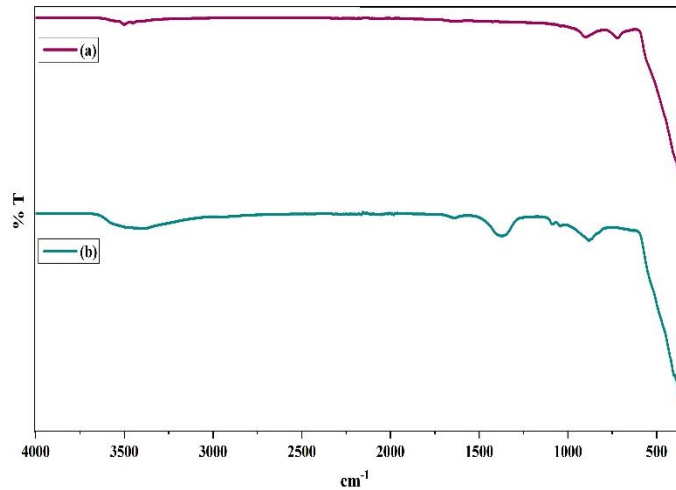
### 4.1. METAL OKSİT NANOPARTİKÜLLERİNE AİT ANALİZLERİN DEĞERLENDİRİLMESİ

Tez kapsamında, iki farklı sentez yöntemi kullanılarak elde edilen nanopartiküllerin analiz sonuçları incelenmiştir. Yapılan karşılaştırmalı analizler sonucunda, her iki sentez yöntemiyle elde edilen nanopartiküllerin FT-IR ve XRD analiz sonuçları karşılaştırıldığında benzerlik göstermiştir. Bu benzerlik nedeniyle, tezde sadece mikrodalga destekli birlikte çöktürme sentez yönteminin detaylı sonuçlarına yer verilmiş olup, diğer ultrasonik destekli birlikte çöktürme sentez yönteminin sonuçları ekte sunulmuştur. Bu yaklaşım, tekrarlanan benzer sonuçların ayrıntılı olarak sunulmasını engelleyerek metni daha odaklı ve anlaşılır kılmayı amaçlamaktadır.

#### 4.1.1. Çinko (II) Oksit NP'lerine Ait Analizlerin Değerlendirilmesi

##### 4.1.1.1. Mikrodalga Destekli Birlikte Çöktürme Yöntemi

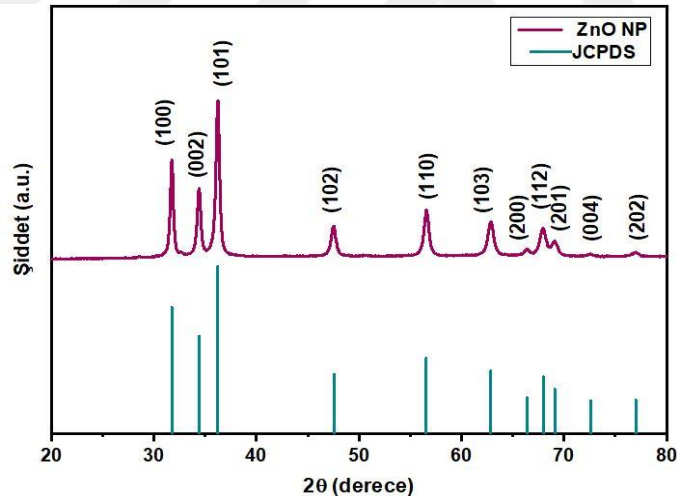
Çinko oksit NP'lerin FT-IR spektrumu, sentezlenen NP'lere ait fonksiyonel grupları tanımlamak ve moleküler yapısına karşılık gelen titreşim değerlerini analiz etmek amacıyla kullanılmıştır. Elde edilen numunelerin Şekil 4.1'de verilen FT-IR spektrumları, 400 °C sıcaklıkta gerçekleştirilen kalsinasyon işlemi öncesi ve sonrasında kaydedilmiştir. Elde edilen spektrumlar, çinko oksit NP'lerinde meydana gelen yapısal değişiklikleri belirlemek için incelenmiştir.



Şekil 4.1. ZnO NP'lerin kalsinasyon işlemi a) sonrası, b) öncesi FT-IR spektrumları.

Kalsinasyon işlemi öncesine ait FT-IR spektrumunda, 3440 ve 1610  $\text{cm}^{-1}$ 'deki geniş bandlar, numuneler üzerine adsorbe olan PEG-400 molekülündeki OH bağının gerilme ve eğilme titreşimlerinden kaynaklanmaktadır [140]. Spektrumda yaklaşık 1360  $\text{cm}^{-1}$ 'deki karakteristik titreşim bandı, parçacık yüzeylerinde adsorbe edilen karboksilat anyonlarının bükülme titreşim moduna karşılık gelmektedir. Ayrıca düzlem piklerinden C-H deformasyonuna karşılık gelen band, 975-750  $\text{cm}^{-1}$  bölgesinde gözlenmiştir. Kalsinasyon işlemi sonrasında, yukarıda bahsedilen dispersan ajanı olarak kullanılan PEG-400'e ait titreşimler tespit edilmemiş ve sadece metal-oksijen bağı arasındaki titreşimler gözlenmiştir. ZnO NP'lerine ait FT-IR spektrumu incelendiğinde, Zn-O bağına ait karakteristik gerilme titreşimine atfedilebilen 420  $\text{cm}^{-1}$  bölgesindeki pikin gözlenmesi, ZnO NP'nin oluşumunu doğrulamaktadır. Elde edilen FT-IR spektrumlarının, literatürde verilen spektrumlar ile uyumlu olduğu belirlenmiştir [141].

Kalsinasyon sonrası elde edilen ZnO NP'nin kristal yapısını ve faz bileşenlerini belirlemek amacıyla XRD analizi gerçekleştirilmiş ve elde edilen XRD kırınım deseni Şekil 4.2'de gösterilmiştir.

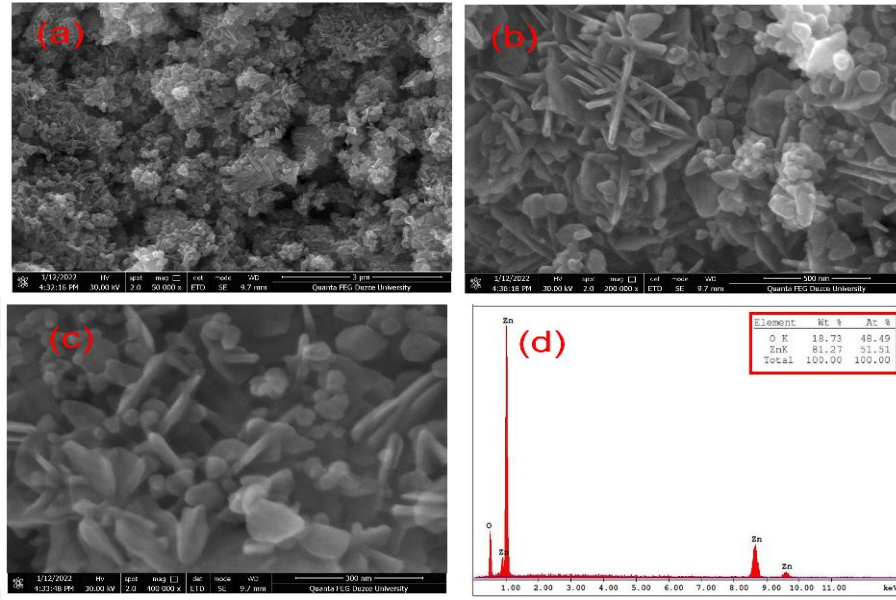


Şekil 4.2. ZnO NP'lerinin XRD kırınım deseni.

XRD kırınım desenleri analiz edildiğinde, elde edilen nanopartiküllerin ZnO'ya ait Zincite yapısında olduğu (JCPDS 36-1451) ve heksagonal wurtzite kristal örgüsüne sahip olduğu belirlenmiştir. ZnO fazına ait  $2\theta=31.73^\circ$ ,  $34.38^\circ$ ,  $36.21^\circ$ ,  $47.51^\circ$ ,  $56.58^\circ$ ,  $63.66^\circ$ ,  $66.29^\circ$ ,  $67.84^\circ$ ,  $68.97^\circ$ ,  $72.71^\circ$  ve  $76.99^\circ$   $2\theta$  karakteristik piklerin sırasıyla (100), (002), (101), (102), (110), (103), (200), (112), (201), (004) ve (202) düzlemlerine karşılık gelmektedir. Elde edilen analiz sonuçları, JCPDS standart kartında bildirilen verilerle karşılaştırıldığında, değerlerin uyum içinde olduğu görülmüştür [142].

Ayrıca kırınım deseninde, çöktürme işleminde kullanılan NaOH ve yüzey aktif madde (PEG-400) gibi ajanlara ait yabancı fazların bulunmaması saf olarak ZnO NP'lerin elde edildiğini doğrulamaktadır.

Sentezlenen ZnO NP'lerinin yüzey morfolojileri hakkında bilgi edinmek için SEM görüntüleri 3µm, 500 nm ve 300 nm boyutlarında alınmıştır. Bu görüntüler Şekil 4.3(a-c)'de sunulmuştur.

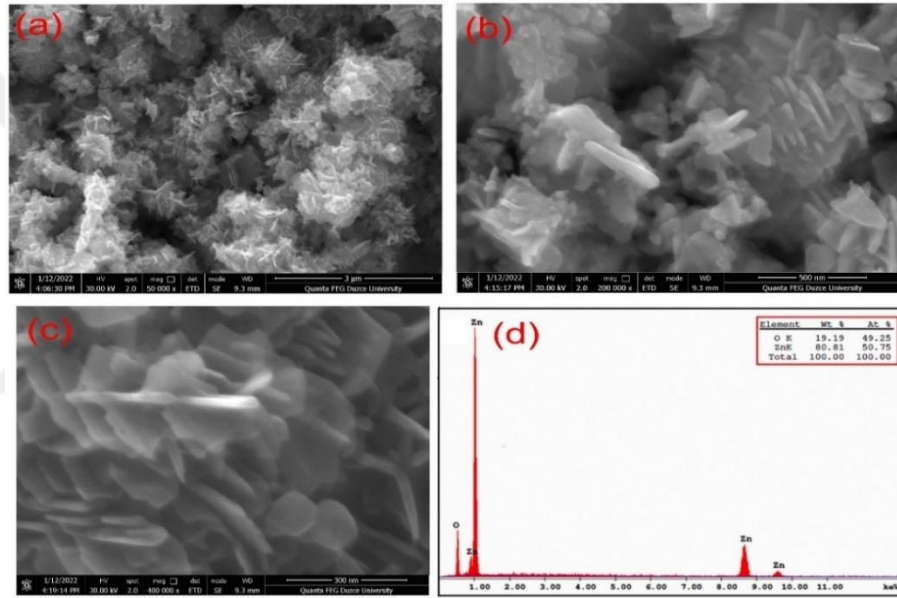


Şekil 4.3. ZnO NP'lerine ait farklı boyutlardaki (a) 3µm, (b) 500 nm, (c) 300 nm SEM görüntüleri ve (d) EDX spektrumu.

Şekil 4.3(a-c)'den açıkça görülebileceği gibi, ZnO NP'lerin hem çubuk hem de plaka şeklinde heterojen morfolojiye sahip olduğu gözlemlenmiştir. Bu morfolojik özellikler, XRD verilerinden elde edilen heksagonal wurtzite yapısıyla uyumlu değildir. Bu uyumsuzluğun nanopartiküllerin mikrodalga sentezlenme koşullarından kaynaklanabileceği ve bu koşulların nanopartikülün morfolojisini ve kristal yapısını etkilediği düşünülmektedir. ZnO NP'nin elementel kompozisyonunu belirlemek için EDX analizleri yapılmıştır. Farklı noktalarda yapılan analizlerde, sadece çinko ve oksijen elementlerinin yapıda bulunduğu ve herhangi bir safsızlık oluşumunun mevcut olmadığı gözlenmiştir. Şekil 4.3(d)'den açıkça görülebileceği gibi, çinko ve oksijenin atom yüzdesi sırasıyla %51,51 ve %48,49 olduğu tespit edilmiştir. ZnO NP'lerinin EDX analizine bakıldığında bu oranların stokiyometrik olduğu ve teorik değerlerle uyumlu olduğu görülmektedir. Yani, ZnO NP'nin elementel bileşimi öngörülen yapıyla uyumlu olduğu belirlenmiştir.

#### 4.1.1.2. Ultrasonik Destekli Birlikte Çöktürme Yöntemi

Bu sentez yöntemiyle elde edilen ZnO NP'lerin yüzey morfolojilerini incelemek amacıyla, SEM görüntüleri Şekil 4.4(a-c)'de sunulmuştur. Şekilden açıkça görülebileceği gibi, ZnO NP'lerin morfolojisi düzensiz nano plakalar şeklindedir. Ayrıca, tüm örneklerde homojen altıgen benzeri yapılar gözlenmektedir. ZnO NP'nin elementel kompozisyonunu belirlemek için EDX analizleri yapılmıştır. Farklı noktalarda yapılan analizlerde, sadece çinko ve oksijen elementlerinin yapıda bulunduğu ve herhangi bir safsızlık oluşumunun mevcut olmadığı gözlenmiştir. Şekil 4.4(d)'den açıkça görülebileceği gibi, çinko ve oksijen atom yüzdelerinin sırasıyla %50.75 ve %49.25 olarak belirlenmiş ve öngörülen yapıyla uyumlu olduğu bulunmuştur.



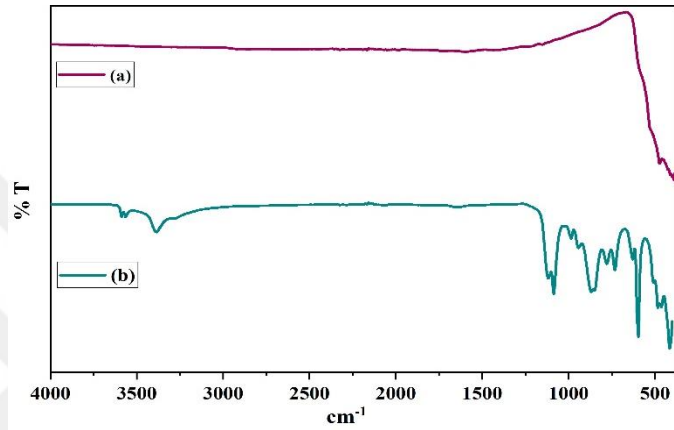
Şekil 4.4. ZnO nanoplakalara ait farklı boyutlardaki (a) 3µm, (b) 500 nm, (c) 300 nm SEM görüntüleri ve (d) EDX spektrumu.

#### 4.1.2. Bakır (II) Oksit NP'lerine Ait Analizlerin Değerlendirilmesi

##### 4.1.2.1. Mikrodalga Destekli Birlikte Çöktürme Yöntemi

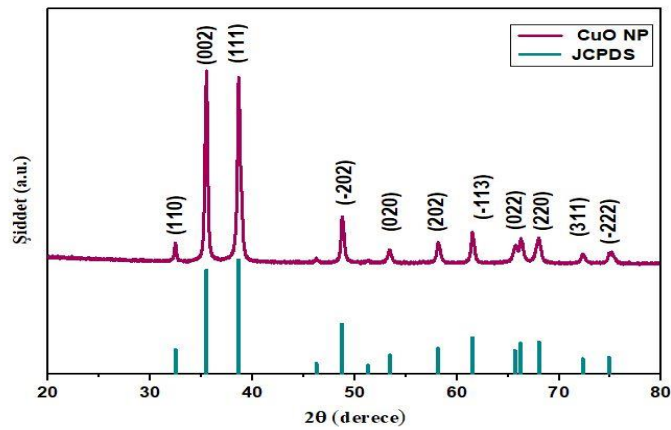
450 °C sıcaklıkta gerçekleştirilen kalsinasyon işlemi öncesi ve sonrasında elde edilen numunelerin FT-IR spektrumları, Şekil 4.5'te sunulmuştur. Spektrumlar, CuO NP'lerinde kalsinasyon sırasında meydana gelen yapısal değişiklikleri belirlemek için incelenmiştir. Kalsinasyon işlemi öncesine ait Şekil 4.5(b)'te sunulan FT-IR spektrumunda, 3430 ve 1610 cm<sup>-1</sup>'deki bandlar, numuneler üzerine adsorbe olan poliDADMAC bileşiğindeki OH bağının gerilme ve eğilme titreşimlerinden kaynaklanmaktadır [143].

FT-IR spektrumu incelendiğinde, sürfaktan ajanı olarak kullanılan poliDADMAC bileşiğinin yapısında bulunan C-N gerilmesine karşılık gelen pik ise  $1118\text{ cm}^{-1}$ 'de gözlenmiştir. Ayrıca kuaterner amonyum gruplarından kaynaklanan karakteristik pik ise,  $861\text{ cm}^{-1}$ 'de tespit edilmiştir. CuO bileşiğinin kalsinasyon işlemi sonrasında ait FT-IR spektrumu Şekil 4.5(a) incelendiğinde, yapıda sürfaktan ajanı olarak veya çöktürme aşamasında kullanılan maddelere ait piklere rastlanmamıştır. Parmak izi bölgesinde sadece Cu-O bağlarına ait karakteristik pikler gözlenmektedir ve bu piklerin varlığı öngörülen CuO NP'nin yapısını doğrulamaktadır.



Şekil 4.5. CuO NP'lerin kalsinasyon işlemi a) sonrası, b) öncesi FT-IR spektrumları.

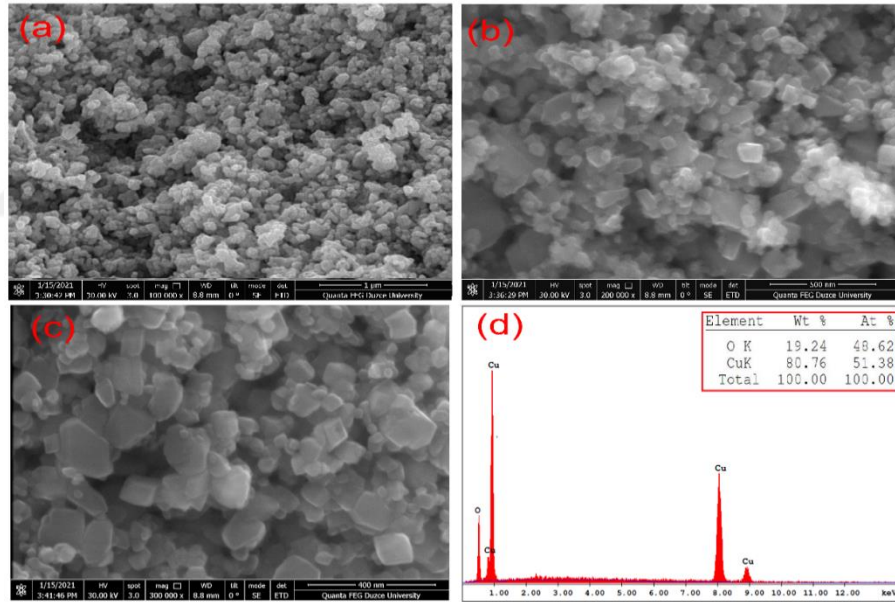
CuO NP'nin farklı fazlarını tanımlamak amacıyla gerçekleştirilen XRD analizi sonucu elde edilen desen Şekil 4.6'da görülmektedir. CuO NP'nin XRD deseni incelendiğinde, Şekil 4.6'da gözlenen  $32.45^\circ$ ,  $35.49^\circ$ ,  $38.63^\circ$ ,  $48.75^\circ$ ,  $53.44^\circ$ ,  $58.14^\circ$ ,  $61.50^\circ$ ,  $66.25^\circ$ ,  $68.00^\circ$ ,  $72.30^\circ$  ve  $74.89^\circ$   $2\theta$  değerleri (110), (022), (111), (-202), (020), (202), (-113), (022), (220) (311) ve (-222) kristal yapılarına ait kırınım piklerine karşılık gelmektedir. Bu değerler CuO'nun monoklinik Tenorite fazına indekslenebilir [144].



Şekil 4.6. CuO NP'lerinin XRD kırınım deseni.

Ayrıca CuO kristallerinin örgü sabitleri ve açıları sırasıyla  $a = 4.687 \text{ \AA}$ ,  $b = 3.432 \text{ \AA}$ ,  $c = 5.134 \text{ \AA}$ ,  $\alpha = 90^\circ$ ,  $\beta = 99.31^\circ$  ve  $\gamma = 90^\circ$  olup birim hücre hacmi ve uzay grubu sırasıyla  $81.51 (\text{ \AA})^3$  ve C2/c olarak bulunmuştur. Elde edilen bu değerlerin, JCPDS standart kartında (JCPDS: 48–1548) bildirilen verilerle ve literatür çalışmaları ile uyum içinde olduğu belirlenmiştir [144], [145]. Ayrıca, kırınım deseninde, çöktürme işleminde kullanılan NaOH ve yüzey aktif madde (poliDADMAC) gibi ajanlara ait yabancı fazlar XRD toz desenlerinde belirlenmemiştir. Bu durum, CuO NP'lerin başarıyla bu yöntemle elde edildiğini göstermektedir.

Mikrodalga destekli birlikte çöktürme metodu ile sentezlenen CuO NP'lerin morfolojik özellikleri (kristal şekilleri ve boyutları) SEM görüntüleme analizi ile belirlenmiştir. Şekil 4.7(a-c), CuO NP'lerin farklı büyütme oranlarında (100000, 200000 ve 300000X) FE-SEM görüntüleri gösterilmiştir.



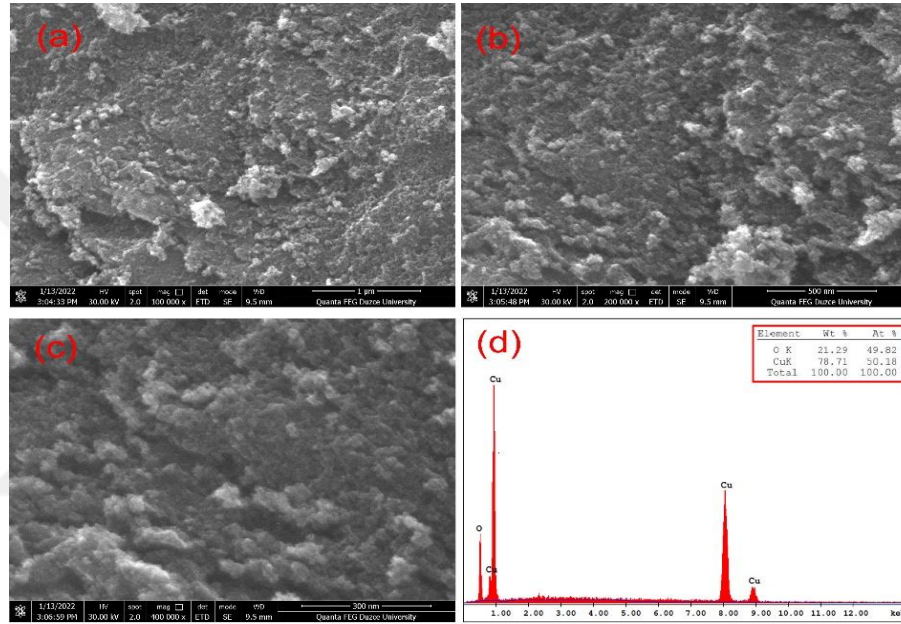
Şekil 4.7. CuO NP'lerine ait farklı boyutlardaki (a) 1  $\mu\text{m}$ , (b) 500 nm, (c) 400 nm SEM görüntüleri ve (d) EDX spektrumu.

Farklı büyütme oranlarındaki SEM görüntüleri incelendiğinde, ortalama parçacık boyutlarının yaklaşık 21-45 nm aralığında değiştiği tespit edilmiştir. Yüzeyde kısmi kristal büyümeler yer yer gerçekleşse de belirgin bir aglomerasyonun olmadığı düzgün küresel bir yapının olduğu gözlenmektedir. Gözlenen bu durumun sentez esnasında iki veya daha fazla sayıda CuO NP'lerin agregasyonundan kaynaklandığı düşünülmektedir. EDX analizi, CuO NP'nin elementel kompozisyonunu belirlemek için yapılmıştır.

Şekil 4.7(d)'de sunulan spektrum incelendiğinde, 1.00-8.00-9.00 keV enerji seviyelerindeki  $L_{\alpha}$ ,  $K_{\alpha}$  ve  $K_{\beta}$  piklerinin varlığı Cu elementinin numunede bulunduğunu kanıtlamaktadır. Ayrıca CuO nanopartikülünün EDX spektrumunda temel bileşenler olarak ağırlıkça %51,38 Cu ve %48,62 O elementlerinin olduğu görülmektedir ve bu da partiküllerin stokiometrik oranda yani CuO yapısında olduğunu göstermektedir.

#### 4.1.2.2. Ultrasonik Destekli Birlikte Çöktürme Yöntemi

Bu sentez yöntemiyle elde edilen CuO NP'lerin yüzey morfolojilerini incelemek için SEM görüntüleri, Şekil 4.8(a-c)'de sunulmuştur.



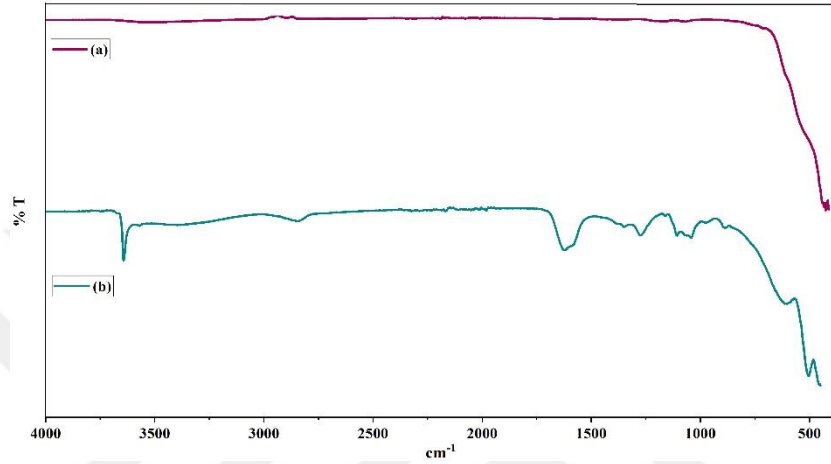
Şekil 4.8. CuO NP'lerine ait farklı boyutlardaki (a) 1 µm, (b) 500 nm, (c) 300 nm SEM görüntüleri ve (d) EDX spektrumu.

Şekil 4.8(a-c)'de verilen farklı boyutlardaki SEM görüntülerinin incelenmesi sonucunda, parçacık boyutlarının ortalama olarak 10-15 nm aralığında değiştiği belirlenmiştir. Yüzeyde belirgin bir aglomerasyonun olmadığı düzgün küresel bir yapının olduğu gözlenmektedir. Şekil 4.8(d)'de sunulan EDX spektrumu incelendiğinde, 0.91, 8.04 ve 8.92 enerji seviyelerindeki  $L_{\alpha}$ ,  $K_{\alpha}$  ve  $K_{\beta}$  piklerinin varlığı Cu elementinin numunede bulunduğunu göstermektedir. Ayrıca 0.54 keV enerji seviyelerindeki pik ise, oksijen elementinin varlığını doğrulamaktadır. CuO NP'nin EDX spektrumunda temel bileşenler olarak ağırlıkça %50,18 Cu ve %49,82 O elementlerinin olduğu görülmektedir.

## Nikel (II) Oksit NP'lerine Ait Analizlerin Değerlendirilmesi

### 4.1.2.3. Mikrodalga Destekli Birlikte Çöktürme Yöntemi

Elde edilen numunelerin Şekil 4.9'da verilen FT-IR spektrumları, 500 °C sıcaklıkta gerçekleştirilen kalsinasyon işlemi öncesi ve sonrasında kaydedilmiştir. Spektrumlar, nikel oksit nanopartiküllerde meydana gelen yapısal değişiklikleri belirlemek için incelenmiştir.

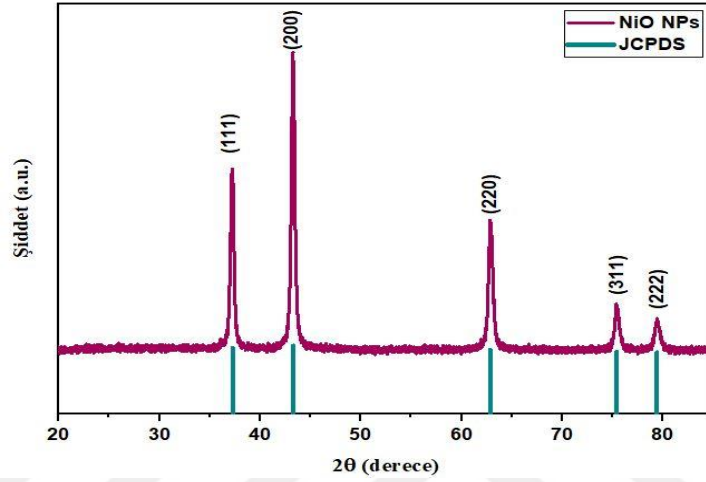


Şekil 4.9. NiO NP'lerin kalsinasyon işlemi a) sonrası, b) öncesi FT-IR spektrumları.

Kalsinasyon işlemi öncesine ait FT-IR spektrumunda, 3645 ve 1610 cm<sup>-1</sup>'deki geniş pikler, numuneler üzerine adsorbe olan poliDADMAC bileşiğindeki O-H bağının gerilme ve eğilme titreşimlerinden kaynaklanmaktadır. FT-IR spektrumu incelendiğinde, sürfaktan ajanı olarak kullanılan poliDADMAC bileşiğinin yapısında bulunan -CH<sub>2</sub> gruplarının asimetrik C-H gerilme titreşimi 2927 cm<sup>-1</sup>'de gözlenmiştir. C-N gerilmesine karşılık gelen pik ise 1105 cm<sup>-1</sup>'de gözlenmiştir. Ayrıca kuaterner amonyum gruplarından kaynaklanan karakteristik titreşim bandı ise, 961 cm<sup>-1</sup>'de tespit edilmiştir [143]. NiO bileşiğinin kalsinasyon işlemi sonrasında ait FT-IR spektrumu Şekil 4.9(a) incelendiğinde, yapıda sürfaktan ajanı olarak veya çöktürme aşamasında kullanılan maddelere ait piklere rastlanmamıştır. Parmak izi bölgesindeki sadece Ni-O bağlarına ait karakteristik pikler 415-405 cm<sup>-1</sup> bölgesinde gözlenmekte [146] ve bu piklerin varlığı öngörülen NiO NP'nin yapısını doğrulamaktadır.

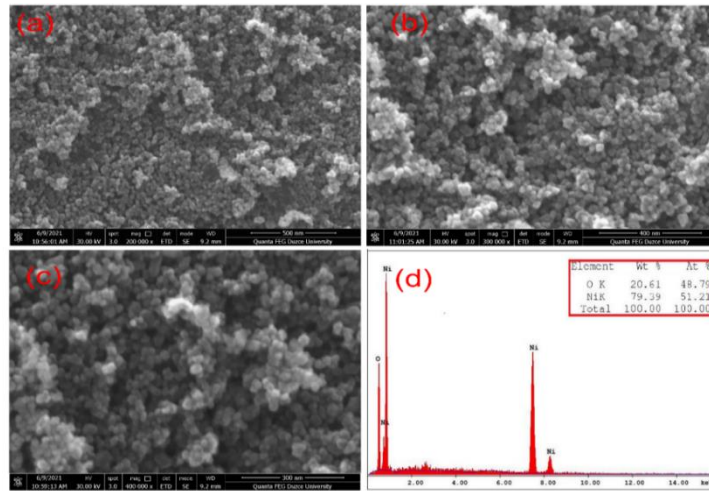
Sentezlenen NiO NP'nin kristal yapısını incelemek için XRD analizi gerçekleştirilmiş ve elde edilen XRD desenleri Şekil 4.10'da sunulmuştur. Şekilde görüldüğü gibi, nikel oksit'in yüzey merkezli kübik yapısına ait olan pikler 2θ'da 37.25°(111), 43.24°(200), 62.88°(220), 75.44°(311), ve 79.43°(222)'de güçlü yansıma pikleri verdiği gözlenmiştir.

Ayrıca NiO kristallerinin örgü sabitleri ve açıları sırasıyla  $a = 4.18 \text{ \AA}$ ,  $b = 3.18 \text{ \AA}$ ,  $c = 4.18 \text{ \AA}$ ,  $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$  olup, birim hücre hacmi ve uzay grubu sırasıyla  $73.03 (\text{ \AA})^3$  ve Fm3m olarak bulunmuştur. XRD kırınım deseninde elde edilen pikler, JCPDS standart kartında (JCPDS:73-1523) bildirilen verilere göre, standart NiO'yu temsil eden karakteristik X-ışını kırınım değerleri ile örtüşmektedir [147]. Ek olarak kırınım deseninde farklı fazlara ait piklerin bulunmaması saf bir kristal yapıya sahip olduğunu göstermektedir.



Şekil 4.10. NiO NP'lerinin XRD kırınım deseni.

Mikrodalga destekli birlikte çöktürme metodu ile sentezlenen NiO NP'lerin farklı boyutlardaki (500, 400 ve 300 nm) FE-SEM görüntüleri Şekil 4.11(a-c) sunulmuştur. NiO NP'lerin morfolojik özelliklerini ve boyutlarını belirlemek amacıyla SEM görüntüleme analizi yapılmıştır.

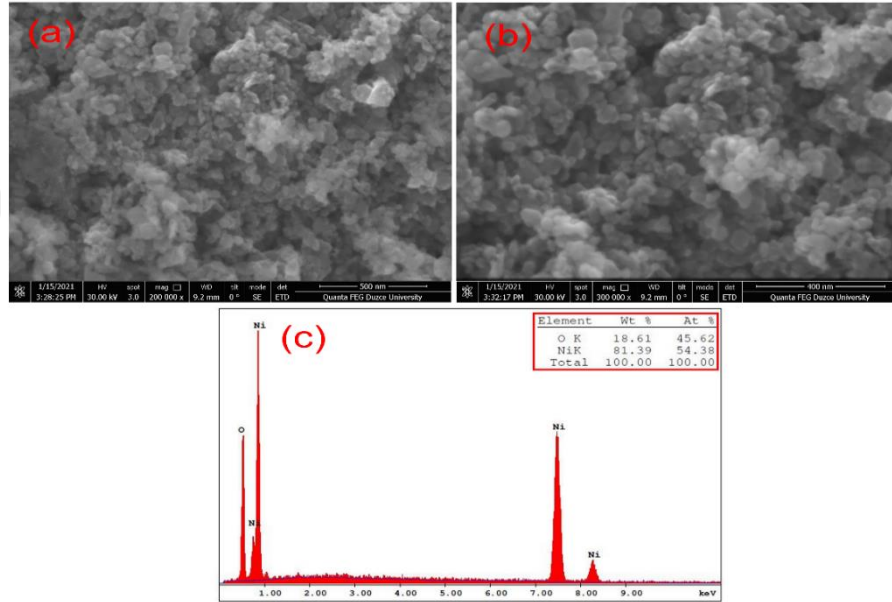


Şekil 4.11. NiO NP'lerine ait farklı boyutlardaki (a) 500 nm, (b) 400 nm, (c) 300 nm SEM görüntüleri ve (d) EDX spektrumu.

Şekil 4.11(a-c)'de sentezlenen NiO NP'nin ortalama partikül boyutlarının yaklaşık 18-25 nm aralığında olduğu düzgün yayılmış, homojen dağılım sergilediği ve NP'lerin küresel veya elipsoidal yapıda olduğu görülmektedir. Aynı zamanda, elde edilen SEM sonuçlarının XRD analiz verileriyle uyumlu olduğu ve birbirini desteklediği görülmektedir. Farklı noktalarında yapılan analizlerde Şekil 4.11(d) yapıda 0.85-7.48-8.35 keV enerji seviyelerindeki  $L_{\alpha}$ ,  $K_{\alpha}$  ve  $K_{\beta}$  piklerinin varlığı nikel ve 0.53 keV enerji seviyesindeki pikin oksijen elementine ait olduğu ve herhangi bir safsızlık içermediği tespit edilmiştir. Analiz sonucunda nikel ve oksijenin atom yüzdesinin sırasıyla %51,21 ve %48,79 olduğu belirlenmiştir. NiO NP'lerinin EDX analizine bakıldığında, bu oranların stokiyometrik olduğu ve teorik değerlerle uyumlu olduğu görülmektedir.

#### 4.1.2.4. Ultrasonik Destekli Birlikte Çöktürme Yöntemi

Bu sentez yöntemiyle elde edilen NiO NP'lerin yüzey morfolojilerini incelemek için, SEM görüntüleri Şekil 4.12(a, b)'de sunulmuştur.



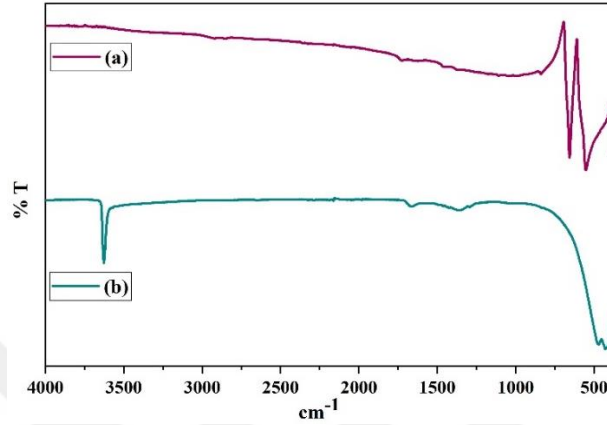
Şekil 4.12. NiO NP'lerine ait farklı boyutlardaki (a) 500 nm, (b) 400 nm SEM görüntüleri ve (c) EDX spektrumu.

Yüzeyde belirgin bir aglomerasyonun olmadığı ve düzgün küresel bir yapının olduğu gözlenmektedir. Şekil 4.12(c)'de sunulan EDX spektrumu incelendiğinde, 0.85-7.48-8.35 keV enerji seviyelerindeki  $L_{\alpha}$ ,  $K_{\alpha}$  ve  $K_{\beta}$  piklerinin varlığı nikelin numunede bulunduğunu göstermektedir. Ayrıca 0.54 keV enerji seviyesindeki pik ise, oksijen elementinin varlığını doğrulamaktadır. NiO NP'nin EDX spektrumunda temel bileşenler olarak ağırlıkça %54,38 Ni ve %45,62 O elementlerinin olduğu görülmektedir.

### 4.1.3. Kobalt (III) Oksit NP'lerine Ait Analizlerin Değerlendirilmesi

#### 4.1.3.1. Mikrodalga Destekli Birlikte Çöktürme Yöntemi

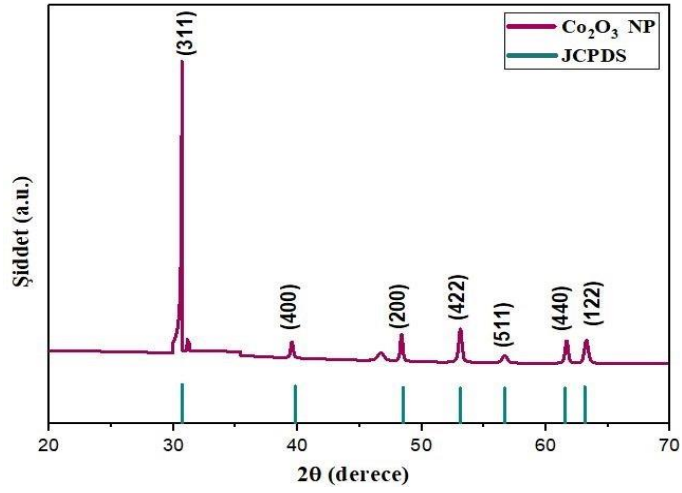
Elde edilen örneklerin Şekil 4.13'te verilen FT-IR spektrumları 500 °C'de uygulanan kalsinasyon işleminden önce ve sonra kaydedilmiştir. Elde edilen spektrumlar, Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartiküllerinde meydana gelen değişiklikleri belirlemek için incelenmiştir.



Şekil 4.13. Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'lerin kalsinasyon işlemi a) sonrası, b) öncesi FT-IR spektrumları.

Kalsinasyon işlem öncesi numuneye ait Şekil 4.13(b)'de gösterilen FT-IR spektrumunda 3250 ve 1600 cm<sup>-1</sup> bölgelerinde geniş band gözlemlenmiştir. Bu bandlar, numuneler üzerine adsorbe edilen sürfaktan ajanına ait OH gerilme ve eğilme titreşimlerinden kaynaklanmaktadır. 1424 cm<sup>-1</sup> frekansında gözlenen titreşim ise, sürfaktan ajanı olarak kullanılan PVP bileşiğine ait pirolidinil grubunun karakteristik absorpsiyonudur. Ayrıca PVP'deki C-N gerilmesine karşılık gelen pik ise, 1015 cm<sup>-1</sup>'de gözlenmiştir. Kalsinasyon işlemi sonrasında, yukarıda bahsedilen dispersan ajanı olarak kullanılan PVP'ye ait titreşimler tespit edilmemiş ve sadece metal-oksijen bağı arasındaki titreşimler gözlenmiştir. 500 °C'de kalsine edilmiş Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'lerine ait Şekil 4.13(b)'de sunulan FT-IR spektrumu incelendiğinde, Co-O bağına ait karakteristik gerilme titreşimine atfedilen 535 cm<sup>-1</sup>'deki pikin gözlenmesi, Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'nin oluşumunu doğrulamaktadır. Aynı zamanda 668 cm<sup>-1</sup>'de gözlenen O-Co-O bağına ait tetrahedral A bölgesindeki Co<sup>2+</sup>-O titreşimine ve 535 cm<sup>-1</sup>'deki daha düşük pik ise Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'ün oktahedral B bölgesindeki Co<sup>3+</sup>-O titreşimine karşılık gelmektedir. Elde edilen FT-IR spektrumlarının, literatür verileri ile uyumlu olduğu belirlenmiştir [148].

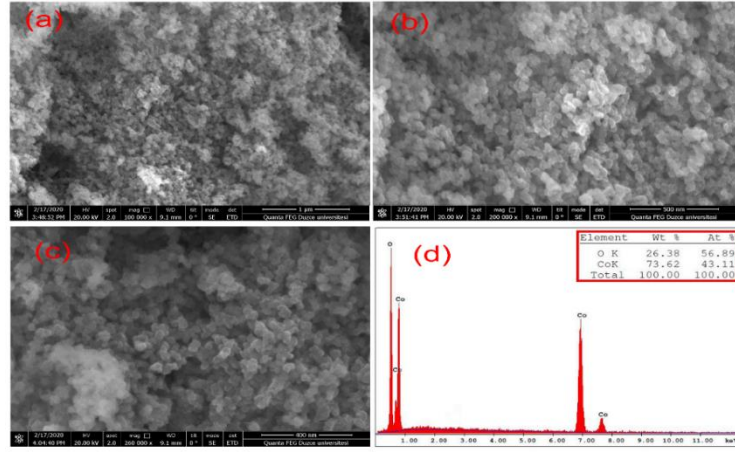
Kalsinasyon sonrası elde edilen Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'nin kristal yapısını ve faz bileşenlerini belirlemek amacıyla XRD analizi yapılmış olup, elde edilen XRD kırınım deseni Şekil 4.14'te gösterilmiştir.



Şekil 4.14.  $\text{Co}_2\text{O}_3$  NP'lerinin XRD kırınım deseni.

$\text{Co}_2\text{O}_3$  NP'nin XRD spektrumu incelendiğinde, Şekil 4.14'de gözlenen  $30.72^\circ$ ,  $39.84^\circ$ ,  $48.49^\circ$ ,  $53.10^\circ$ ,  $56.66^\circ$ ,  $61.55^\circ$  ve  $63.12^\circ$   $2\theta$  değerleri (311), (400), (200), (422), (511), (440) ve (122) kristal yapılarına ait kırınım piklerine karşılık gelmektedir. Bu değerler uzay grubu  $Fd3m$  olan  $\text{Co}_2\text{O}_3$  fazına indekslenebilir. Ayrıca  $\text{Co}_2\text{O}_3$  kristallerinin açıları sırasıyla  $\alpha = 90^\circ$ ,  $\beta = 90^\circ$  ve  $\gamma = 90^\circ$  olarak bulunmuştur. Ek olarak kırınım deseninde, kobaltın diğer oksit yapılarına ait yabancı fazlar XRD kırınım desenlerinde tespit edilmemiştir. Bu sonuçlar,  $\text{Co}_2\text{O}_3$  NP'nin saf kristal fazda başarıyla elde edildiğini göstermektedir.

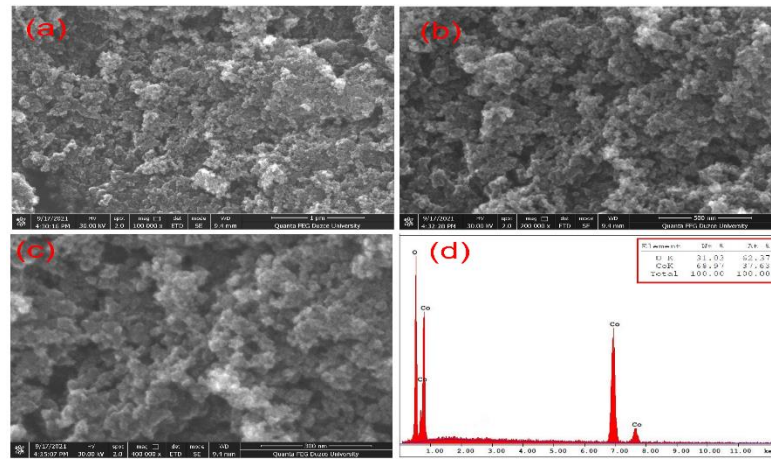
Sentezlenen  $\text{Co}_2\text{O}_3$  NP'nin yüzey morfolojileri hakkında bilgi elde etmek için,  $1 \mu\text{m}$ ,  $500$  ve  $400 \text{ nm}$ 'deki SEM görüntüleri alınmış olup Şekil 4.15(a-c)'de sunulmuştur. Şekilde sunulan farklı boyutlardaki SEM görüntüleri incelendiğinde ortalama parçacık boyutlarının yaklaşık  $30\text{-}35 \text{ nm}$  aralığında değiştiği tespit edilmiştir. Yüzeyde belirgin bir aglomerasyonun olmadığı düzgün bir küresel yapının olduğu gözlenmektedir. Gözlenen bu durumun sentez sırasında kullanılan yüzey aktif maddenin daha az topaklanmaya ve homojen bir morfolojiye neden olduğu düşünülmektedir. Şekil 4.15(d)'de sunulan EDX spektrumu incelendiğinde,  $0.75$ ,  $0.80$ ,  $7.0$  ve  $7.8 \text{ keV}$  enerji seviyelerindeki piklerinin varlığı Co elementinin numunedeki varlığını göstermektedir. Ayrıca  $0.54 \text{ keV}$  enerji seviyelerindeki pik ise, O elementinin varlığını doğrulamaktadır.  $\text{Co}_2\text{O}_3$  NP'lerinin EDX spektrumunda temel bileşenler olarak ağırlıkça  $\%43,11$  Co ve  $\%56,89$  O olduğu görülmektedir ve bu da partiküllerin teorik  $2/3$  değerine karşılık gelmediği  $\text{Co}_2\text{O}_3$  yapısında olduğu tespit edilmiştir.



Şekil 4.15. Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'lerine ait farklı boyutlardaki (a) 1 μm, (b) 500 nm, (c) 400 nm SEM görüntüleri ve (d) EDX spektrumu.

#### 4.1.3.2. Ultrasonik Destekli Birlikte Çöktürme Yöntemi

Bu sentez yöntemiyle elde edilen Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'lerinin yüzey morfolojilerini incelemek için SEM görüntüleri alınmış ve Şekil 4.16(a-c)'de sunulmuştur. Farklı büyütmelerde verilen SEM görüntüleri incelendiğinde, ortalama parçacık boyutlarının yaklaşık 12-15 nm aralığında değiştiği tespit edilmiştir. Belirgin bir aglomerasyonun olmadığı, düzgün bir küresel yapının olduğu gözlenmektedir. EDX analizi, Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'nin elementel kompozisyonunu belirlemek için yapılmıştır. Şekil 4.16(d)'de sunulan spektrum incelendiğinde 0.79-6.97-7.78 keV enerji seviyelerindeki L<sub>α</sub>, K<sub>α</sub> ve K<sub>β</sub> piklerinin varlığı Co elementinin numunede bulunduğunu göstermektedir. Ayrıca Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'nin EDX spektrumunda, temel bileşenler olarak ağırlıkça %37,63 Co ve %62,37 O olduğu görülmektedir ve bu da teorik <sup>2</sup>/<sub>3</sub> değerine karşılık gelmektedir.

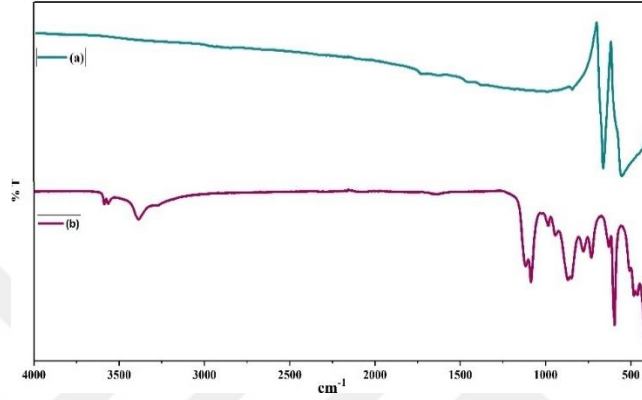


Şekil 4.16. Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'lerine ait farklı boyutlardaki (a) 1 μm, (b) 500 nm, (c) 300 nm SEM görüntüleri ve (d) EDX spektrumu.

#### 4.1.4. Demir (III) Oksit NP'lerine Ait Analizlerin Değerlendirilmesi

##### 4.1.4.1. Mikrodalga Destekli Birlikte Çöktürme Yöntemi

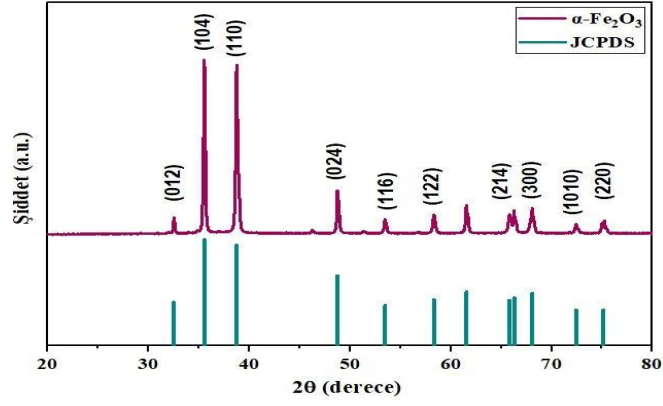
Elde edilen numunelerin Şekil 4.17'de verilen FT-IR spektrumları, 500 °C sıcaklıkta gerçekleştirilen kalsinasyon işlemi öncesi ve sonrasında kaydedilmiştir. Spektrumlar, kalsinasyon işlemi ile nanopartiküllerde meydana gelen yapısal değişiklikleri belirlemek için incelenmiştir.



Şekil 4.17.  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'lerin kalsinasyon işlemi a) sonrası, b) öncesi FT-IR spektrumları.

Kalsinasyon işlemi öncesine ait Şekil 4.17(b)'de sunulan FT-IR spektrumunda, 3645 ve 1610 cm<sup>-1</sup>'deki bandlar, numuneler üzerine adsorbe olan poliDADMAC bileşiğindeki OH bağının gerilme ve eğilme titreşimlerinden kaynaklanmaktadır. FT-IR spektrumu incelendiğinde, sürfaktan ajanı olarak kullanılan poliDADMAC bileşiğinin yapısında bulunan -CH<sub>2</sub> gruplarının asimetrik C-H gerilme titreşimine atfedilen pik, 2927 cm<sup>-1</sup>'de gözlenmiştir. C-N gerilmesine karşılık gelen titreşim ise, 1105 cm<sup>-1</sup>'de gözlenmiştir. Ayrıca kuaterner amonyum gruplarından kaynaklanan karakteristik pik ise, 961 cm<sup>-1</sup>'de tespit edilmiştir [143]. Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bileşiğinin kalsinasyon işlemi sonrasına ait FT-IR spektrumu Şekil 4.17(a) incelendiğinde, yapıda sürfaktan olarak veya çöktürme aşamasında kullanılan maddelere ait piklere rastlanmamıştır. Parmak izi bölgesinde sadece Fe-O bağlarına ait karakteristik pikler 480-475 cm<sup>-1</sup>'de [149] gözlenmekte olup, bu piklerin varlığı öngörülen  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'nin yapısını doğrulamaktadır.

Kalsinasyon sonrası elde edilen  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'nin kristal yapısını ve faz bileşenlerini belirlemek amacıyla XRD analizi gerçekleştirilmiş ve elde edilen XRD kırınım deseni Şekil 4.18'de gösterilmiştir.

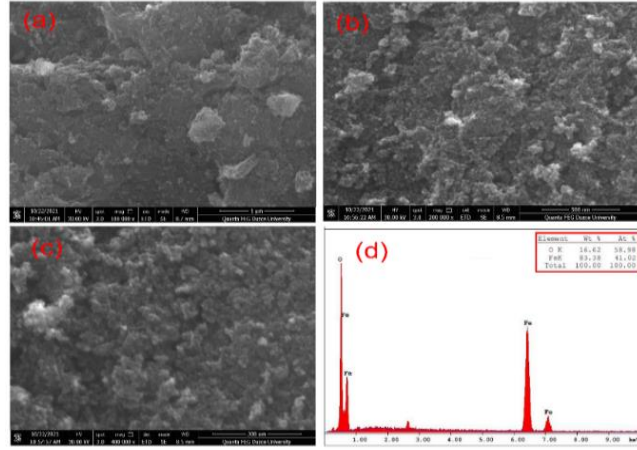


Şekil 4.18.  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'lerinin XRD kırınım deseni.

$\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'nin XRD spektrumu incelendiğinde, Şekil 4.18'de gözlenen 33.23°, 35.75°, 37.92°, 49.58°, 54.18°, 57.65°, 65.16°, 66.22°, 72.02° ve 75.71° 2θ değerleri (012), (104), (110), (024), (116), (122), (214), (300), (1010) ve (220) kristal yapılarına ait kırınım piklerine karşılık gelmektedir. Bu değerler,  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'nin rombohedral yapı fazına indekslenebilir. Ayrıca  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kristallerinin örgü sabitleri ve açıları sırasıyla  $a = b = 5.038 \text{ \AA}$ ,  $c = 13.74 \text{ \AA}$ ,  $\alpha = 90^\circ$ ,  $\beta = 90^\circ$  ve  $\gamma = 120^\circ$  olup birim hücre hacmi ve uzay grubu sırasıyla  $302.01 (\text{Å})^3$  ve R-3c olarak bulunmuştur. Elde edilen bu değerlerin, JCPDS standart kartında (JCPDS: 33-0664) bildirilen verilerle ve literatür çalışmaları ile uyum içinde olduğu belirlenmiştir [150]. Ek olarak kırınım deseninde, çöktürme işleminde kullanılan NaOH ve yüzey aktif madde (poliDADMAC) gibi ajanlara ait yabancı fazlar XRD desenlerinde tespit edilmemiştir. Bu da bu yöntemi kullanarak  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'nin başarıyla elde edildiğini göstermektedir.

Mikrodalga destekli birlikte çöktürme metodu ile sentezlenen  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'lerin farklı boyutlardaki (1µm, 500 nm ve 300 nm) FE-SEM görüntüleri Şekil 4.19(a-c)'de sunulmuştur.  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'lerin morfolojilerini ve boyutlarını değerlendirmek için SEM görüntüleme analizi kullanılmıştır. Sentezlenen  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'lerinin Şekil 4.19(a-c)'da sunulan SEM görüntüleri incelendiğinde, ortalama partikül boyutlarının yaklaşık 12-16 nm aralığında olduğu, düzgün yayılmış veya homojen dağılım sergilediği ve NP'lerin küresel yapıda olduğu görülmektedir. Aynı zamanda elde edilen SEM sonuçlarının XRD analiz verileriyle uyumlu ve birbirini desteklediği görülmektedir. Farklı noktalarından yapılan EDX analizlerinde Şekil 4.19(d) 0.70-6.40-7.00 keV enerji seviyelerindeki L<sub>α</sub>, K<sub>α</sub> ve K<sub>β</sub> piklerinin varlığı Fe elementini ve 0.54 keV enerji seviyesi ise oksijen elementini göstermektedir. Aynı zamanda malzemede herhangi bir safsızlık oluşumu gözlenmemiştir. Analiz sonucunda Fe ve O atom yüzdesinin sırasıyla %41,02

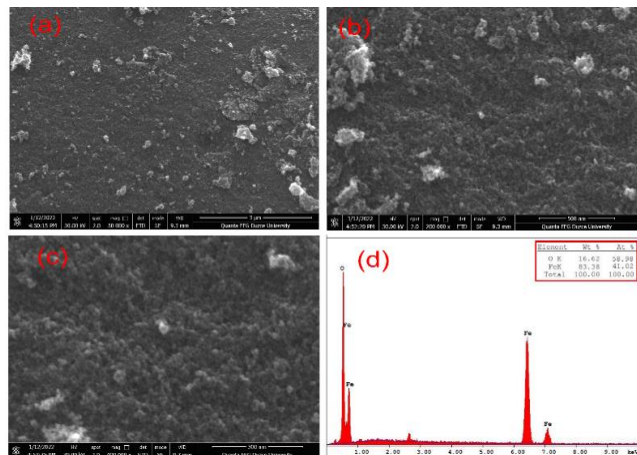
ve %58,98 olduğu tespit edilmiştir.  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'lerinin EDX analizine bakıldığında, bu oranların Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'ün yapısı ile uyumlu olduğu görülmektedir.



Şekil 4.19.  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'lerine ait farklı boyutlardaki (a) 1  $\mu$ m, (b) 500 nm, (c) 300 nm SEM görüntüleri ve (d) EDX spektrumu.

#### 4.1.4.2. Ultrasonik Destekli Birlikte Çöktürme Yöntemi

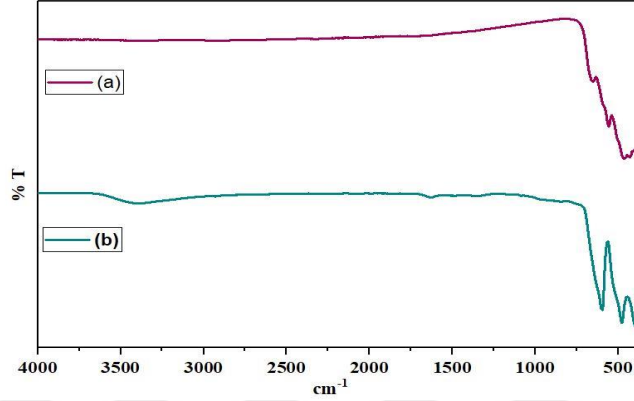
Bu sentez yöntemiyle elde edilen Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanopartiküllerin yüzey morfolojilerini incelemek için SEM görüntüleri alınmış ve Şekil 4.20 (a-c)'de sunulmuştur. Farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri incelendiğinde ortalama parçacık boyutlarının yaklaşık 8-14 nm aralığında değiştiği tespit edilmiştir. Belirgin bir aglomerasyonun olmadığı, düzgün bir küresel yapının olduğu gözlenmektedir. Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'nin elementel kompozisyonunu belirlemek için EDX analizi yapılmıştır. Şekil 4.20 (d)'de sunulan spektrum incelendiğinde, EDX spektrumunda temel bileşenler olarak ağırlıkça %41,02 demir ve %58,98 oksijen elementlerinin olduğu görülmektedir.



Şekil 4.20.  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'lerine ait farklı boyutlardaki (a) 1  $\mu$ m, (b) 500 nm, (c) 300 nm SEM görüntüleri ve (d) EDX spektrumu.

#### 4.1.5. Mangan (III) Oksit NP'lerine Ait Analizlerin Değerlendirilmesi

Elde edilen numunelerin Şekil 4.21'de verilen FT-IR spektrumları, 500 °C sıcaklıkta gerçekleştirilen kalsinasyon işlemi öncesi ve sonrasında kaydedilmiştir. Elde edilen spektrumlar, kalsinasyon işlemi sırasında NP'lerde meydana gelen yapısal değişiklikleri belirlemek amacıyla incelenmiştir.

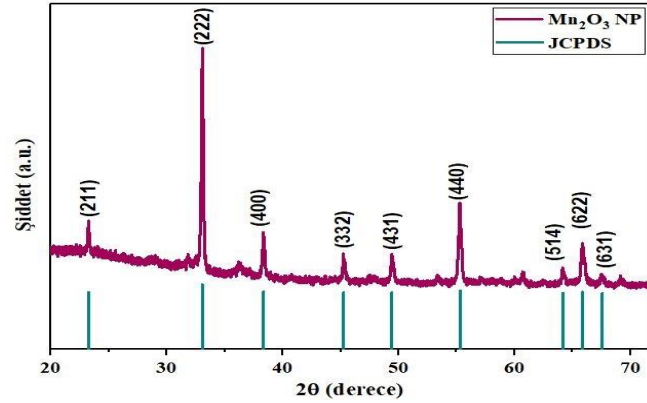


Şekil 4.21. Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'lerin kalsinasyon işlemi a) sonrası, b) öncesi FT-IR spektrumları.

Kalsinasyon işlemi öncesine ait Şekil 4.21(b)'de sunulan FT-IR spektrumunda, 3450 ve 1620 cm<sup>-1</sup>'deki bandlar, numuneler üzerine adsorbe olan PEG-400 bileşiğindeki OH bağının gerilme ve eğilme titreşimlerinden kaynaklanmaktadır [140]. Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bileşiğinin kalsinasyon işlemi sonrasında ait FT-IR spektrumu, Şekil 4.21(a) incelendiğinde, yapıda sürfaktan ajanına atfedilen titreşimler gözlenmemiştir. Spinel tipi Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'ün FT-IR spektrumu incelendiğinde, 462 cm<sup>-1</sup>'de gözlenen pik, oktahedral koordinasyondaki üç değerlikli mangan iyonlarının titreşimine karşılık gelmektedir. 507 cm<sup>-1</sup>'deki titreşim ise, bir oktahedral (B) bölgesindeki Mn–O'nun distorsiyonuna bağlanmıştır. 622,3 cm<sup>-1</sup>'deki şiddetli pik, tetrahedral (A) bölgesinde Mn<sup>2+</sup>–O'nun gerilme titreşim modundan kaynaklanmaktadır.

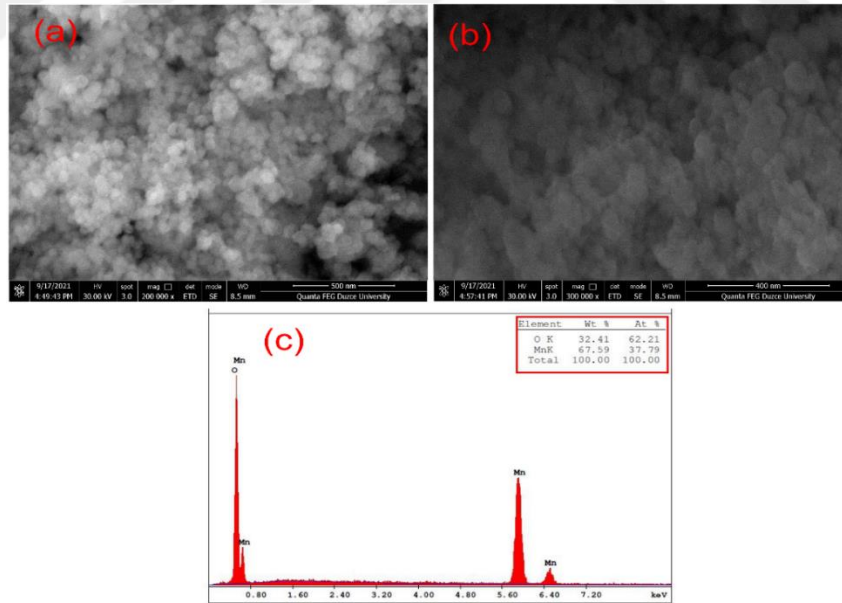
Kalsinasyon sonrası elde edilen Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'nin kristal yapısını ve faz bileşenlerini belirlemek amacıyla XRD analizi gerçekleştirilmiş olup, elde edilen XRD kırınım deseni Şekil 4.22'de gösterilmiştir. Şekil de görüldüğü gibi, Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'nin kübik yapısına ait olan pikler 2θ'da 23.24 (211), 33.05 (222), 38.34 (400), 45.26 (332), 49.43 (431), 55.29 (440), 64.19 (514), 65.84 (622), ve 67.55 (631)'de güçlü yansıma pikleri olarak gözlenmiştir. Ayrıca Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kristallerinin örgü sabitleri ve açıları sırasıyla  $a = b = c = 9.40451 \text{ \AA}$ ,  $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$  olup, birim hücre hacmi ise  $833.0 (\text{Å})^3$  olarak bulunmuştur. XRD kırınım deseninde elde edilen pikler, JCPDS standart kartında

(JCPDS:41-1442) bildirilen verilere göre,  $Mn_2O_3$  NP'lerini temsil eden karakteristik XRD değerleri ile örtüşmektedir [151]. Ek olarak kırınım deseninde farklı fazlara ait piklerin bulunmaması saf bir kristal yapıya sahip olduğunu göstermektedir.



Şekil 4.22.  $Mn_2O_3$  NP'lerinin XRD kırınım deseni.

Mikrodalga destekli birlikte çöktürme metodu ile sentezlenen  $Mn_2O_3$  NP'lerin farklı boyutlardaki (500 ve 400 nm) FE-SEM görüntüleri Şekil 4.23(a-b)'de sunulmuştur.  $Mn_2O_3$  NP'lerin morfolojilerini ve boyutlarını değerlendirmek için SEM görüntüleri alınmıştır.



Şekil 4.23.  $Mn_2O_3$  NP'lerine ait farklı boyutlardaki (a) 500 nm, (b) 400 nm SEM görüntüleri ve (c) EDX spektrumu.

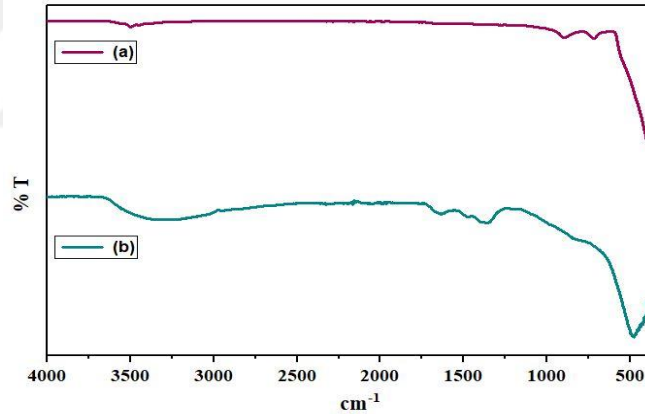
Farklı büyütmelelerdeki SEM görüntüleri incelendiğinde, ortalama parçacık boyutlarının yaklaşık 25-35 nm aralığında değiştiği tespit edilmiştir. Yüzeyde kısmi kristal büyümeler

yer yer gerçekleşse de belirgin bir aglomerasyonun olmadığı düzgün kübik bir yapının olduğu gözlenmektedir. Gözlenen bu durumun sentez esnasında iki veya daha fazla sayıda  $Mn_2O_3$  NP'lerin agregasyonundan kaynaklandığı düşünülmektedir. EDX analizi,  $Mn_2O_3$  NP'lerin elementel kompozisyonunu belirlemek için yapılmıştır.

Şekil 4.23(c)'de sunulan spektrum incelendiğinde, Mn ve O elementleri için enerji seviyelerindeki piklerin varlığı elementlerin numunede bulunduğunu kanıtlamaktadır. Ayrıca  $Mn_2O_3$  NP'nin EDX spektrumunda temel bileşenler olarak ağırlıkça %37,79 Mn ve %62,21 O olduğu görülmektedir ve bu da partiküllerin öngörülen oranda yani  $Mn_2O_3$  yapısında olduğunu göstermektedir.

#### 4.1.6. Krom (III) Oksit NP'lerine Ait Analizlerin Değerlendirilmesi

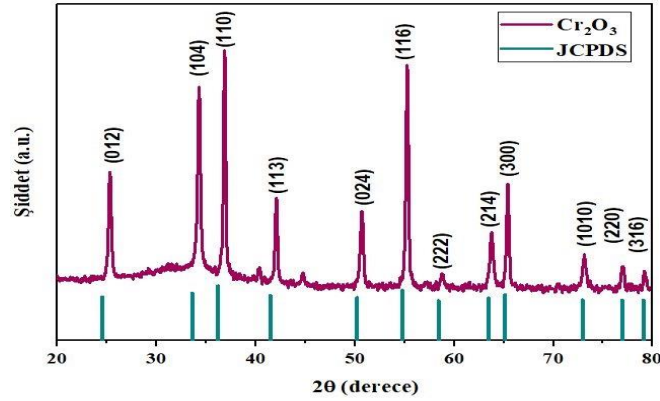
Elde edilen numunelerin FT-IR spektrumları, 500 °C sıcaklıkta gerçekleştirilen kalsinasyon işlemi öncesi ve sonrasında kaydedilmiştir. Spektrumlar, kalsinasyon işlemi sırasında nanopartiküllerde meydana gelen yapısal değişiklikleri belirlemek amacıyla incelenmiştir (Şekil 4.24).



Şekil 4.24.  $Cr_2O_3$  NP'lerin kalsinasyon işlemi a) sonrası, b) öncesi FT-IR spektrumları.

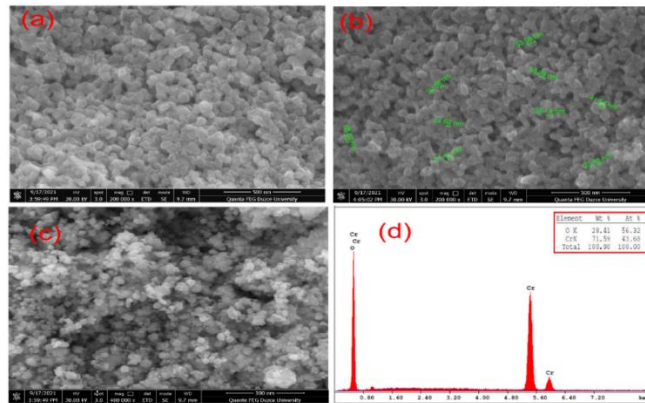
Kalsinasyon işlemi öncesine ait Şekil 4.24(b)'de sunulan FT-IR spektrumunda, 3340 ve 1615  $cm^{-1}$ 'deki titreşim bandları, numuneler üzerine adsorbe olan PEG-400 bileşiğindeki OH bağının gerilme ve eğilme titreşimlerinden kaynaklanmaktadır [140].  $Cr_2O_3$  bileşiğinin kalsinasyon işlemi sonrasında ait FT-IR spektrumu (Şekil 4.24(a)) incelendiğinde, yapıda sürfaktan ajanı olarak veya çöktürme aşamasında kullanılan maddelere ait piklere rastlanmamıştır. Parmak izi bölgesindeki sadece Cr-O bağlarına ait karakteristik pikler 400-385  $cm^{-1}$  bölgesinde gözlenmektedir ve bu piklerin varlığı öngörülen  $Cr_2O_3$  NP'nin yapısını doğrulamaktadır.

Sentezlenen Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'nin kristal yapısını incelemek için XRD analizi gerçekleştirilmiş ve elde edilen XRD desenleri Şekil 4.25'de sunulmuştur.



Şekil 4.25. Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'lerinin XRD kırınım deseni

Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'nin XRD kırınım deseni incelendiğinde, Şekil 4.25'de gözlenen 25.28°, 34.27°, 36.83°, 42.05°, 50.22°, 55.24°, 58.40°, 63.72°, 65.12°, 72.91°, 76.90° ve 79.08 2θ değerleri (012), (104), (110), (113), (024), (116), (222), (214), (300), (1010), (220) ve (316) kristal yapılarına ait kırınım piklerine karşılık gelmektedir. Bu değerler Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'nun rhombohedral Eskolaite fazına indekslenebilir [152]. Ayrıca Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> kristallerin örgü sabitleri ve açıları sırasıyla a = b = 4,9607 Å, c = 13,5990 Å, α = 90°, β = 90° ve γ = 120° olup birim hücre hacmi ve uzay grubu sırasıyla 289,82 (Å)<sup>3</sup> ve R-3c olarak bulunmuştur. Elde edilen bu değerlerin, JCPDS standart kartında (JCPDS:74 – 0326) bildirilen verilerle ve literatür çalışmaları ile uyum içinde olduğu belirlenmiştir [152], [153]. Ek olarak, çöktürme (NaOH) ve yüzey aktif madde (PEG-400) gibi kullanılan ajanlara ait yabancı fazlar XRD deseninde tespit edilmemiştir. XRD sonuçları, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'nin başarıyla elde edildiğini göstermektedir.

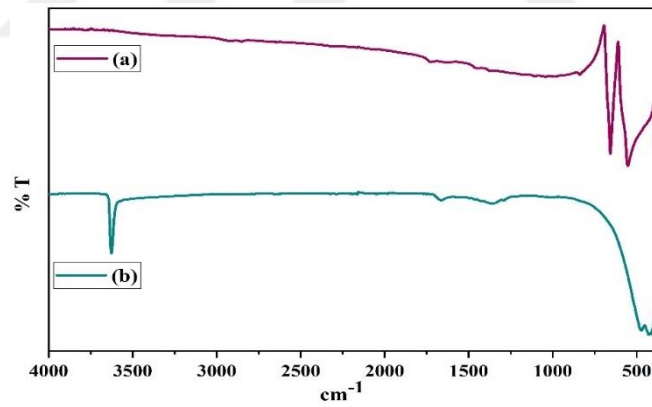


Şekil 4.26. Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'lerine ait farklı boyutlardaki (a) ve (b) 500 nm, (c) 300 nm SEM görüntüleri ve (d) EDX spektrumu.

Şekil 4.26(a-c)'de sunulan farklı boyutlardaki SEM görüntüleri incelendiğinde, ortalama parçacık boyutlarının 22-58 nm aralığında değiştiği tespit edilmiştir. Yüzeyde belirgin bir aglomerasyonun olmadığı, düzgün bir küresel yapının olduğu gözlenmektedir. Gözlenen bu durumun sentez sırasında kullanılan yüzey aktif maddenin daha az topaklanmaya ve homojen bir morfolojiye neden olduğu düşünülmektedir. Şekil 4.26(d)'de sunulan EDX spektrumu incelendiğinde, 0.57, 5.40 ve 5.95 keV enerji seviyelerindeki  $L_{\alpha}$ ,  $K_{\alpha}$  ve  $K_{\beta}$  piklerinin varlığı Cr elementine karşılık gelmektedir. Ayrıca 0.5 keV enerji seviyelerindeki pik ise O elementi varlığını doğrulamaktadır.  $Cr_2O_3$  nanopartikülünün EDX spektrumunda temel bileşenler olarak ağırlıkça %43,68 Cr ve %56,32 O olduğu görülmektedir ve bu da partiküllerin teorik  $^{2/3}$  değerine karşılık geldiği ve  $Cr_2O_3$  yapısında olduğu tespit edilmiştir.

#### 4.1.7. Kobalt (II,III) Oksit NP'lerine Ait Analizlerin Değerlendirilmesi

Elde edilen numunelerin Şekil 4.27'de verilen FT-IR spektrumları, 500 °C sıcaklıkta gerçekleştirilen kalsinasyon işlemi öncesi ve sonrasında kaydedilmiştir. Bu spektrumlar, kobalt (II, III) oksit NP'lerinde meydana gelen yapısal değişiklikleri belirlemek için incelenmiştir.

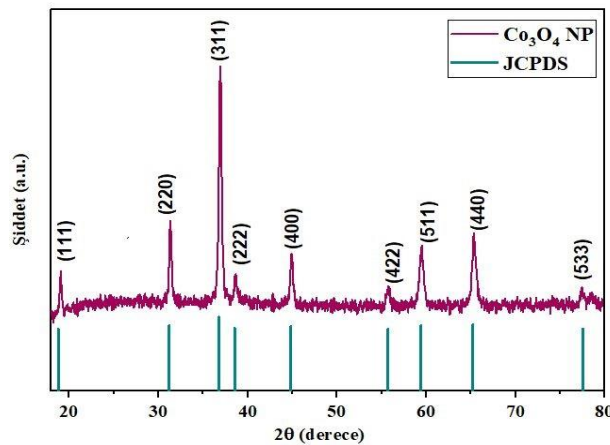


Şekil 4.27.  $Co_3O_4$  NP'lerin kalsinasyon işlemi a) sonrası, b) öncesi FT-IR spektrumları.

Kalsinasyon işlemi öncesi numuneye ait Şekil 4.27(b)'de gösterilen FT-IR spektrumunda  $3620\text{ cm}^{-1}$ 'deki keskin pikin yanı sıra  $1600\text{ cm}^{-1}$  bölgelerinde geniş band gözlemlenmiştir. Bu bandlar, numuneler üzerine adsorbe edilen sürfaktan ajanına ait hidroksil gruplarının gerilme ve eğilme titreşimlerinden kaynaklanmaktadır.  $1424\text{ cm}^{-1}$  frekansında gözlenen absorpsiyon bandı ise, sürfaktan ajanı olarak kullanılan PVP bileşiğine ait piroldinil grubunun karakteristik absorpsiyonudur. Kalsinasyon işlemi sonrasında, yukarıda bahsedilen dispersan ajanı olarak kullanılan PVP'ye ait titreşimler kaybolmuş ve sadece

metal-oksijen bağı arasındaki titreşimler gözlenmiştir. 500 °C’de kalsine edilmiş  $\text{Co}_3\text{O}_4$  NP’lerine ait Şekil 4.27(a)’da sunulan FT-IR spektrumu incelendiğinde, Co-O bağına ait karakteristik gerilme titreşimine atfedilen  $550\text{ cm}^{-1}$  bölgesindeki pikin gözlenmesi,  $\text{Co}_3\text{O}_4$  NP’nin oluşumunu doğrulamaktadır. Aynı zamanda  $650\text{ cm}^{-1}$  bölgesinde gözlenen O-Co-O bağına ait tetrahedral A bölgesindeki  $\text{Co}^{2+}$ -O titreşimi ve  $550\text{ cm}^{-1}$ ’deki keskin pikin,  $\text{Co}_3\text{O}_4$ ’ün oktahedral B bölgesindeki  $\text{Co}^{3+}$ -O titreşimine karşılık gelmektedir. Elde edilen FT-IR spektrumlarının, literatür verileri ile uyumlu olduğu belirlenmiştir [154], [155].

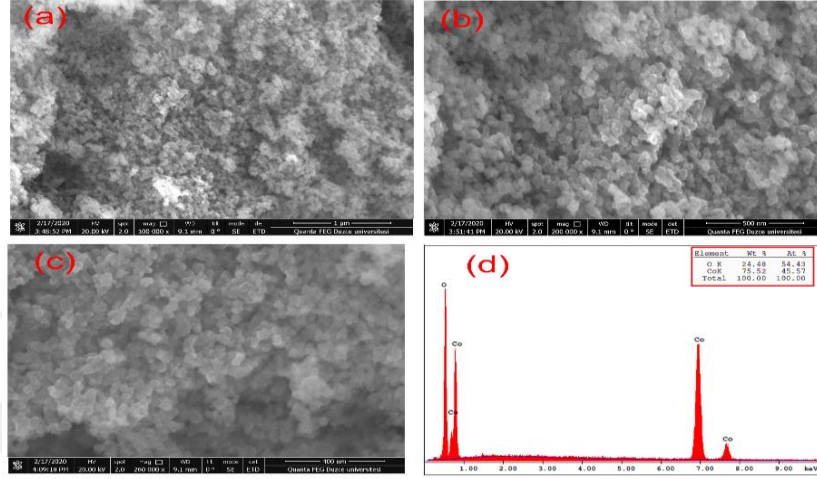
Kalsinasyon sonrası elde edilen  $\text{Co}_3\text{O}_4$  NP’nin kristal yapısı ve faz bileşenlerini belirlemek amacıyla XRD analizi yapılmış olup, elde edilen XRD kırınım deseni Şekil 4.28’de gösterilmiştir.  $\text{Co}_3\text{O}_4$  NP’nin XRD spektrumu incelendiğinde, Şekil 4.28’de gözlenen  $19.05^\circ$ ,  $31.31^\circ$ ,  $36.90^\circ$ ,  $38.58^\circ$ ,  $44.89^\circ$ ,  $55.68^\circ$ ,  $59.40^\circ$ ,  $65.23^\circ$  ve  $77.39^\circ$   $2\theta$  değerleri (111), (220), (311), (222), (400), (422), (511), (440) ve (533) kristal yapılarına ait kırınım piklerine karşılık gelmektedir. Bu değerler uzay grubu  $Fd\bar{3}m$  olan  $\text{Co}_3\text{O}_4$  NP fazına indekslenebilir. Ayrıca  $\text{Co}_3\text{O}_4$  kristallerinin örgü sabitleri ve açıları sırasıyla  $a = b = c = 8.075\text{ \AA}$ ,  $\alpha = 90^\circ$ ,  $\beta = 90^\circ$  ve  $\gamma = 90^\circ$  olup birim hücre hacmi  $526.723\text{ (\AA)}^3$  olarak bulunmuştur. Elde edilen bu değerlerin, JCPDS standart kartında (JCPDS:42-1467) bildirilen verilerle ve literatür çalışmaları ile uyum içinde olduğu belirlenmiştir [156]. Ek olarak kırınım deseninde, kobaltın diğer oksit yapılarına ait yabancı fazlar XRD desenlerinde tespit edilmemiştir. Bu sonuçlar,  $\text{Co}_3\text{O}_4$  NP’nin saf kristal fazda başarıyla elde edildiğini göstermektedir.



Şekil 4.28.  $\text{Co}_3\text{O}_4$  NP’lerinin XRD kırınım deseni.

Sentezlenen  $\text{Co}_3\text{O}_4$  NP’nin yüzey morfolojileri hakkında bilgi elde etmek için,  $1\text{ }\mu\text{m}$ ,  $500$  ve  $400\text{ nm}$ ’deki SEM görüntüleri alınmıştır ve Şekil 4.29 (a-c)’de sunulmuştur.

Sentezlenen  $\text{Co}_3\text{O}_4$  NP'nin Şekil 4.29(a-c)'de sunulan SEM görüntüleri incelendiğinde, ortalama partikül boyutlarının yaklaşık 25-30 nm aralığında, düzgün yayılmış veya homojen dağılım sergilediği ve nanopartiküllerin küresel yapıda olduğu görülmektedir. Aynı zamanda elde edilen SEM sonuçlarının XRD analiz verileriyle uyumlu olduğu ve birbirini desteklediği görülmektedir.

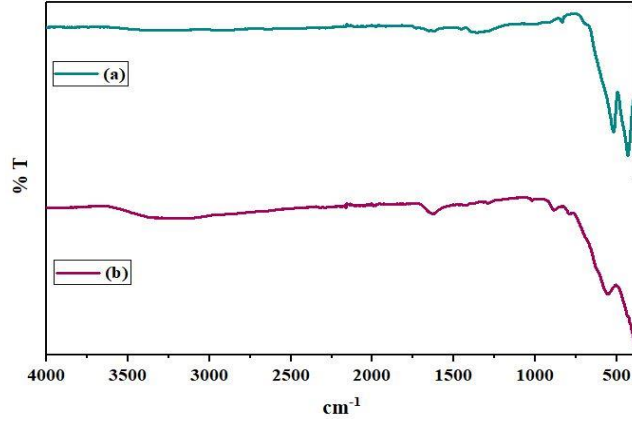


Şekil 4.29.  $\text{Co}_3\text{O}_4$  NP'lerine ait farklı boyutlardaki (a) 1 µm, (b) 500 nm, (c) 400 nm SEM görüntüleri ve (d) EDX spektrumu.

Farklı noktalardan yapılan EDX analizlerinde (Şekil 4.29 (d)) 0.75-0.80-7.02-7.80 keV enerji seviyelerindeki  $L_{\alpha}$ ,  $K_{\alpha}$  ve  $K_{\beta}$  piklerinin varlığı kobalt ve 0.5 keV enerji seviyesindeki ise oksijen elementine karşılık gelmektedir. Ayrıca malzemede herhangi bir safsızlık oluşumu da mevcut değildir. Analiz sonucunda Co ve O atom yüzdesinin sırasıyla %45,57 ve %54,43 olduğu tespit edilmiştir.  $\text{Co}_3\text{O}_4$  NP'nin EDX analizine bakıldığında bu oranların teorik  $3/4$  değerine karşılık geldiği ve  $\text{Co}_3\text{O}_4$ 'ün yapısı ile uyumlu olduğu görülmektedir.

#### 4.1.8. Demir (II,III) Oksit NP'leri Analizlerinin Değerlendirilmesi

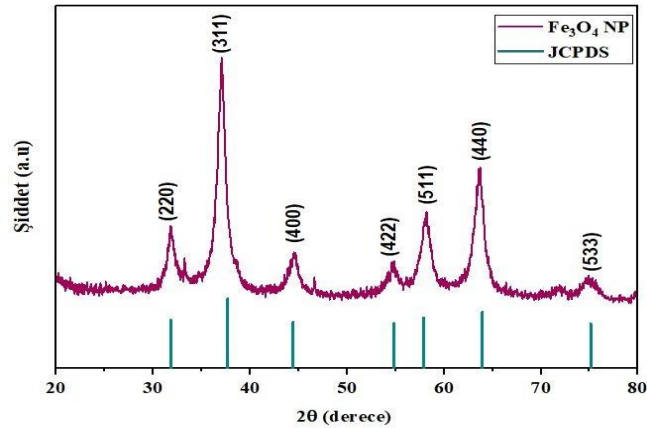
Elde edilen numunelerin Şekil 4.30'de verilen FT-IR spektrumları, 500 °C sıcaklıkta gerçekleştirilen kalsinasyon işlemi öncesi ve sonrasında kaydedilmiştir. Spektrumlar, kalsinasyon işlemi sırasında nanopartiküllerde meydana gelen yapısal değişiklikleri belirlemek için incelenmiştir. Kalsinasyon işlemi öncesine ait Şekil 4.30 (b)'de sunulan FT-IR spektrumunda, 3325 ve 1610  $\text{cm}^{-1}$ 'deki bandlar, numuneler üzerine adsorbe olan PEG-400 bileşiğindeki OH bağının gerilme ve eğilme titreşimlerinden kaynaklanmaktadır [140].



Şekil 4.30. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> NP'lerin kalsinasyon işlemi a) sonrası, b) öncesi FT-IR spektrumları.

Kalsinasyon işlemi öncesine ait Şekil 4.30 (b)'de sunulan FT-IR spektrumunda, 3325 ve 1610 cm<sup>-1</sup>'deki bandlar, numuneler üzerine adsorbe olan PEG-400 bileşiğindeki OH bağının gerilme ve eğilme titreşimlerinden kaynaklanmaktadır [140]. Spektrumda yaklaşık 1310 cm<sup>-1</sup>'deki karakteristik titreşim bandı, parçacık yüzeylerinde adsorbe edilen karboksilat anyonlarının bükülme titreşim moduna karşılık gelmektedir. Ayrıca düzlem piklerinden C-H deformasyonuna karşılık gelen titreşimler, 975-750 cm<sup>-1</sup> bölgesinde gözlenmiştir. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> bileşiğinin kalsinasyon işlemi sonrasında ait FT-IR spektrumu Şekil 4.30 (a) incelendiğinde, yapıda sürfaktan ajanına atfedilen titreşimler gözlenmemiştir. Parmak izi bölgesindeki sadece Fe-O bağlarına ait karakteristik pikler 560-400 cm<sup>-1</sup> bölgesinde görülmektedir ve bu piklerin varlığı öngörülen Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> NP'nin yapısını doğrulamaktadır.

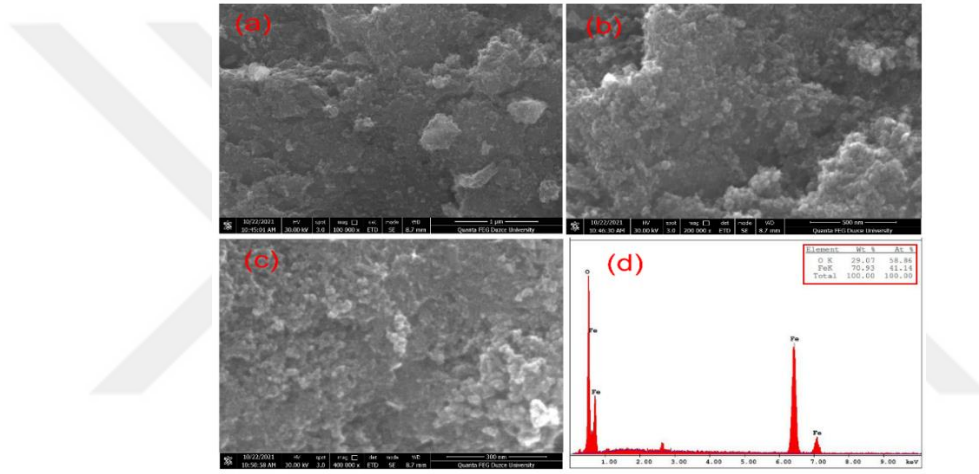
Kalsinasyon sonrası elde edilen Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> NP'nin kristal yapısı ve faz bileşenlerini belirlemek amacıyla XRD analizi gerçekleştirilmiş ve elde edilen XRD kırınım deseni Şekil 4.31'de gösterilmiştir.



Şekil 4.31. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> NP'lerinin XRD kırınım deseni.

Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> NP'nin XRD kırınım deseni incelendiğinde, Şekil 4.31'de gözlenen 30.29°, 35.68°, 43.33°, 53.84°, 57.22°, 62.96° ve 74.67 2θ değerleri (220), (311), (400), (422), (511), (440) ve (533) kristal yapılarına ait kırınım piklerine karşılık gelmektedir. Bu değerler Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>'nun spinel magnetite fazına indekslenebilir. Elde edilen bu değerlerin, JCPDS standart kartında (JCPDS:79-0419) bildirilen verilerle ve literatür çalışmaları ile uyum içinde olduğu belirlenmiştir [157]. Ek olarak, çöktürme işlemi için kullanılan NaOH ve yüzey aktif madde (PEG-400) gibi ajanlara ait yabancı fazlar XRD deseninde tespit edilmemiştir. XRD sonuçları, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> NP'nin başarıyla elde edildiğini göstermektedir.

Sentezlenen Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> NP'nin yüzey morfolojileri hakkında bilgi elde etmek için, 1 µm, 500 ve 400 nm'deki SEM görüntüleri alınmıştır ve Şekil 4.32 (a-c)'de sunulmuştur.

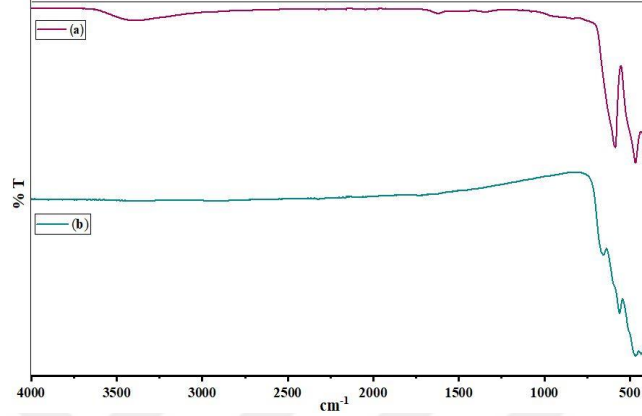


Şekil 4.32. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> NP'lerine ait farklı boyutlardaki (a) 1µm, (b) 500 nm, (c) 300 nm SEM görüntüleri ve (d) EDX spektrumu.

Sentezlenen Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> NP'nin Şekil 4.32(a-c)'de sunulan SEM görüntüleri incelendiğinde, ortalama partikül boyutlarının yaklaşık 8-12 nm aralığında, homojen dağılım sergilediği ve nanopartiküllerin küresel yapıda olduğu görülmektedir. Aynı zamanda elde edilen SEM sonuçlarının XRD analiz verileriyle uyumlu olduğu ve birbirini desteklediği görülmektedir. Farklı noktalarından yapılan EDX analizlerinde Şekil 4.32(d) 0.70-6.40-7.00 keV enerji seviyelerindeki L<sub>α</sub>, K<sub>α</sub> ve K<sub>β</sub> piklerinin varlığı Fe elementine ve 0.5 keV enerji seviyesindeki pikin ise oksijen elementine ait olduğu görülmüştür. Ayrıca malzemede herhangi bir safsızlık oluşumu da mevcut değildir. Analiz sonucunda Fe ve O atom yüzdesinin sırasıyla %41,14 ve %58,86 olduğu tespit edilmiştir. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparçacıkların EDX analizine bakıldığında bu oranların teorik 3/4 değerine karşılık geldiği ve Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yapısı ile uyumlu olduğu görülmektedir.

#### 4.1.9. Mangan (II,III) Oksit NP'leri Analizlerinin Değerlendirilmesi

Elde edilen numunelerin Şekil 4.33'de verilen FT-IR spektrumları, 500 °C sıcaklıkta gerçekleştirilen kalsinasyon işlemi öncesi ve sonrasında kaydedilmiştir. Spektrumlar, kalsinasyon işlemi sırasında NP'lerde meydana gelen yapısal değişiklikleri belirlemek amacıyla incelenmiştir.

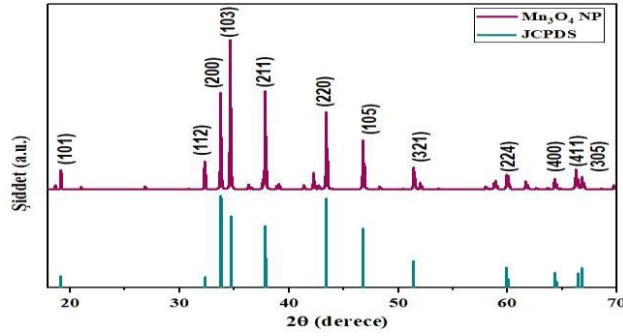


Şekil 4.33. Mn<sub>3</sub>O<sub>4</sub> NP'lerin kalsinasyon işlemi a) sonrası, b) öncesi FT-IR spektrumları.

Kalsinasyon işlemi öncesine ait Şekil 4.33(b)'de sunulan FT-IR spektrumunda, 3450 ve 1620 cm<sup>-1</sup>'deki bandlar, numuneler üzerine adsorbe olan PEG-400 bileşiğindeki OH bağının gerilme ve eğilme titreşimlerinden kaynaklanmaktadır. Mn<sub>3</sub>O<sub>4</sub> bileşiğinin kalsinasyon işlemi sonrasında ait FT-IR spektrumu Şekil 4.33(a) incelendiğinde, yapıda sürfaktan ajanına atfedilen titreşimler gözlenmemiştir. Spinel tipi Mn<sub>3</sub>O<sub>4</sub>'ün FT-IR spektrumu incelendiğinde, 462 cm<sup>-1</sup>'de gözlenen pik, oktahedral koordinasyondaki üç değerlikli mangan iyonlarının titreşimine karşılık gelmektedir. 507 cm<sup>-1</sup>'de gözlenen pik ise, bir oktahedral (B) bölgesindeki Mn–O'nun distorsiyonuna bağlanmıştır. 622 cm<sup>-1</sup>'deki keskin pik, tetrahedral (A) bölgesinde Mn<sup>2+</sup>–O'nun gerilme titreşim modundan kaynaklanmaktadır.

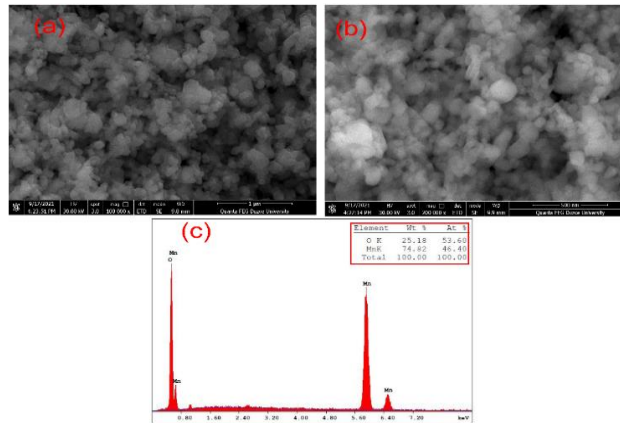
Kalsinasyon sonrası elde edilen Mn<sub>3</sub>O<sub>4</sub> NP'nin kristal yapısı ve faz bileşenlerini belirlemek amacıyla XRD analizi gerçekleştirilmiş ve elde edilen XRD kırınım deseni Şekil 4.34'de gösterilmiştir. Şekilde görüldüğü gibi, Mn<sub>3</sub>O<sub>4</sub> NP'nin tetragonal yapısına ait olan piklerin 2θ'da 19.02 (101), 32.28 (112), 32.23 (200), 33.74(103), 37.81 (211), 43.40 (220), 46.75 (105), 51.48 (321), 59.89 (224), 64.27 (400), 66.42 (411) ve 67.12 (305)'de güçlü yansıma pikleri verdiği gözlenmiştir. Ayrıca Mn<sub>3</sub>O<sub>4</sub> kristallerinin örgü sabitleri ve açıları sırasıyla  $a = 4.18 \text{ \AA}$ ,  $b = 3.18 \text{ \AA}$ ,  $c = 4.18 \text{ \AA}$ ,  $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$  olup, birim hücre hacmi ise,  $73.03 (\text{Å})^3$  olarak bulunmuştur. XRD kırınım deseninde elde edilen

pikler, JCPDS standart kartında (JCPDS:080-0382) bildirilen verilere göre,  $Mn_3O_4$  NP'yi temsil eden karakteristik XRD değerleri ile örtüşmektedir. Ek olarak kırınım deseninde farklı fazlara ait piklerin bulunmaması saf bir kristal yapıya sahip olduğunu göstermektedir.



Şekil 4.34.  $Mn_3O_4$  NP'lerinin XRD kırınım deseni.

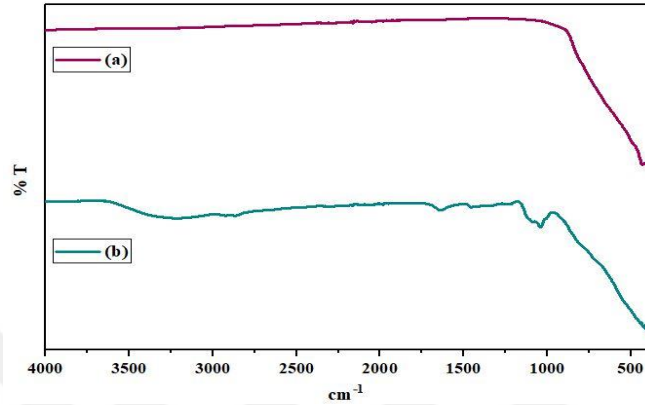
$Mn_3O_4$  NP'lerinin SEM görüntüleri incelendiğinde, ortalama parçacık boyutlarının yaklaşık 25-35 nm aralığında değiştiği tespit edilmiştir. Yüzeyde kısmi kristal büyümeler yer yer gerçekleşse de belirgin bir aglomerasyonun olmadığı düzgün bir kübik yapının olduğu gözlenmektedir. Gözlenen bu durumun sentez esnasında iki veya daha fazla sayıda  $Mn_3O_4$  NP'lerin agregasyonundan kaynaklandığı düşünülmektedir. Farklı noktalarından yapılan EDX analizlerinde Şekil 4.35(c) 0.6, 5.8 ve 6.4 keV enerji seviyelerindeki  $L_{\alpha}$ ,  $K_{\alpha}$  ve  $K_{\beta}$  piklerinin varlığı Mn elementine ve 0.5 keV enerji seviyesindeki pikin ise O elementine ait olduğu ve herhangi bir safsızlık içermediği tespit edilmiştir. Analiz sonucunda kobalt ve oksijenin atom yüzdesi sırasıyla %46,40 ve %53,60 olduğu tespit edilmiştir.  $Mn_3O_4$  NP'nin EDX analizine bakıldığında bu oranların teorik  $3/4$  değerine karşılık geldiği ve  $Mn_3O_4$ 'ün yapısı ile uyumlu olduğu görülmektedir.



Şekil 4.35.  $Mn_3O_4$  NP'lere ait farklı boyutlardaki (a) 1  $\mu$ m, (b) 500 nm SEM görüntüleri ve (c) EDX spektrumu.

#### 4.1.10. Titanyum (IV) Oksit NP'leri Analizlerinin Değerlendirilmesi

Elde edilen numunelerin Şekil 4.36'da verilen FT-IR spektrumları, 500 °C sıcaklıkta gerçekleştirilen kalsinasyon işlemi öncesi ve sonrasında kaydedilmiştir. Elde edilen spektrumlar, kalsinasyon işlemi sırasında nanopartiküllerde meydana gelen yapısal değişiklikleri belirlemek amacıyla incelenmiştir.

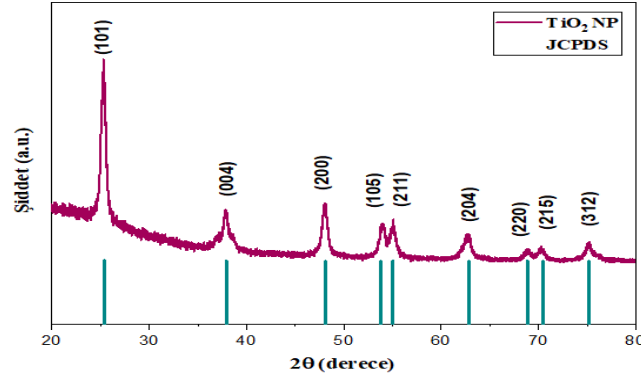


Şekil 4.36. TiO<sub>2</sub> NP'lerin kalsinasyon işlemi a) sonrası, b) öncesi FT-IR spektrumları.

Kalsinasyon işlemi öncesine ait Şekil 4.36(b)'de sunulan FT-IR spektrumunda, 3310 ve 1620 cm<sup>-1</sup>'deki bandlar, numuneler üzerine adsorbe olan PEG-400 bileşiğindeki OH bağının gerilme ve eğilme titreşimlerinden kaynaklanmaktadır. Spektrumda yaklaşık 1040 cm<sup>-1</sup>'deki karakteristik titreşim bandı, parçacık yüzeylerinde adsorbe edilen C-O titreşim moduna karşılık gelmektedir. TiO<sub>2</sub> bileşiğinin kalsinasyon işlemi sonrasında ait FT-IR spektrumu Şekil 4.36(a) incelendiğinde yapıda sürfaktan ajanına atfedilen titreşimler gözlenmemiştir. Parmak izi bölgesindeki sadece Ti-O bağlarına ait karakteristik pikler 435 cm<sup>-1</sup>'de gözlenmektedir ve bu piklerin varlığı öngörülen TiO<sub>2</sub> NP'nin yapısını doğrulamaktadır.

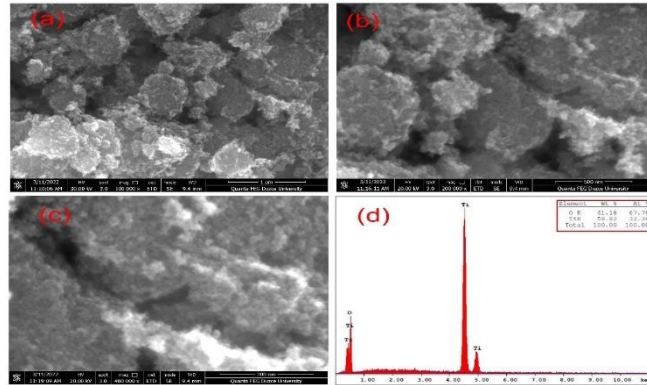
Kalsinasyon sonrası elde edilen TiO<sub>2</sub> NP'nin kristal yapısı ve faz bileşenlerini belirlemek amacıyla XRD analizi yapılmış olup, elde edilen tozlara ait XRD kırınım deseni Şekil 4.37'de gösterilmiştir. Şekil 4.37'de görüldüğü gibi, titanyum (IV) oksit'in tetragonal kristal yapısına ait olan pikler 2θ'da 25.35°(101), 37.91°(004), 48.12°(200), 53.77°(105), 55.05°(211) 62.88°(204), 68.84°(220), 48.12°(200), 53.77°(105), 55.05°(211) ve 48.12°(200), 53.77°(105), 75.18°(312)'de güçlü yansıma pikleri verdiği gözlenmiştir. Ayrıca TiO<sub>2</sub> kristallerinin örgü sabitleri ve açıları sırasıyla  $a = b = 3,7830 \text{ \AA}$ ,  $c = 9,5100 \text{ \AA}$ ,  $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$  olup, birim hücre hacmi ve uzay grubu sırasıyla  $136.10 (\text{\AA})^3$  ve I41/amd olarak bulunmuştur. XRD kırınım deseninde elde edilen pikler, JCPDS standart

kartında (JCPDS: 04-0477) bildirilen verilere göre, standart titanyum (IV) oksit'in anataz fazını temsil eden karakteristik X-ışını kırınım pik verileri ile örtüşmektedir. Ek olarak kırınım deseninde farklı fazlara ait piklerin bulunmaması saf bir kristal yapıya sahip olduğunu göstermektedir.



Şekil 4.37. TiO<sub>2</sub> NP'lerinin XRD kırınım deseni.

Sentezlenen TiO<sub>2</sub> NP'nin yüzey morfolojileri hakkında bilgi elde etmek için, 1 µm, 500 ve 300 nm'deki FE-SEM görüntüleri alınmış ve Şekil 4.38(a-c)'de sunulmuştur. Sentezlenen TiO<sub>2</sub> NP'nin Şekil 4.38(a-c)'de sunulan SEM görüntüleri incelendiğinde, ortalama partikül boyutlarının yaklaşık 10-14 nm aralığında, homojen dağılım sergilediği ve nanopartiküllerin küresel yapıda olduğu görülmektedir. Farklı noktalarından yapılan EDX analizlerinde Şekil 4.38(d) enerji seviyelerindeki L<sub>α</sub>, K<sub>α</sub> ve K<sub>β</sub> piklerinin varlığı Ti elementine ve 0.5 keV enerji seviyesindeki pik ise O elementine ait olduğu ve malzemede herhangi bir safsızlık oluşumu gözlenmemiştir. Analiz sonucunda Ti ve O atom yüzdesi sırasıyla %32,30 ve %67,70 olduğu tespit edilmiştir. TiO<sub>2</sub> nanoparçacıkların EDX analizine bakıldığında bu oranların teorik 1/2 değerine karşılık geldiği ve TiO<sub>2</sub>'nin yapısı ile uyumlu olduğu görülmektedir.



Şekil 4.38. TiO<sub>2</sub> NP'lere ait farklı boyutlardaki (a) 1 µm, (b) 500 nm, (c) 300 nm SEM görüntüleri ve (d) EDX spektrumu.

## 4.2. NANOAKIŞKANLARIN KARARLILIĞININ DEĞERLENDİRİLMESİ

Nanoakışkanların uzun bir süre boyunca çökme olmadan kararlılığını koruyabilmesi oldukça önemlidir. Bu durum, NF'lerin kararlılığının sağlandığına dair gözlemlere dayanarak belirlenmektedir. NF'lerin kararlılığını sürdürebilmesi, birçok uygulama alanı için kritik bir özelliktir. Bu özellik, NF'lerin kullanıldığı endüstriyel, tıbbi ve bilimsel uygulamalarda performanslarının ve etkinliklerinin devamlılığını sağlamak açısından büyük önem taşımaktadır. Bu nedenle, NF'lerin kararlılığının belirlenmesi ve değerlendirilmesi gerekmektedir.

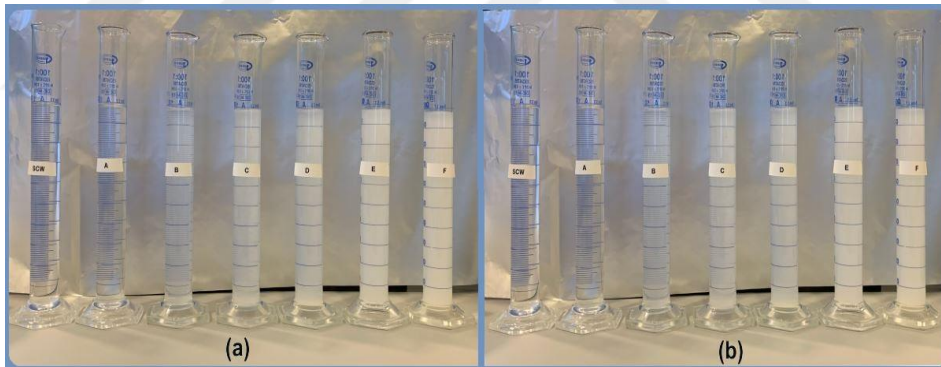
Sentezlenen metal oksitlerden yola çıkılarak, iki aşamalı yöntem kullanılarak SCW bazlı NF'ler hazırlanmıştır. Bu iki aşamalı NF'leri hazırlama yöntemi, geniş çapta kullanılan bir işlem olup, doğrudan temel akışkanıyla nanoparçacıkların bir araya getirilmesi ve nanoparçacık kümeleşmesinin önlenmesi amacıyla ultrasonik titreşimler meydana getirilerek karıştırılmasından oluşmaktadır. Bu yöntem, nanoakışkanların homojenliğini ve kararlılığını sağlamak için etkili bir yaklaşım olarak kabul edilmektedir. Nano metal oksitler, yöntem A ve B olmak üzere iki farklı yöntemle sentezlenmiş ve morfolojik karakterizasyonları sonucunda hem boyut hem de homojenlik açısından en uygun metal oksit nanopartikülleri seçilerek, NF'lerin hazırlanmasında tercih edilmiştir. Ayrıca nanoakışkanların kararlılığında diğer önemli etken yüzey aktif madde seçimidir. Çalışmanızda temel akışkan olarak kullanılan SCW sıvısı, su bazlı ve polar karakterlidir. Bu özelliklere ek olarak korozyon inhibitör özellikleri, ticari ulaşılabilirlik ve hidrofilik karakterleri dikkate alınarak yüzey aktif madde olarak KS biyopolimeri ve PVP tercih edilmiştir. Hazırlanan NF'lerin kararlılığı, çalışmamızda belirli süreler boyunca, numunelerdeki nanoparçacıkların topaklanma ve çökme olup olmadığının sedimentasyon yöntemiyle, yani görsel incelenmesi ve kontrolü ile gerçekleştirilmiştir. Kararlılıklarının değerlendirilmesinde bu yöntemin endüstriyel boyutta uygulanabilirliği, ileri cihaz teknikleri gerektirmemesi, ekonomik ve pratik olması gibi sebeplerle tercih edilmiştir. Nanoakışkanın koloidal süspansiyonları, farklı oranlarda nano NP'lerin saf su içinde belirli konsantrasyonlarda sürfaktan (KS ve PVP) ilave edilerek hazırlanmıştır. En uygun NF'ler seçilmeden önce, farklı zaman aralıklarında fotoğraflar çekilerek sürecin izlenmesi sağlanmıştır. Nanoakışkanların performansı hakkında bir fikir edinmek amacıyla örnekler 100 ml mezürlarda ağzı kapatılarak bekletilmiştir.

Çalışmamız da nanoakışkanlar hazırlanırken ZnO NP konsantrasyon oranı değiştirilirken, yüzey aktif madde katkı oranı sabit tutulmuştur. KS sürfaktanı kullanılarak hazırlanan ZnO NF'lerin bileşenleri ve kütlece oranları Çizelge 4.1'de sunulmuştur.

Çizelge 4.1. KS sürfaktanı kullanılarak hazırlanan ZnO NF'lerin bileşenleri.

Temel akışkan	+	Süpfaktan: KS, wt.%	+	Nanopartikül	+	Nanopartikül konsantrasyonu, wt.%	Test ortamı
SCW		0.10	ZnO	-	(A)		
				0.01	(B)		
				0.02	(C)		
				0.03	(D)		
				0.04	(E)		
				0.05	(F)		

ZnO NP'nin farklı konsantrasyon oranlarında hazırlanan NF'lerin kararlılığını görsel olarak değerlendirmek amacıyla deney sonrası 1 ve 24 saat aralıklarla fotoğrafları çekilmiştir. Farklı konsantrasyondaki ZnO NF'lere ait fotoğraflar, Şekil 4.39(a-b)'de gösterilmiştir.



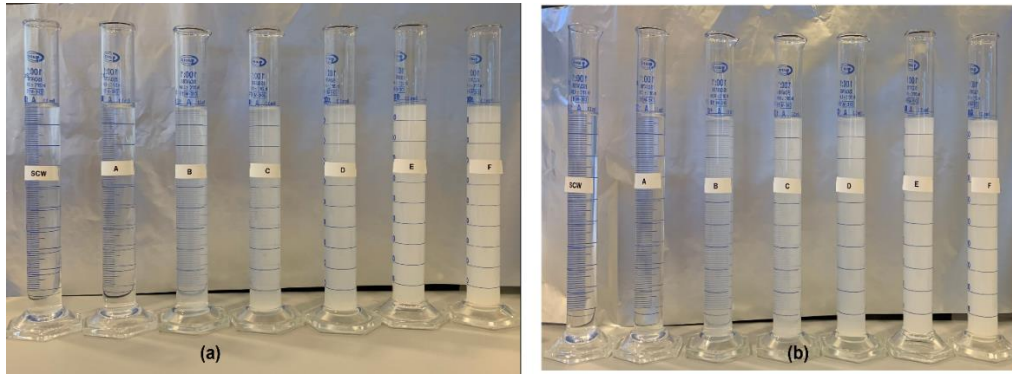
Şekil 4.39. KS süpfaktanı kullanılarak hazırlanan ZnO NF'lerin (a) 1 ve (b) 24 saat sonraki görüntüleri.

Elde edilen NF'lerin Şekil 4.39(a) ve (b)'deki görüntüleri incelendiğinde, herhangi bir stabilizasyon sorunu (çökme, topaklanma, vb.) gözlenmemiştir. KS biyopolimerinin yapısındaki karbonil, hidroksil ve diğer polar grupları sayesinde elektrostatik kuvvetler, hidrojen bağlanmaları ve Van der Waals kuvvetleri gibi çeşitli etkileşimler aracılığıyla ZnO NP'lerin yüzeyi ile etkileşimleri ve KS'nin hidrofilik karakteri sayesinde suyla iyi bir uyum içinde olması, nanoakışkanın uzun süreli kararlılık sergilemesine katkıda bulunmuştur. Bu etkileşimlerin, nanoakışkanın stabilitesini sağladığı düşünülmektedir.

Çizelge 4.2. PVP sürfaktanı kullanılarak hazırlanan ZnO NF'lerin bileşenleri.

Temel akışkan	+	Sürfaktan: PVP, wt. %	+	Nanopartikül	+	Nanopartikül konsantrasyonu, wt. %	Test ortamı
SCW	+	0.10	+	ZnO	+	-	(A)
						0.025	(B)
						0.050	(C)
						0.075	(D)
						0.100	(E)
						0.125	(F)

PVP sürfaktanı kullanılarak ZnO NP'nin farklı konsantrasyon oranlarında hazırlanan NF'lerinin kararlılığını görsel olarak değerlendirmek amacıyla 1 ve 24 saat aralıklarla fotoğrafları çekilmiş olup, Şekil 4.40(a-b)'de gösterilmiştir. Hazırlanan ZnO NF'lerin bileşenleri ve kütlece oranları Çizelge 4.2'de sunulmuştur.



Şekil 4.40. PVP sürfaktanı kullanılarak hazırlanan ZnO NF'lerin (a) 1 ve (b) 24 saat sonraki görüntüleri.

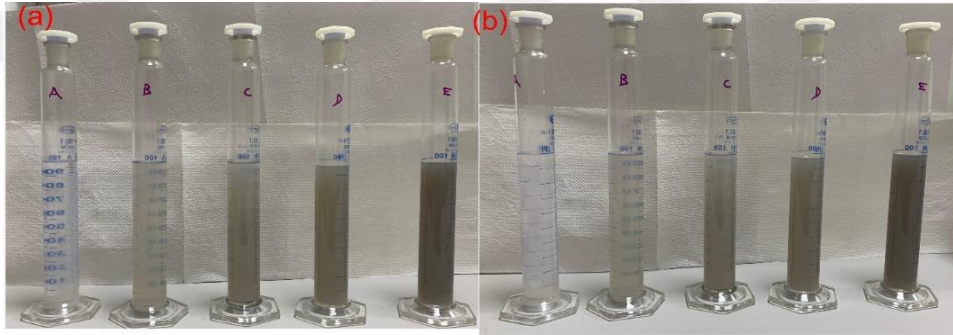
Elde edilen nanoakışkanların Şekil 4.40(a) ve (b)'deki görüntüleri incelendiğinde herhangi bir sedimantasyon gözlenmemiştir. Fotoğraflardan görülebileceği gibi, ZnO NP'lerle hazırlanan NF'ler uzun zaman stabilitesini kaybetmediği görülmüştür. PVP'nin yüksek pH'ı nedeniyle daha homojen bir dağılım oluşturmasının yanı sıra düşük viskozitesi, Brownian kuvvetinin etkin olmasını sağladığı için kararlı NF'lerin oluşumuna katkıda bulunduğu ve kararlılık sergilediği şeklinde yorumlanabilir. Bu nedenle hazırlanan NF'ler eklenme tarihinden uzun süre geçse bile kolloidlerin yüksek kararlılık özellikleri sergilemiştir.

NiO NP konsantrasyon oranı değiştirilirken, yüzey aktif madde katkı oranı sabit tutulmuştur. KS sürfaktanı kullanılarak hazırlanan NiO NF'lerin bileşenleri ve kütlece oranları Çizelge 4.3'te sunulmuştur.

Çizelge 4.3. KS sürfaktanı kullanılarak hazırlanan NiO NF'lerin bileşenleri.

Temel akışkan	+	Sürfaktan: KS, wt.%	+	Nanopartikül	+	Nanopartikül konsantrasyonu, wt.%	Test ortamı
SCW		0.50		NiO		0.025 0.050 0.075 0.100 0.125	(A) (B) (C) (D) (E)

Farklı konsantrasyonlardaki NiO NF'nin kararlılığını görsel olarak değerlendirmek amacıyla, 1, 12 ve 24 saat zaman aralıklarında fotoğrafları çekilmiş olup, Şekil 4.41(a) ve (b)'de gösterilmiştir.



Şekil 4.41. KS sürfaktanı kullanılarak hazırlanan NiO NF'lerin (a) 1 ve (b) 24 saat sonraki görüntüleri.

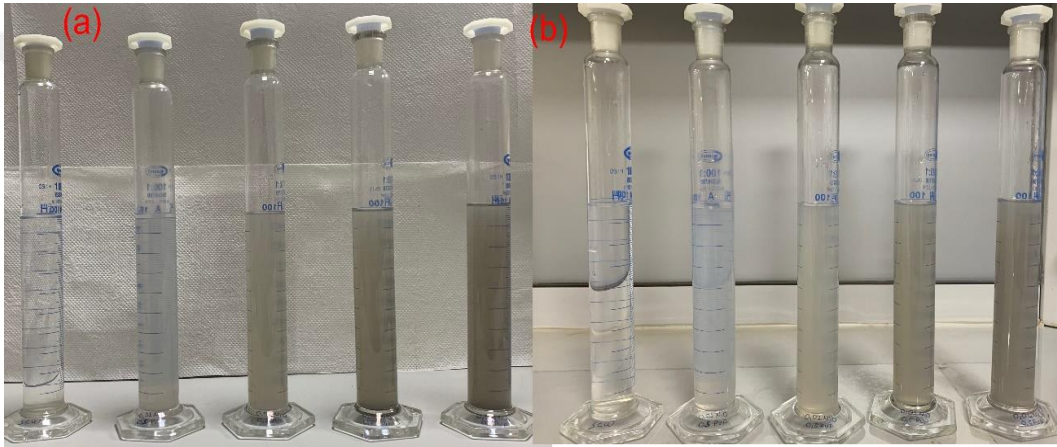
Elde edilen nanoakışkanların Şekil 4.41(a) ve (b)'deki görüntülerine bakıldığında, herhangi bir stabilizasyon sorunu (çökme, topaklanma, vb.) gözlenmemiştir. Bu durum, KS biyopolimerinin nanopartikül yüzeyine yapışması ve stabil bir tabaka oluşturmasıyla ilişkilendirilebilir, bu da diğer partiküllerle birleşmesini engellemekte ve aralarındaki çekme kuvvetlerini azaltmaktadır. KS'nin fonksiyonel grupları (karbonil, hidroksil ve diğer polar grup) ile NP'lerin yüzey yükleri arasında elektrostatik bir etkileşim, aynı yükteki parçacıklar arasında itici bir kuvvet yaratır ve agregasyonlarını önleyebilmektedir. Bu sayede nanoakışkanın uzun süreli kararlılık sergilemesine katkıda bulunmakta ve hazırlanan NF'ler eklenme tarihinden uzun süre geçse bile kolloidlerin yüksek kararlılık özellikleri sergilemiştir.

NiO NP'lerin konsantrasyon oranı değiştirilirken, yüzey aktif madde katılanma oranı sabit tutulmuştur. PVP sürfaktanı kullanılarak hazırlanan NiO NF'lerin bileşenleri ve kütlece oranları Çizelge 4.4'te bulunmaktadır.

Çizelge 4.4. PVP sürfaktanı kullanılarak hazırlanan NiO NF'lerin bileşenleri.

Temel akışkan	+	Sürfaktan: PVP, wt.%	+	Nanopartikül	+	Nanopartikül konsantrasyonu, wt.%	Test ortamı
SCW		0.50	NiO		-	(SCW)	
					0.01	(A)	
					0.02	(B)	
					0.03	(C)	
					0.04	(D)	

Şekil 4.42(a) ve (b)'de çeşitli NiO NP konsantrasyonlarının varlığında hazırlanan NF'lerin koloidal kararlılığını izlemek için 1 ve 24 saat zaman aralıklarında çekilmiş fotoğraflarını göstermektedir.



Şekil 4.42. PVP sürfaktanı kullanılarak hazırlanan NiO NF'lerin (a) 1 ve (b) 24 saat sonraki görüntüleri.

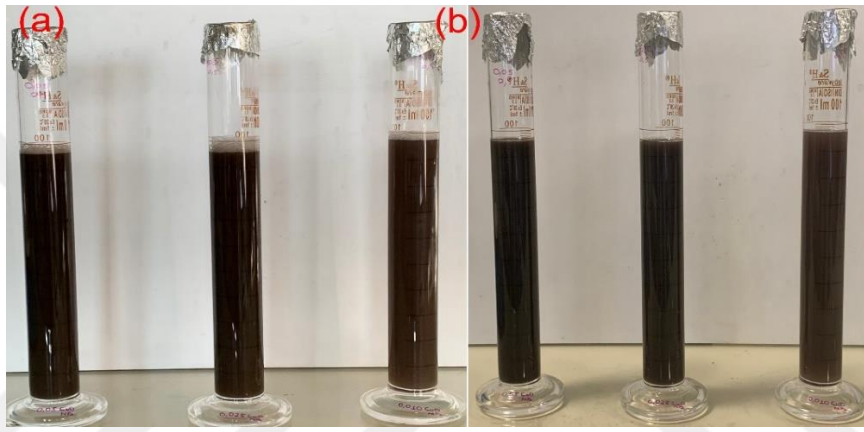
Elde edilen NF'lerin Şekil 4.42(a) ve (b)'deki görüntülerine bakıldığında, herhangi bir sedimentasyon gözlenmemiştir. PVP'nin yüksek pH'ı nedeniyle daha homojen bir dağılım oluşturmasının yanı sıra düşük viskozitesi, Brownian kuvvetinin etkin olmasını sağladığı için kararlı nanoakışkanların oluşumuna katkıda bulunduğu ve kararlılık sergilediği şeklinde yorumlanabilir.

CuO NP konsantrasyon oranı değiştirilirken, yüzey aktif madde katkı oranı sabit tutulmuştur. PVP sürfaktanı kullanılarak hazırlanan CuO NF'lerin bileşenleri ve kütlece oranları Çizelge 4.5'de sunulmuştur. İçerisinde 0,5 g PVP sürfaktanı bulunan üç farklı numuneler kütlece farklı yüzdelerde (%0.010, 0.025, ve 0.050) CuO NP'leri içermektedir.

Çizelge 4.5. PVP sürfaktanı kullanılarak hazırlanan CuO NF'lerin bileşenleri.

Temel akışkan	+	Sürfaktan: PVP, wt. %	+	Nanopartikül	+	Nanopartikül konsantrasyonu, wt. %	Test ortamı
SCW		0.50		CuO		- 0.010 0.025 0.050	(SCW) (A) (B) (C)

Farklı konsantrasyonlardaki CuO NF'nin kararlılığını görsel olarak değerlendirmek amacıyla, 1 ve 24 saat zaman aralıklarında fotoğrafları çekilmiş olup, Şekil 4.43(a) ve (b)'de gösterilmiştir.



Şekil 4.43. PVP sürfaktanı kullanılarak hazırlanan CuO NF'lerin (a) 1 ve (b) 24 saat sonraki görüntüleri.

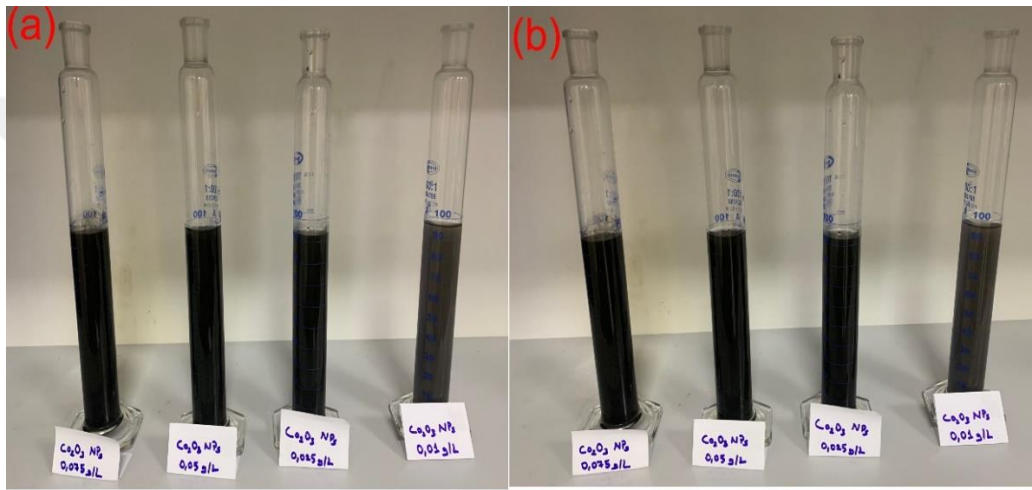
Elde edilen nanoakışkanların Şekil 4.43(a) ve (b)'deki görüntüleri incelendiğinde, herhangi bir çökme gözlenmemiştir. Fotoğraflardan görülebileceği gibi, CuO NP'lerle hazırlanan NF'ler uzun zaman stabilitesini kaybetmediği görülmüştür. PVP'nin yüksek pH'ı nedeniyle daha homojen bir dağılım oluşturmasının yanı sıra düşük viskozitesi, Brownian kuvvetinin etkin olmasını sağladığı için kararlı NF'lerin oluşumuna katkıda bulunduğu ve kararlılık sergilediği şeklinde yorumlanabilir. Bu nedenle hazırlanan NF'ler eklenme tarihinden uzun süre geçse bile kolloidlerin yüksek kararlılık özellikleri göstermiştir.

Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP konsantrasyon oranı değiştirilirken, yüzey aktif madde katkı oranı sabit tutulmuştur. PVP sürfaktanı kullanılarak hazırlanan Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NF'lerin bileşenleri ve kütlece oranları Çizelge 4.6'de sunulmuştur. İçerisinde 0,5 g PVP sürfaktanı bulunan dört farklı numuneler kütlece farklı yüzdelerde (%0.010, 0.025, 0.050 ve 0.075) Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'leri içermektedir.

Çizelge 4.6. PVP sürfaktanı kullanılarak hazırlanan  $\text{Co}_2\text{O}_3$  NF'lerin bileşenleri.

Temel akışkan	+	Sürfaktan: PVP, wt.%	+	Nanopartikül	+	Nanopartikül konsantrasyonu, wt.%	Test ortamı
SCW		0.50		$\text{Co}_2\text{O}_3$		0.010	(A)
						0.025	(B)
						0.050	(C)
						0.075	(D)

Farklı konsantrasyonlardaki  $\text{Co}_2\text{O}_3$  NF'nin kararlılığını görsel olarak değerlendirmek amacıyla, 1 ve 24 saat zaman aralıklarında fotoğrafları çekilmiş olup, Şekil 4.44(a) ve (b)'de gösterilmiştir.



Şekil 4.44. PVP sürfaktanı kullanılarak hazırlanan  $\text{Co}_2\text{O}_3$  NF'lerin (a) 1 ve (b) 24 saat sonraki görüntüleri.

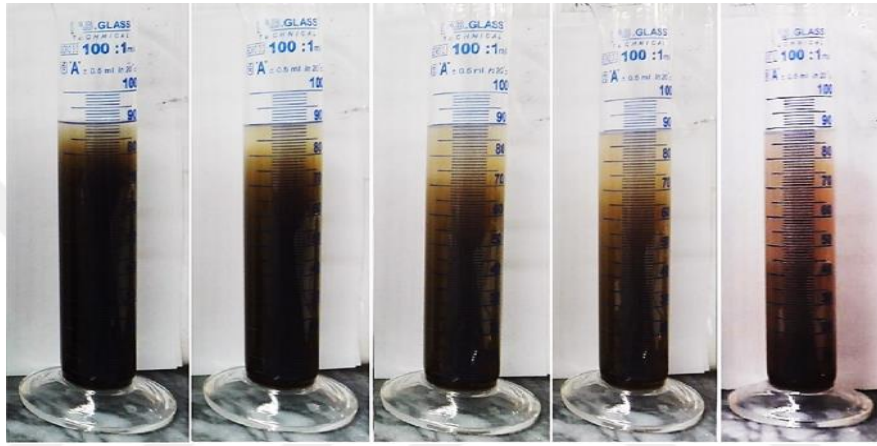
Elde edilen nanoakışkanların Şekil 4.44(a) ve (b)'deki görüntülerine bakıldığında, herhangi bir sedimentasyon gözlenmemiştir. Fotoğraflardan görülebileceği gibi,  $\text{Co}_2\text{O}_3$  NP'lerle hazırlanan NF'ler uzun zaman stabilitesini kaybetmediği görülmüştür. PVP'nin yüksek pH'ı nedeniyle daha homojen bir dağılım oluşturmasının yanı sıra düşük viskozitesi, Brownian kuvvetinin etkin olmasını sağladığı için kararlı NF'lerin oluşumuna katkıda bulunduğu ve kararlılık sergilediği şeklinde yorumlanabilir. Bu nedenle hazırlanan NF'ler eklenme tarihinden uzun süre geçse bile kolloidlerin yüksek kararlılık özellikleri göstermiştir.

$\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  NP konsantrasyon oranı değiştirilirken, yüzey aktif madde katkı oranı sabit tutulmuştur. PVP sürfaktanı kullanılarak hazırlanan  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  NF'lerin bileşenleri ve kütlece oranları Çizelge 4.7'de sunulmuştur. İçerisinde 0,5 g PVP sürfaktanı bulunan dört farklı numuneler kütlece farklı yüzdelerde  $\text{Co}_2\text{O}_3$  NP'leri içermektedir.

Çizelge 4.7. PVP sürfaktanı kullanılarak hazırlanan  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NF'lerin bileşenleri.

Temel akışkan	+	Sürfaktan: PVP, wt. %	+	Nanopartikül	+	Nanopartikül konsantrasyonu, wt. %	Test ortamı
SCW		0.50		$\alpha$ -Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		0.01 0.02 0.03 0.04	(A) (B) (C) (D)

Farklı konsantrasyonlardaki  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NF'nin kararlılığını görsel olarak değerlendirmek amacıyla, 3 saat sonundaki görüntüleri, Şekil 4.45(a) ve (b)'de gösterilmiştir.



Şekil 4.45. PVP sürfaktanı kullanılarak hazırlanan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NF'lerin 3 saat sonundaki görüntüleri.

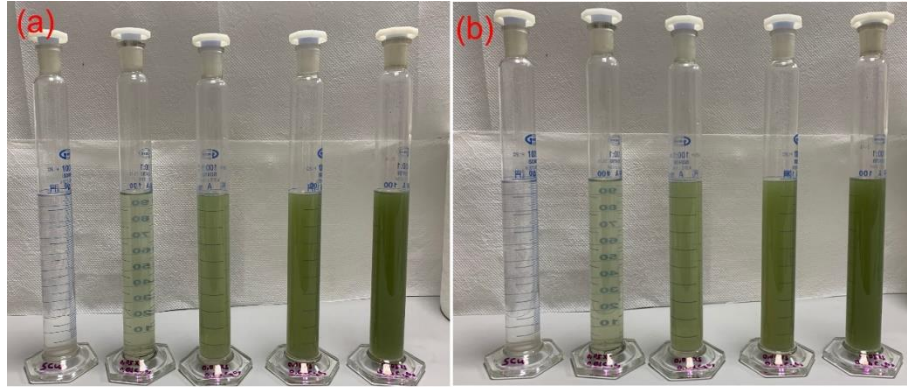
Elde edilen nanoakışkanların Şekil 4.45'teki görüntülerine bakıldığında, farklı oranlarda sedimentasyon gözlenmiştir.  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'lerin manyetik davranış sergilemesi, hazırlanan nanoakışkanların stabilizasyonunu bozabilmektedir. Manyetik davranış, nanoakışkanın stabilitesini etkileyebilmekte ve çökme olasılığını artırabilmektedir.

Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP konsantrasyon oranı değiştirilerek hazırlanan nanoakışkanların bileşenleri Çizelge 4.8 ve 4.9'da sunulmuştur.

Çizelge 4.8. KS sürfaktanı kullanılarak hazırlanan Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NF'lerin bileşenleri.

Temel akışkan	+	Sürfaktan: KS, wt. %	+	Nanopartikül	+	Nanopartikül konsantrasyonu, wt. %	Test ortamı
SCW		0.05		Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>		0.01 0.02 0.03 0.04	(A) (B) (C) (D)

Farklı konsantrasyonlardaki  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  NF'nin kararlılığını görsel olarak değerlendirmek amacıyla, 1 ve 24 saat gibi belli aralıklarla fotoğrafları çekilmiş olup, Şekil 4.46(a) ve (b)'de gösterilmiştir.



Şekil 4.46. KS sürfaktanı kullanılarak hazırlanan  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  NF'lerin (a) 1 ve (b) 24 saat sonraki görüntüleri.

Elde edilen nanoakışkanların Şekil 4.46(a) ve (b)'deki görüntülerine bakıldığında, herhangi bir stabilizasyon sorunu (çökme, topaklanma, vb.) gözlenmemiştir. Bu durum, KS biyopolimerinin nanopartikül yüzeyine yapışması ve stabil bir tabaka oluşturmasıyla ilişkilendirilebilir, bu da diğer partiküllerle birleşmesini engellemekte ve aralarındaki çekme kuvvetlerini azaltmaktadır. KS'nin fonksiyonel grupları (karbonil, hidroksil ve diğer polar grup) ile NP'lerin yüzey yükleri arasında elektrostatik bir etkileşim, aynı yükteki parçacıklar arasında itici bir kuvvet yaratır ve agregasyonlarını önleyebilmektedir. Bu sayede nanoakışkanın uzun süreli kararlılık sergilemesine katkıda bulunmakta ve hazırlanan NF'ler eklenme tarihinden uzun süre geçse bile kolloidlerin yüksek kararlılık özelliklerini kaybetmemiştir.

Çizelge 4.9. PVP sürfaktanı kullanılarak hazırlanan  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  NF'lerin bileşenleri.

Temel akışkan	+	Sürfaktan: PVP, wt.%	+	Nanopartikül	+	Nanopartikül konsantrasyonu, wt.%	Test ortamı
SCW	+	1.0	+	$\text{Cr}_2\text{O}_3$	+	0.01	(A)
						0.02	(B)
						0.03	(C)
						0.04	(D)

Farklı konsantrasyonlardaki  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  NF'nin kararlılığını görsel olarak değerlendirmek amacıyla, 1 ve 24 saat gibi belli aralıklarla fotoğrafları çekilmiş olup, Şekil 4.47(a) ve (b)'de gösterilmiştir.



Şekil 4.47. PVP sürfaktanı kullanılarak hazırlanan  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  NF'lerin (a) 1 ve (b) 24 saat sonraki görüntüleri.

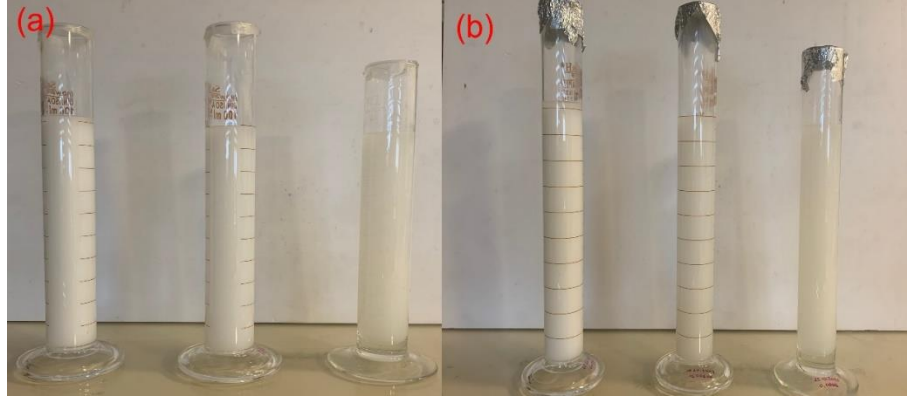
Elde edilen nanoakışkanların Şekil 4.47(a) ve (b)'deki görüntülerine bakıldığında, 24. saatin sonunda herhangi bir sedimentasyon gözlenmemiş ve uzun süreli kararlılık sergileyebilmiştir. Fotoğraflardan görülebileceği gibi,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  NP'lerle hazırlanan NF'ler uzun zaman stabilitesini kaybetmediği görülmüştür. PVP'nin yüksek pH'ı nedeniyle daha homojen bir dağılım oluşturmasının yanı sıra düşük viskozitesi, Brownian kuvvetinin etkin olmasını sağladığı için kararlı NF'lerin oluşumuna katkıda bulunduğu ve kararlılık sergilediği şeklinde yorumlanabilir. Bu nedenle hazırlanan NF'ler eklenme tarihinden uzun süre geçse bile kolloidleri yüksek kararlılık özellikleri göstermişlerdir.

$\text{TiO}_2$  NP konsantrasyon oranı değiştirilerek hazırlanan nanoakışkanların ve SCW sıvısının bileşenleri Çizelge 4.10'da sunulmuştur.

Çizelge 4.10. KS sürfaktanı kullanılarak hazırlanan  $\text{TiO}_2$  NF'lerin bileşenleri.

Temel akışkan	+	Sürfaktan: KS, wt.%	+	Nanopartikül	+	Nanopartikül konsantrasyonu, wt.%	Test ortamı
SCW		0.05		$\text{TiO}_2$		-	(SCW)
						0.01	(A)
						0.02	(B)
						0.03	(C)

Farklı konsantrasyonlardaki  $\text{TiO}_2$  NF'nin kararlılığını görsel olarak değerlendirmek amacıyla, 1 ve 24 saat gibi belli aralıklarla fotoğrafları çekilmiş olup, Şekil 4.48(a) ve (b)'de gösterilmiştir.



Şekil 4.48. KS sürfaktanı kullanılarak hazırlanan TiO<sub>2</sub> NF'lerin (a) 1 ve (b) 24 saat sonraki görüntüleri.

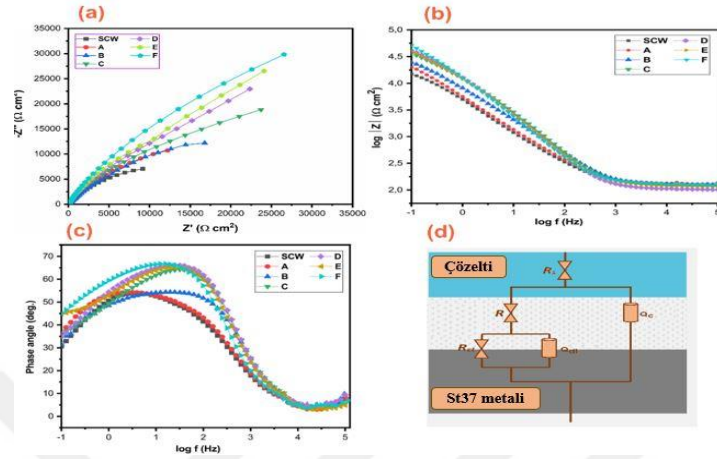
Elde edilen nanoakışkanların Şekil 4.48(a) ve (b)'deki görüntülerine bakıldığında, 24. saatin sonunda herhangi bir sedimantasyon gözlenmemiş ve uzun süreli kararlılık sergileyebilmişlerdir. Bu durum, KS biyopolimerinin nanopartikül yüzeyine yapışması ve stabil bir tabaka oluşturmasıyla ilişkilendirilebilir, bu da diğer partiküllerle birleşmesini engellemekte ve aralarındaki çekme kuvvetlerini azaltmaktadır. KS'nin fonksiyonel grupları (karbonil, hidroksil ve diğer polar grup) ile NP'lerin yüzey yükleri arasında elektrostatik bir etkileşim, aynı yükteki parçacıklar arasında itici bir kuvvet yaratır ve agregasyonlarını önleyebilmektedir. Bu sayede nanoakışkanın uzun süreli kararlılık sergilemesine katkıda bulunmakta ve hazırlanan NF'ler eklenme tarihinden uzun süre geçse bile kolloidlerin yüksek kararlılık özelliklerini kaybetmemiştir.

### 4.3. NANOAKIŞKANLARIN EIS ANALİZİ SONUÇLARININ DEĞERLENDİRİLMESİ

#### 4.3.1. EIS Analizi Sonuçlarının Değerlendirilmesi

St37 metalinin çeşitli konsantrasyonlarda ZnO NP'leri (sürfaktan olarak KS) ile hazırlanan NF'deki korozyon davranışını araştırmak için EIS analizi gerçekleştirilmiştir. St37 metaline nanoakışkan çözeltisi ortamında farklı konsantrasyonlarda ZnO NP'lerin etkisi EIS analiz yöntemi sonucu elde edilen Nyquist diyagramı Şekil 4.49'da gösterilmiştir. Elde edilen Nyquist eğrileri incelendiğinde, benzer kapasitif döngüler sergilemiştir, bu da korozyon mekanizmasının değişmediğini göstermektedir. Şekil 4.49(a)'da gösterildiği gibi, kapasitif döngü çapı SCW çözeltisine kıyasla artmış ve ZnO NP'leri ağırlıkça %0,05 konsantrasyonda en iyi inhibitör etkinliğini sergilemiştir.

Şekil 4.41(b) ve (c)'de, düşük frekanslarda ZnO NP varlığında empedans modülünün ve korozyon korumasının bir ölçüsü olan faz açılarının arttığı açıkça görülmektedir. ZnO NP'lerin varlığında, elektrot yüzeyinde koruyucu bir tabaka gelişmiş ve ağırlıkça %0,05 eklenecek şekilde hazırlanan nanoakışkan en iyi faz açısı değerini (67 °C) göstermiştir.



Şekil 4.49. St37 metalinin ZnO NP'leri ile hazırlanan NF çözeltisi ortamında elde edilen Nyquist, Bode-Angle diyagramları ve eşdeğer devre modeli.

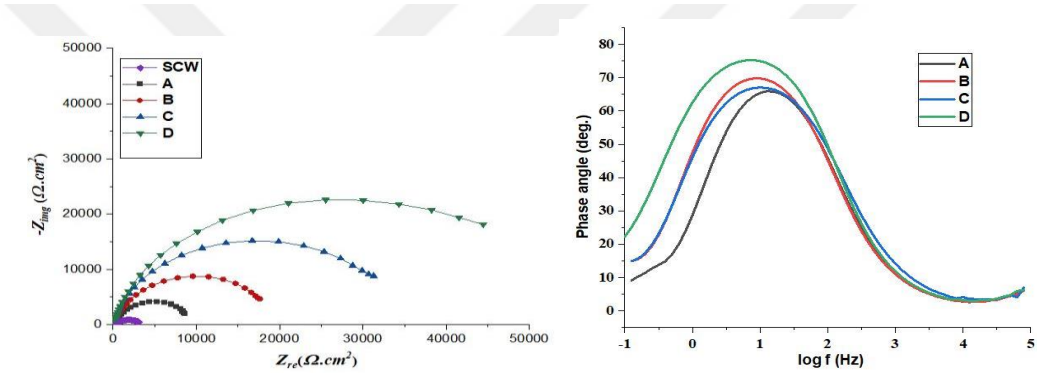
Çeşitli konsantrasyonlarda ZnO NP ile hazırlanan NF'ler içerisindeki St37 metalinin 2 saat sonundaki Nyquist diyagramları ZSimpWin 3.20 programı kullanılarak Şekil 4.49(c)'de gösterilen devre ile analiz edilmiştir. Bu eşdeğer elektrik devresinde, çözelti direnci  $R_s$  ve iki zamanlı faz sabiti  $Q$ 'dan oluşmaktadır; burada  $Q_c$  metal/çözelti arayüzünde oluşan filmin kapasitansı,  $R_f$  metal yüzeyinde oluşan film direnci,  $Q_{dl}$  metal ve elektrolit arasındaki çift katmanlı kapasitans ve  $R_{ct}$  yük transfer direncini ifade etmektedir. Elde edilen EIS verileri Çizelge 4.11'de sunulmuştur.

Çizelge 4.11. Farklı konsantrasyonlarda hazırlanan ZnO NF'ler içerisindeki St37 metalinin EIS sonuçları.

	$R_s$ ( $\Omega \cdot \text{cm}^2$ )	$Q_c$ ( $\text{S} \cdot \text{s}^n \cdot \text{cm}^2$ )	$n_1$ $0 < n < 1$	$R_f$ ( $\Omega \cdot \text{cm}^2$ )	$Q_{dl}$ ( $\text{S} \cdot \text{s}^n \cdot \text{cm}^2$ )	$n_2$ $0 < n < 1$	$R_{ct}$ ( $\Omega \cdot \text{cm}^2$ )	IE %
SCW	119.7	5.052E-5	0.6582	77.81	3.99E-6	0.7397	27.210	-
A	129.0	2.994E-5	0.7272	2.473	1.961E-5	0.6552	37.980	32.5
B	122.4	1.106E-5	0.8124	1.787	2.756E-5	0.5687	49.410	46.7
C	91.05	9.33E-6	0.9588	2.450	3.08E-6	0.6098	83.850	68.4
D	111.4	1.837E-5	0.7548	6.255	4.075E-5	0.8297	95.100	73.1
E	118.0	5.45E-6	0.4992	7.675	2.45E-5	0.8354	101.700	75.0
F	125.9	1.519E-5	0.8021	8.740	6.393E-6	0.8760	122.300	79.2

SCW ortamında ölçülen  $R_{ct}$  değeri  $27.210 \Omega \text{ cm}^2$  iken, %0,05 ZnO nanopartikül ilavesi ile bu değer  $122.300 \Omega \text{ cm}^2$  'ye yükselmiştir. ZnO NP'leri metal tarafından absorbe edilerek film oluşturduğundan  $R_s$  değeri azalma eğilimi göstermiştir. Çizelge 4.11'e göre, hazırlanan nanoakışkanların  $R_{ct}$  ve  $R_f$  değerleri SCW çözeltisine kıyasla önemli ölçüde artmış ve ağırlıkça %0,05 ZnO nanopartikül içeren NF'ler en yüksek inhibitör etkinliği (%IE=79,2) göstermiştir.

St37 metalinin çeşitli konsantrasyonlarda NiO NP'leri (yüzey aktif madde PVP) ile hazırlanan NP'lerdeki korozyon davranışını araştırmak için EIS analizi gerçekleştirilmiştir. St37 metalinin nanoakışkan çözeltisi ortamında farklı konsantrasyonlarda NiO NP'lerin etkisi EIS analiz yöntemi sonucu elde edilen Nyquist diyagramı Şekil 4.50'de gösterilmiştir.



Şekil 4.50. St37 metalinin farklı konsantrasyonlarda hazırlanan NiO NF çözeltisi ortamında elde edilen Nyquist diyagramı ve faz açısı diyagramı.

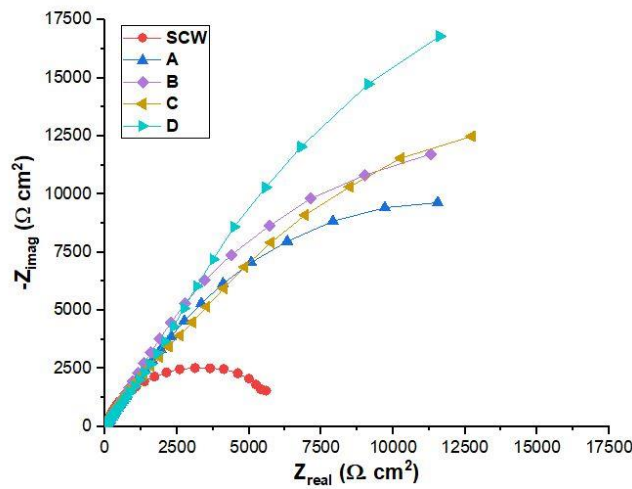
Elde edilen Nyquist eğrileri incelendiğinde benzer kapasitif döngüler sergilemişlerdir, bu da korozyon mekanizmasının değişmediğini göstermektedir. Şekil 4.50'de gösterildiği gibi, kapasitif döngü çapı SCW çözeltisine kıyasla artmış ve NiO NP'leri ağırlıkça %0,04 konsantrasyonda en iyi inhibisyon etkinliğini sergilemiştir. Düşük frekanslarda ZnO NP varlığında empedans modülünün ve korozyon korumasının bir ölçüsü olan faz açılarının arttığı açıkça görülmektedir. NiO NP'lerin varlığında, elektrot yüzeyinde koruyucu bir tabaka gelişmiş ve ağırlıkça %0,04 eklenerek hazırlanan nanoakışkan en iyi faz açısı değerini göstermiştir. Eşdeğer elektrik devresinde, çözelti direnci  $R_s$  ve iki zamanlı faz sabiti  $Q$ 'dan oluşmaktadır; burada  $Q_c$  metal/çözelti arayüzeyinde oluşan filmin kapasitansı,  $R_f$  metal yüzeyinde oluşan film direnci,  $Q_{dl}$  metal ve elektrolit arasındaki çift katmanlı kapasitans ve  $R_{ct}$  yük transfer direncini ifade etmektedir.

Çizelge 4.12. Farklı konsantrasyonlarda hazırlanan NiO NF'ler içerisindeki St37 metalinin 2 saat sonundaki EIS sonuçları.

	$R_s$ ( $\Omega \cdot \text{cm}^2$ )	$Q_c$ ( $\text{S} \cdot \text{s}^n \cdot \text{cm}^2$ )	$n_1$ $0 < n < 1$	$R_f$ ( $\Omega \cdot \text{cm}^2$ )	$Q_{dl}$ ( $\text{S} \cdot \text{s}^n \cdot \text{cm}^2$ )	$n_2$ $0 < n < 1$	$R_{ct}$ ( $\Omega \cdot \text{cm}^2$ )	IE %
SCW	447.1	1.331E-5	0.66	33.42	8,559E-5	0.77	3027	-
NiO (A)	169.5	1.334E-5	0.88	184.5	1.313E-5	0.78	9585	68.7
NiO (B)	181.3	1.335E-5	0.88	242.2	4.766E-5	0.96	17065	82.3
NiO (C)	186.7	1.269E-5	0.85	114.1	2.976E-5	0.80	20010	84.8
NiO (D)	177.8	1.897E-5	0.90	189.1	4.093E-5	0.70	30125	89.9

SCW ortamında ölçülen  $R_{ct}$  değeri  $3027 \Omega \text{ cm}^2$  iken, %0.04 NiO nanopartikül ilavesi ile bu değer  $30125 \Omega \text{ cm}^2$ 'ye yükselmiştir. NiO NP'leri metal tarafından absorbe edilerek film oluşturduğundan  $R_s$  değeri azalma eğilimi göstermiştir. Çizelge 4.12'e göre, hazırlanan nanoakışkanların  $R_{ct}$  ve  $R_f$  değerleri SCW çözeltisine kıyasla önemli ölçüde artmış ve ağırlıkça %0,04 NiO nanopartikül içeren nanoakışkan en yüksek inhibisyon verimliliğini (%IE=89,9) göstermiştir.

St37 metalinin çeşitli konsantrasyonlarda  $\text{TiO}_2$  NP'leri (yüzey aktif madde PVP) ile hazırlanan NP'lerdeki korozyon davranışını araştırmak için EIS analizi gerçekleştirilmiştir. St37 metalinin nanoakışkan çözeltisi ortamında farklı konsantrasyonlarda  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  NP'lerin etkisi EIS analiz yöntemi sonucu elde edilen Nyquist diyagramı Şekil 4.51'de gösterilmiştir.

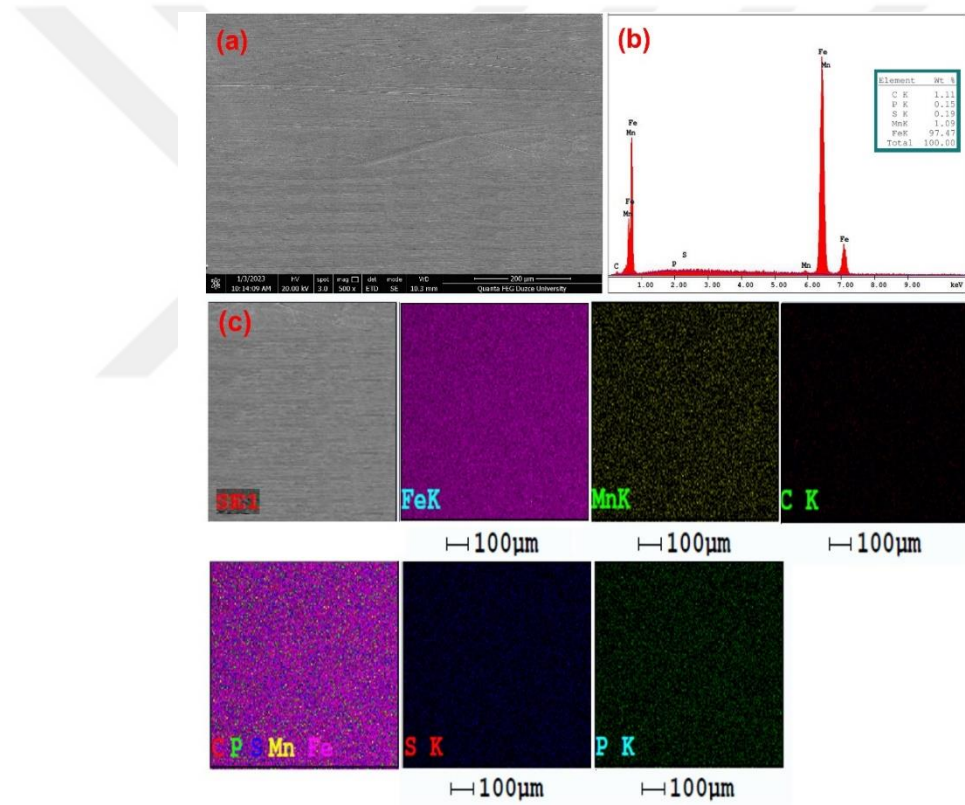


Şekil 4.51. St37 metalinin farklı konsantrasyonlarda hazırlanan  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  NF çözeltisi ortamında elde edilen Nyquist diyagramı

Elde edilen Nyquist eğrileri incelendiğinde benzer kapasitif döngüler sergilemişlerdir, bu da korozyon mekanizmasının değişmediğini göstermektedir. Şekil 4.51’de gösterildiği gibi, kapasitif döngü çapı SCW çözeltisine kıyasla artmış ve Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP’leri ağırlıkça %0,04 konsantrasyonda en iyi inhibisyon etkinliğini sergilemiştir.

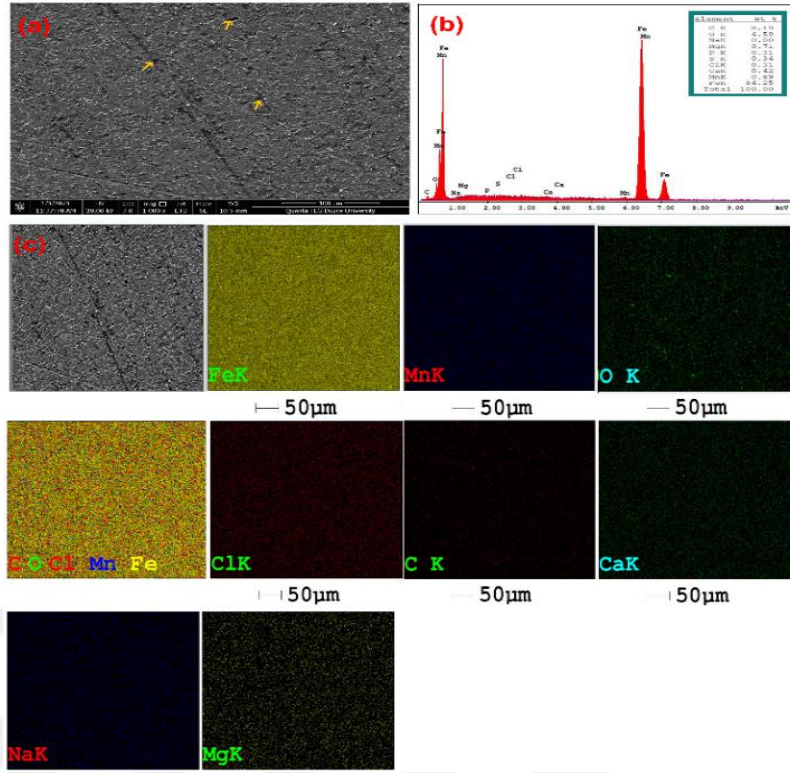
#### 4.3.2. Yüzey Morfolojisi Sonuçlarının Değerlendirilmesi

Farklı konsantrasyonlarda ZnO NP’ler ile hazırlanan NF çözeltisi ortamında St37 metalinin yüzeyinde meydana gelen morfolojik değişiklikleri gözlemek için SEM-EDX ve EDAX element haritalama mikrograf görüntüleri alınmıştır. St37 metalinin deney öncesi SEM-EDX ve EDAX element haritalama mikrograf görüntüleri Şekil 4.52’de gösterilmiştir.

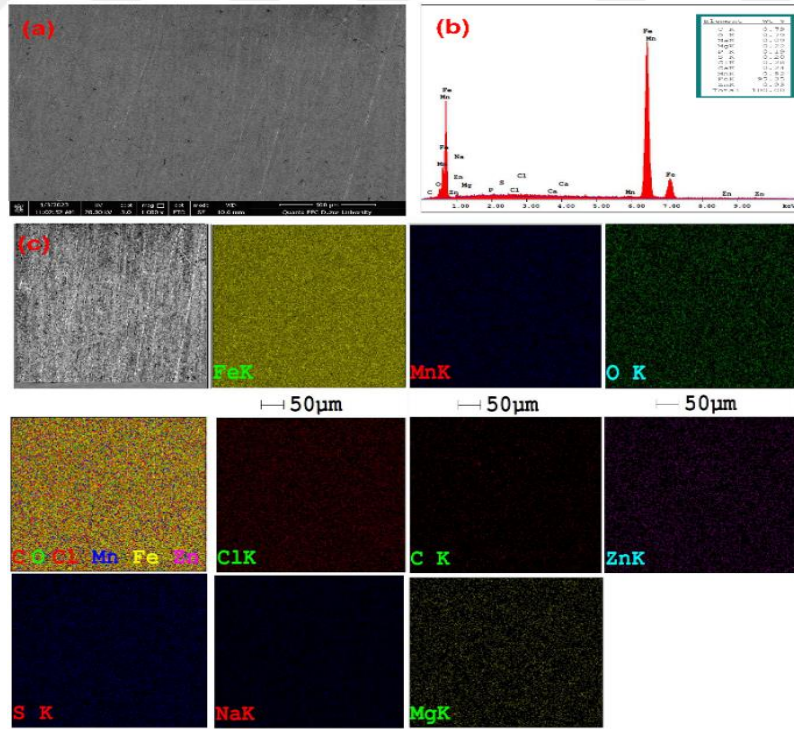


Şekil 4.52. St37 metalinin deney öncesi SEM- EDX ve EDAX element haritalama mikrografların görüntüleri.

Deney öncesi metal yüzeyinde korozyonun olmadığı ancak zımparadan kaynaklı izler görülmektedir. Deney öncesi EDX analizi sonucunda Fe miktarı %97.47 olarak belirlenmiştir.



Şekil 4.53. St37 metalinin SCW temel akışkan içerisinde deney sonrası alınan SEM-EDX ve EDAX element haritalama mikrografların görüntüleri.



Şekil 4.54. St37 metalinin %0,05 ZnO NP ilaveli hazırlanan NF içerisinde EIS deneyi sonrası alınan SEM-EDX ve EDAX element haritalama mikrograflarının görüntüleri.

Şekil 4.53(a)'da St37 metal numunesi SCW temel akışkan ciddi şekilde aşınmıştır ve tespit edilen Fe içeriği, yüzeyin korozyon ürünleri ile kaplanması nedeniyle %84,25'e düşmüştür Şekil 4.53(b). Ayrıca metal yüzeyinde korozif olan  $Cl^-$ ,  $SO_4^{2-}$  gibi anyonlara ait klor ve kükürt elementleri gözlenmiştir. Şekil 4.53(c)'de SEM ve EDX element haritalama mikrografları gösterilmektedir. EDAX element haritalama mikrografları aşınmış yüzey üzerinde eşit olarak dağılmış olup, klor elementinin varlığı açıkça görülmektedir.

Ağırlıkça %0,05 ZnO ile hazırlanan NF içine daldırılan St37 çelik numunesinin Şekil 4.54(a)'da verilen SEM görüntüsüne göre, daha önce gözlemlenen SCW temel akışkana maruz kalan numuneye kıyasla korozyon önemli ölçüde azalmıştır. Daha iyi anlaşılması için, St37 metal numunesinin yüzeyindeki elementler EDX ile değerlendirildiğinde Şekil 4.54(b), Zn elementi için düşük bir sinyal elde edilmiştir. Ayrıca, demir içeriği açısından yeni aşındırılmış çelik numuneye kıyasla demir miktarında çok az fark olduğu görülmüştür. ZnO NP'lerin varlığı yüzey alanını artırır ve yüzeyde adsorbe olma kabiliyetini geliştirir, böylece yüzey hasarının azalmasını sağlamakta ve etkili korozyon inhibisyonu sergileyerek EIS ile elde edilen deneysel sonuçları desteklemektedir.



## 5. SONUÇ

Enerji maliyetleri her geçen gün azalan kaynaklardan dolayı hızla artmaktadır. Bu sebeple hem sistemlerin verimliliğini artıracak hem de toplam enerji boyutu ve tüketimini azaltacak akıllı ve sürdürülebilir kentler kapsamında yeni tür ısıtma/soğutma sıvılarına muazzam bir ihtiyaç duyulmaktadır. Bu bağlamda tez çalışması, bazı nano metal oksitlerin sentezlenmesi, sonrasında SCW temel akışkanına ilave edilmesiyle nanoakışkanların hazırlanması ve EIS analizi ile korozyon özelliklerinin incelenmesi olmak üzere üç aşamada tamamlanmıştır. Araştırma sonucunda aşağıdaki verilere ulaşılmıştır.

- ❖ İlk aşamada, mikrodalga ve ultrasonik dalga destekli sentez metotları kullanılarak I. sıra geçiş metal oksitlerin (vanadyum ve skandiyum hariç) sentezleri gerçekleştirilmiştir. Kullanılan iki yöntem karşılaştırıldığında, elde edilen partikül boyutunda belirgin bir fark olmasa da homojen yapı için ultrasonik destekli yöntemin daha etkili olduğu tespit edilmiştir.
- ❖ Sentezleri gerçekleştirilen nano metal oksitlerin FT-IR, XRD ve EDX analizleri ile yapısal karakterizasyonları yapılmıştır. Ayrıca farklı nanometre boyutlarında SEM görüntüleri alınarak yüzey ve morfolojik özellikleri incelenmiştir.
- ❖ İkinci aşama ise, sentezlenen ve yapısal karakterizasyonu gerçekleştirilen anorganik nanopartiküller, farklı konsantrasyonlarda SCW temel akışkana ilave edilerek nanoakışkanlar hazırlanmıştır.
- ❖ İki farklı yüzey aktif madde KS ve PVP kullanılarak NF'lerin kararlılıkları artırılmıştır. Ticari ulaşılabilirlik, biyobozunabilirlik ve hidrofilik özellikleriyle NF'lerin hazırlanmasında başarılı bir şekilde kullanılabilceği bu çalışma ile literatüre katkı sağlanmıştır.
- ❖ Hazırlanan NF'lerin soğutma sistemlerinde sıklıkla kullanılan St37 çeliğine karşı korozyon inhibisyon özellikleri incelenmiştir. Nano metal oksit ilavesinin St37 çeliğinin korozyon hızını azalttığı yapılan EIS analizi ile kanıtlanmıştır.

- ❖ Tüm Nyquist eğrileri, korozyon mekanizmasının aynı kaldığını gösteren benzer kapasitif döngüler göstermiştir.
- ❖ Nanoakışkanlar, simüle edilmiş soğutma sistemi prototiplerinde, farklı nano metal oksit konsantrasyonları altında incelenerek, kimyasal korozyon davranışlarının anlaşılmasına katkıda bulunabilir.
- ❖ Isı transferi uygulamalarında kullanılan ve korozyona karşı daha hassas olan bakır ve alüminyum gibi diğer malzemelerin etkisini kontrol etmek için ileri araştırmalar ve testler yapılabilir.
- ❖ Enerji kullanımını ve ekipmanların boyutunu önemli ölçüde azalttığı göz önüne alındığında yeşil, sürdürülebilir ve akıllı şehirler için uygulanabilir nanoakışkanların geliştirilmesi özel bilgi ve disiplinler arası yaklaşımlar gerektirmektedir. Nanoakışkanların kullanıldığı sistemlerde ekonomik ve çevresel analiz (yaşam döngü değerlendirmesi) çalışmaları gibi disiplinlerarası çalışmalara ihtiyaç duyulmaktadır.

## 6. KAYNAKLAR

- [1] S. Nimesh, Nanotechnology: an introduction, içinde *Gene therapy potential applications of nanotechnology*. Birinci baskı. Elsevier, 2013, ss. 1-12.
- [2] L. Zhang, “Applications, challenges and development of nanomaterials and nanotechnology” *Journal of the Chemical Society of Pakistan*, c. 42, sayı 05, ss. 658-666, 2020.
- [3] A. Afkhami, T. Madrakian, & M. Ahmadi, Chapter 3 - Nanotechnology and analytical chemistry, A. Afkhami, T. Madrakian, and M. Ahmadi (Editors), *Analytical Nanochemistry*. Elsevier, 2023, pp. 51–65.
- [4] E. K. Hamza & S. N. Jaafar, Nanotechnology application for wireless communication system, N. M. Mubarak, S. Gopi ve P. Balakrishnan, (Editörler) *Nanotechnology for electronic applications. materials horizons: from nature to nanomaterials*. Singapore: Springer, 2022, ss. 115-130.
- [5] N. A. C. Lah, M. N. M. Zubir, & M. A. Samykano, Engineered Nanomaterial in Electronics and Electrical Industries, *Handbook of Nanomaterials for Industrial Applications*. Elsevier, 2018, pp. 324–364.
- [6] A. Sharma, D. Manocha, A. Arora, A. Kumar, C. M. Srivastava, V. Rawat, H. Kim, M. Verma, & G. K. Rao, Applications of green nanomaterials in electronic and electrical industries, *Green Nanomaterials for Industrial Applications*. Elsevier, 2022, pp. 397–421.
- [7] S. Singh, Mohd. Zeeshan, A. A. P. Khan, M. Nazim, & A. M. Asiri, Prospects and future perspective of nanomaterials for energy storage applications, *Advances in Electronic Materials for Clean Energy Conversion and Storage Applications*. Elsevier, 2023, pp. 569–578.
- [8] D. D. Dionysiou, S. C. Pillai, & S. Rtimi, “Editorial overview: Nanomaterials for energy and environmental applications: advances and recent trends”, *Current Opinion in Chemical Engineering*, 36, 100805, 2022.
- [9] *Nanomaterials for Medical Applications*, Elsevier, 2013.
- [10] A. Vladescu, M. Badea, S. C. Padmanabhan, G. Paraschiv, L. Floroian, L. Gaman, M. A. Morris, J.-L. Marty, & C. M. Cotrut, Nanomaterials for medical applications and their antimicrobial advantages, *Materials for Biomedical Engineering*. Elsevier, 2019, pp. 409–431.
- [11] A. D. Sontakke, Deepti, N. S. Samanta, & M. K. Purkait, Smart nanomaterials in the medical industry, *Advances in Smart Nanomaterials and Their Applications*. Elsevier, 2023, pp. 23–50.

- [12] S. E. Hunyadi Murph, K. J. Coopersmith, & G. K. Larsen, *Nanoscale Materials: Fundamentals and Emergent Properties*, 2017, pp. 7–28.
- [13] G. Guisbiers, S. Mejía-Rosales, & F. Leonard Deepak, “Nanomaterial Properties: Size and Shape Dependencies”, *Journal of Nanomaterials*, 2012, 1–2, 2012.
- [14] W.-H. Xu, L. Wang, Z. Guo, X. Chen, J. Liu, & X.-J. Huang, “Copper nanowires as nanoscale interconnects: their stability, electrical transport, and mechanical properties”, *ACS Nano*, 9, 241–250, 2015.
- [15] N. M. Noah, & P. M. Ndangili, “Green synthesis of nanomaterials from sustainable materials for biosensors and drug delivery”, *Sensors International*, 3, 100166, 2022.
- [16] R. Das, A. Das, I. Singha, A. Basu, & C. Bhattacharjee, An overview of nanomaterials in drug delivery application, *Reference Module in Materials Science and Materials Engineering*. Elsevier, 2023.
- [17] L. Yan, & X. Chen, Nanomaterials for Drug Delivery, *Nanocrystalline Materials*. Elsevier, 2014, pp. 221–268.
- [18] L. K. Bogart, G. Pourroy, C. J. Murphy, V. Puentes, T. Pellegrino, D. Rosenblum, D. Peer, & R. Lévy, “Nanoparticles for imaging, sensing, and therapeutic intervention”, *ACS Nano*, 8, 3107–3122, 2014.
- [19] L. Smith, Z. Kuncic, K. (Ken) Ostrikov, & S. Kumar, “Nanoparticles in cancer imaging and therapy”, *Journal of Nanomaterials*, 2012, 1–7, 2012.
- [20] Nanostructured Materials for Solar Cell Applications, MDPI, 2022.
- [21] Y. S. Prasanna, & S. S. Deshmukh, “Significance of nanomaterials in solar energy storage applications”, *Materials Today: Proceedings*, 38, 2633–2638, 2021.
- [22] J. Wan, T. Song, C. Flox, J. Yang, Q.-H. Yang, & X. Han, “Advanced nanomaterials for energy-related applications”, *Journal of Nanomaterials*, 2015, 1–2, 2015.
- [23] G. Manik, & S. Kumar Sahoo, eds., *Applications of nanomaterials in energy storage and electronics*, Bentham science publishers, 2022.
- [24] T. Arfin, & A. Tarannum, Engineered nanomaterials for industrial application, *Handbook of Nanomaterials for Industrial Applications*. Elsevier, 2018, pp. 127–134.
- [25] H. Kangas, & M. Pitkänen, Nanomaterials in industry—How to assess the safety?, *Industrial Applications of Nanomaterials*. Elsevier, 2019, pp. 1–27.
- [26] R. M. Richards, Introduction to nanoscale materials in chemistry, Edition II, *Nanoscale Materials in Chemistry*. Wiley, 2009, pp. 1–14.

- [27] R. Jelinek, *Nanoparticles*, De Gruyter, 2015.
- [28] M. Özdiñer, S. Durmuş, & A. Dalmaz, “Magnetic spinel-type  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  nanoparticles: Synthesis and investigation of structural, morphological properties”, *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 21, 311, 2017.
- [29] L. Chen, J. Xie, H. Wu, F. Zang, M. Ma, Z. Hua, N. Gu, & Y. Zhang, “Improving sensitivity of magnetic resonance imaging by using a dual-targeted magnetic iron oxide nanoprobe”, *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 161, 339–346, 2018.
- [30] D. Pratap, & S. Soni, “Review on the optical properties of nanoparticle aggregates towards the therapeutic applications”, *Plasmonics*, 16, 1495–1513, 2021.
- [31] M. N. Siddique, T. Ali, A. Ahmed, & P. Tripathi, “Enhanced electrical and thermal properties of pure and Ni substituted ZnO Nanoparticles”, *Nano-Structures & Nano-Objects*, 16, 156–166, 2018.
- [32] D. Coetzee, M. Venkataraman, J. Militky, & M. Petru, “Influence of Nanoparticles on Thermal and Electrical Conductivity of Composites”, *Polymers*, 12, 742, 2020.
- [33] Q. Li, B. Lin, W. Li, C. Zhai, & C. Zhu, “Explosion characteristics of nano-aluminum powder–air mixtures in 20L spherical vessels”, *Powder Technology*, 212, 303–309, 2011.
- [34] M. Benelmekki, *Introduction to nanoparticles and nanotechnology, Designing Hybrid Nanoparticles (Second Edition)*. IOP Publishing, 2021.
- [35] H. Pulikkalparambil, D. Phothisarattana, K. Promhuad, & N. Harnkarnsujarit, “Effect of silicon dioxide nanoparticle on microstructure, mechanical and barrier properties of biodegradable PBAT/PBS food packaging”, *Food Bioscience*, 55, 103023, 2023.
- [36] A. Campos, N. Troc, E. Cottancin, M. Pellarin, H. C. Weissker, J. Lermé, M. Kociak, & M. Hillenkamp, “Plasmonic quantum size effects in silver nanoparticles are dominated by interfaces and local environments”, *Nature Physics*, 15, 275–280, 2019.
- [37] L. Zhang, M. D’Acunzi, M. Kappl, A. Imhof, A. van Blaaderen, H.-J. Butt, R. Graf, & D. Vollmer, “Tuning the mechanical properties of silica microcapsules”, *Physical Chemistry Chemical Physics*, 12, 15392, 2010.
- [38] P. G. Jamkhande, N. W. Ghule, A. H. Bamer, & M. G. Kalaskar, “Metal nanoparticles synthesis: An overview on methods of preparation, advantages and disadvantages, and applications”, *Journal of Drug Delivery Science and Technology*, 53, 2019.
- [39] M. S. Chavali, & M. P. Nikolova, “Metal oxide nanoparticles and their applications in nanotechnology”, *SN Applied Sciences*, 1, 2019.
- [40] M. P. Nikolova, & M. S. Chavali, “Metal oxide nanoparticles as biomedical

- materials”, *Biomimetics*, 5, 2020.
- [41] S. Marouzi, Z. Sabouri, & M. Darroudi, “Greener synthesis and medical applications of metal oxide nanoparticles”, *Ceramics International*, 47, 19632–19650, 2021.
- [42] O. Monday, A. Suprakas, & S. Ray, Engineering materials nanostructured metal-oxide electrode materials for water purification fabrication, *Electrochemistry and Applications*, Erişim: <http://www.springer.com/series/4288>.
- [43] A. Thakur, D. Chahar, & P. Thakur, Synthesis of nanomaterials by biological route, *Synthesis and Applications of Nanoparticles*. Singapore: Springer Nature Singapore, 2022, pp. 77–119.
- [44] S. Taneja, P. Punia, P. Thakur, & A. Thakur, Synthesis of nanomaterials by chemical route, *Synthesis and Applications of Nanoparticles*. Singapore: Springer Nature Singapore, 2022, pp. 61–76.
- [45] L. Krishnia, P. Thakur, & A. Thakur, Synthesis of nanoparticles by physical route, *synthesis and applications of nanoparticles*. Singapore: Springer Nature Singapore, 2022, pp. 45–59.
- [46] D. Gnanasangeetha, & M. Suresh, “A review on green synthesis of metal and metal oxide nanoparticles”, *Nature Environment and Pollution Technology*, 19, 2020.
- [47] F. Achouri, S. Corbel, L. Balan, K. Mozet, E. Giroto, G. Medjahdi, M. Ben Said, A. Ghrabi, & R. Schneider, “Porous Mn-doped ZnO nanoparticles for enhanced solar and visible light photocatalysis”, *Materials & Design*, 101, 309–316, 2016.
- [48] M. Chauhan, & V. Kumar Singh, “Hydrothermally grown ZnO nanorods based optical fiber sensor for salinity detection”, *Measurement*, 203, 111913, 2022.
- [49] P. Moravec, J. Smolík, H. Keskinen, J. M. Mäkelä, S. Bakardjieva, & V. V. Leviansky, “NiO<sub>x</sub> nanoparticle synthesis by chemical vapor deposition from nickel acetylacetonate”, *Materials Sciences and Applications*, 02, 258–264, 2011.
- [50] S. V. Nagirnyak, V. A. Lutz, T. A. Dontsova, & I. M. Astrelin, “Synthesis and characterization of Tin(IV) oxide obtained by chemical vapor deposition method”, *Nanoscale Research Letters*, 11, 2016.
- [51] J. Stubbing, J. Brown, & G. J. Price, “Sonochemical production of nanoparticle metal oxides for potential use in dentistry”, *Ultrasonics Sonochemistry*, 35, 646–654, 2017.
- [52] A. B. Patil, & B. M. Bhanage, Sonochemistry: A greener protocol for nanoparticles synthesis, *Handbook of Nanoparticles*. Cham: Springer International Publishing, 2016, pp. 143–166.
- [53] A. Gedanken, “Using sonochemistry for the fabrication of nanomaterials”, *Ultrasonics Sonochemistry*, 11, 47–55, 2004.

- [54] M. Nüchter, B. Ondruschka, W. Bonrath, & A. Gum, “Microwave assisted synthesis – a critical technology overview”, *Green Chem.*, 6, 128–141, 2004.
- [55] I. Bilecka, & M. Niederberger, “Microwave chemistry for inorganic nanomaterials synthesis”, *Nanoscale*, 2, 1358, 2010.
- [56] Z. Yin, S. Li, X. Li, W. Shi, W. Liu, Z. Gao, M. Tao, C. Ma, & Y. Liu, “A review on the synthesis of metal oxide nanomaterials by microwave induced solution combustion”, *RSC Advances*, 13, 3265–3277, 2023.
- [57] T. A. Saleh, S. Majeed, A. Nayak, & B. Bhushan, Principles and advantages of microwave-assisted methods for the synthesis of nanomaterials for water purification, pp. 40–57.
- [58] D. Bokov, A. Turki Jalil, S. Chupradit, W. Suksatan, M. Javed Ansari, I. H. Shewael, G. H. Valiev, & E. Kianfar, “Nanomaterial by sol-gel method: synthesis and application”, *Advances in Materials Science and Engineering*, 2021, 1–21, 2021.
- [59] M. Parashar, V. K. Shukla, & R. Singh, “Metal oxides nanoparticles via sol-gel method: a review on synthesis, characterization and applications”, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 31, 3729–3749, 2020.
- [60] M. Aziz, S. Saber Abbas, & W. R. Wan Baharom, “Size-controlled synthesis of SnO<sub>2</sub> nanoparticles by sol-gel method”, *Materials Letters*, 91, 31–34, 2013.
- [61] N. N. M. Zorkipli, N. H. M. Kaus, & A. A. Mohamad, “Synthesis of nio nanoparticles through sol-gel method”, *Procedia Chemistry*, 19, 626–631, 2016.
- [62] M. Mukhtar, L. Munisa, & R. Saleh, “Co-precipitation synthesis and characterization of nanocrystalline zinc oxide particles doped with Cu<sup>2+</sup>; Ions”, *Materials Sciences and Applications*, 03, 543–551, 2012.
- [63] V. Ratchagar, M. Muralidharan, M. Silambarasan, K. Jagannathan, P. Kamaraj, S. K. Subbiah, P. A. Vivekanand, G. Periyasami, M. Rahaman, P. Karthikeyan, & G. Gonfa, “Coprecipitation methodology synthesis of cobalt-oxide nanomaterials influenced by ph conditions: opportunities in optoelectronic applications”, *International Journal of Photoenergy*, 2023, 1–9, 2023.
- [64] S. Patil, & S. Jagadale, Co-precipitation methods for the synthesis of metal oxide nanostructures, *Solution Methods for Metal Oxide Nanostructures*. Elsevier, 2023, pp. 39–60.
- [65] Ö. A. Yıldırım, & C. Durucan, “Synthesis of zinc oxide nanoparticles elaborated by microemulsion method”, *Journal of Alloys and Compounds*, 506, 944–949, 2010.
- [66] L. Chen, W. Kong, J. Yao, H. Zhang, B. Gao, Y. Li, H. Bu, A. Chang, & C. Jiang, “Synthesis and characterization of Mn–Co–Ni–O ceramic nanoparticles by reverse microemulsion method”, *Ceramics International*, 41, 2847–2851, 2015.

- [67] A. Cid, Synthesis of NPs by Microemulsion Method, *Microemulsion - a Chemical Nanoreactor*. IntechOpen, 2018.
- [68] B. Bulcha, J. Leta Tesfaye, D. Anatol, R. Shanmugam, L. P. Dwarampudi, N. Nagaprasad, V. L. N. Bhargavi, & R. Krishnaraj, “Synthesis of zinc oxide nanoparticles by hydrothermal methods and spectroscopic investigation of ultraviolet radiation protective properties”, *Journal of Nanomaterials*, 2021, 1–10, 2021.
- [69] G. Seong, & J. C. Rendón-Angeles, eds., hydrothermal synthesis of nanoparticles, MDPI, 2023.
- [70] Y. X. Gan, A. H. Jayatissa, Z. Yu, X. Chen, & M. Li, “Hydrothermal Synthesis of Nanomaterials”, *Journal of Nanomaterials*, 2020, 1–3, 2020.
- [71] N. Joshi, D. K. Pandey, B. G. Mistry, & D. K. Singh, Metal Oxide Nanoparticles: Synthesis, Properties, Characterization, and Applications, *Nanomaterials*. Singapore: Springer Nature Singapore, 2023, pp. 103–144.
- [72] A. M. Negrescu, M. S. Killian, S. N. V. Raghu, P. Schmuki, A. Mazare, & A. Cimpean, “Metal Oxide Nanoparticles: Review of Synthesis, Characterization and Biological Effects”, *Journal of Functional Biomaterials*, 13, 274, 2022.
- [73] J. A. Eastman, Enhancing thermal conductivity of fluids with nanoparticles, Erişim: <https://www.researchgate.net/publication/236353373>.
- [74] D. S. Udawattha, M. Narayana, & U. P. L. Wijayarathne, “Predicting the effective viscosity of nanofluids based on the rheology of suspensions of solid particles”, *Journal of King Saud University - Science*, 31, 412–426, 2019.
- [75] M. F. Nabil, W. H. Azmi, K. A. Hamid, N. N. M. Zawawi, G. Priyandoko, & R. Mamat, “Thermo-physical properties of hybrid nanofluids and hybrid nanolubricants: A comprehensive review on performance”, *International Communications in Heat and Mass Transfer*, 83, 30–39, 2017.
- [76] M. Gupta, V. Singh, R. Kumar, & Z. Said, “A review on thermophysical properties of nanofluids and heat transfer applications”, *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 74, 638–670, 2017.
- [77] A. Bakhtyari, & M. Mofarahi, Thermophysical properties of nanofluids, *Nanofluids and Mass Transfer*. Elsevier, 2022, pp. 39–96.
- [78] V. Fuskele, & R. M. Sarviya, “Recent developments in Nanoparticles synthesis, preparation and stability of nanofluids”, *materials today: proceedings*, 4, 4049–4060, 2017.
- [79] M. R. Kiani, M. Meshksar, M. A. Makarem, & M. R. Rahimpour, Preparation, stability, and characterization of nanofluids, *Nanofluids and Mass Transfer*. Elsevier, 2022, pp. 21–38.

- [80] M. Jama, T. Singh, S. M. Gamaleldin, M. Koc, A. Samara, R. J. Isaifan, & M. A. Atieh, “Critical review on nanofluids: preparation, characterization, and applications”, *Journal of Nanomaterials*, 2016, 1–22, 2016.
- [81] U. S. Shenoy, & A. N. Shetty, “A simple single-step approach towards synthesis of nanofluids containing cuboctahedral cuprous oxide particles using glucose reduction”, *Frontiers of Materials Science*, 12, 74–82, 2018.
- [82] H. Zhu, Y. Lin, & Y. Yin, “A novel one-step chemical method for preparation of copper nanofluids”, *Journal of Colloid and Interface Science*, 277, 100–103, 2004.
- [83] E. Journal, Scholars Research Library Synthesis, characterization of TiO<sub>2</sub> nano powder and water based nanofluids using two step method, Erişim: [www.scholarsresearchlibrary.com](http://www.scholarsresearchlibrary.com).
- [84] S. Suresh, K. P. Venkitaraj, P. Selvakumar, & M. Chandrasekar, “Synthesis of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–Cu/water hybrid nanofluids using two step method and its thermo physical properties”, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 388, 41–48, 2011.
- [85] S. Chakraborty, & P. K. Panigrahi, “Stability of nanofluid: A review”, *Applied Thermal Engineering*, 174, 115259, 2020.
- [86] W. Yu, & H. Xie, “A review on nanofluids: preparation, stability mechanisms, and applications”, *Journal of Nanomaterials*, 2012, 1–17, 2012.
- [87] H. Chang, X. Q. Chen, C. S. Jwo, & S. L. Chen, “Electrostatic and sterical stabilization of CuO nanofluid prepared by vacuum arc spray nanofluid synthesis system (ASNSS)”, *Materials Transactions*, 50, 2098–2103, 2009.
- [88] K. Krishna Varma, K. Venkateswarlu, P. Durga Prasad, & U. K. Nutakki, “Prediction of stability parameters of ferric oxide nanofluids using response surface methodology based on desirability approach”, *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part E: Journal of Process Mechanical Engineering*, 095440892311515, 2023.
- [89] C. Anushree, & J. Philip, “Assessment of long term stability of aqueous nanofluids using different experimental techniques”, *Journal of Molecular Liquids*, 222, 350–358, 2016.
- [90] M. Sahooli, & S. Sabbaghi, “Investigation of thermal properties of CuO nanoparticles on the ethylene glycol–water mixture”, *Materials Letters*, 93, 254–257, 2013.
- [91] A. K. Singh, & V. S. Raykar, “Microwave synthesis of silver nanofluids with polyvinylpyrrolidone (PVP) and their transport properties”, *Colloid and Polymer Science*, 286, 1667–1673, 2008.
- [92] A. Ghadimi, R. Saidur, & H. S. C. Metselaar, “A review of nanofluid stability properties and characterization in stationary conditions”, *International Journal of*

*Heat and Mass Transfer*, 54, 4051–4068, 2011.

- [93] M. Z. Sharif, W. H. Azmi, A. A. M. Redhwan, N. N. M. Zawawi, & R. Mamat, “Improvement of nanofluid stability using 4-step uv-vis spectral absorbency analysis”, *Journal of Mechanical Engineering*, 4, 233–247, 2017.
- [94] D.-E. A. Mansour, & E. G. Atiya, Application of UV/Vis spectroscopy to assess the stability of oil-based nanofluids, *2016 IEEE Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (CEIDP)*. IEEE, 2016, pp. 671–674.
- [95] X. Yang, & Z. Liu, “A kind of nanofluid consisting of surface-functionalized nanoparticles”, *Nanoscale Research Letters*, 5, 1324–1328, 2010.
- [96] A. Asadi, F. Pourfattah, I. Miklós Szilágyi, M. Afrand, G. Żyła, H. Seon Ahn, S. Wongwises, H. Minh Nguyen, A. Arabkoohsar, & O. Mahian, “Effect of sonication characteristics on stability, thermophysical properties, and heat transfer of nanofluids: A comprehensive review”, *Ultrasonics Sonochemistry*, 58, 104701, 2019.
- [97] M. Sandhya, D. Ramasamy, K. Sudhakar, K. Kadirgama, & W. S. W. Harun, “Ultrasonication an intensifying tool for preparation of stable nanofluids and study the time influence on distinct properties of graphene nanofluids – A systematic overview”, *Ultrasonics Sonochemistry*, 73, 105479, 2021.
- [98] R. Choudhary, D. Khurana, A. Kumar, & S. Subudhi, “Stability analysis of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/water nanofluids”, *Journal of Experimental Nanoscience*, 12, 140–151, 2017.
- [99] H. Zhang, S. Qing, Y. Zhai, X. Zhang, & A. Zhang, “The changes induced by pH in TiO<sub>2</sub>/water nanofluids: Stability, thermophysical properties and thermal performance”, *Powder Technology*, 377, 748–759, 2021.
- [100] P. Kumar Kanti, P. Sharma, K. V. Sharma, & M. P. Maiya, “The effect of pH on stability and thermal performance of graphene oxide and copper oxide hybrid nanofluids for heat transfer applications: Application of novel machine learning technique”, *Journal of Energy Chemistry*, 82, 359–374, 2023.
- [101] H. Zhang, S. Qing, Q. Gui, X. Zhang, & A. Zhang, “Effects of surface modification and surfactants on stability and thermophysical properties of TiO<sub>2</sub>/water nanofluids”, *Journal of Molecular Liquids*, 349, 118098, 2022.
- [102] B. Truong, L.-W. Hu, & J. Buongiorno, Surface modifications using nanofluids for nucleate boiling heat transfer and chf enhancements, *ASME 2008 6th International Conference on nanochannels, microchannels, and minichannels*. 2008, pp. 561–567.
- [103] Z. Said, M. A. Sohail, R. Walvekar, & C. Liu, “Impact of sonication durations on thermophysical properties, contact angle and surface tension of f-MWCNTs nanofluid for heat transfer”, *Journal of Molecular Liquids*, 358, 119164, 2022.

- [104] I. M. Mahbulul, E. B. Elcioglu, R. Saidur, & M. A. Amalina, “Optimization of ultrasonication period for better dispersion and stability of TiO<sub>2</sub>–water nanofluid”, *Ultrasonics Sonochemistry*, 37, 360–367, 2017.
- [105] M. Alktranee, & P. Bencs, “Factors affecting nanofluids behaviour: A review”, *International Review of Applied Sciences and Engineering*, 14, 241–255, 2023.
- [106] P. Sivashanmugam, Application of Nanofluids in Heat Transfer, *An Overview of Heat Transfer Phenomena*. InTech, 2012.
- [107] A. M. Hussein, R. A. Bakar, K. Kadirgama, & K. V. Sharma, “Heat transfer enhancement using nanofluids in an automotive cooling system”, *International Communications in Heat and Mass Transfer*, 53, 195–202, 2014.
- [108] J. Patel, A. Soni, D. P. Barai, & B. A. Bhanvase, “A minireview on nanofluids for automotive applications: Current status and future perspectives”, *Applied Thermal Engineering*, 219, 119428, 2023.
- [109] S. D. Shelare, K. R. Aglawe, M. S. Matey, K. S. Shelke, & C. N. Sakhale, “Preparation, applications, challenges and future prospects of nanofluid materials with a solar systems in the last decade”, *Materials Today: Proceedings*, 2023.
- [110] M. Izadi, & M. El Haj Assad, Use of nanofluids in solar energy systems, *Design and performance optimization of renewable energy systems*. Elsevier, 2021, pp. 221–250.
- [111] A. Wahab, A. Hassan, M. A. Qasim, H. M. Ali, H. Babar, & M. U. Sajid, “Solar energy systems – Potential of nanofluids”, *Journal of Molecular Liquids*, 289, 111049, 2019.
- [112] R. Barai, D. Kumar, A. Wankhade, & M. Kilic, “Heat transfer performance of nanofluids in heat exchanger: a review”, 9, 86–106, 2023.
- [113] “S. S. Sedarous & C. D. Attlesey “Nanofluids for use in cooling electronics” A.B.D. Patent US20120186789A1, 26 Haziran, 2012.
- [114] J Routbort, “Argonne national lab. Michellin North America: St. Gobain Corp.”, 2009.
- [115] B. Bakthavatchalam, K. Habib, R. Saidur, & B. B. Saha, “Cooling performance analysis of nanofluid assisted novel photovoltaic thermoelectric air conditioner for energy efficient buildings”, *Applied Thermal Engineering*, 213, 118691, 2022.
- [116] Y. Ding, H. Alias, D. Wen, & R. A. Williams, “Heat transfer of aqueous suspensions of carbon nanotubes (CNT nanofluids)”, *International Journal of Heat and Mass Transfer*, 49, 240–250, 2006.
- [117] Z. A. Alrowaili, M. Ezzeldien, N. M. Shaaalan, E. Hussein, & M. A. Sharafeldin, “Investigation of the effect of hybrid CuO-Cu/water nanofluid on the solar thermal energy storage system”, *Journal of Energy Storage*, 50, 104675, 2022.

- [118] S.-C. Tzeng, C.-W. Lin, & K. D. Huang, “Heat transfer enhancement of nanofluids in rotary blade coupling of four-wheel-drive vehicles”, *Acta Mechanica*, 179, 11–23, 2005.
- [119] O. Mahian, E. Bellos, C. N. Markides, R. A. Taylor, A. Alagumalai, L. Yang, C. Qin, B. J. Lee, G. Ahmadi, M. R. Safaei, & S. Wongwises, “Recent advances in using nanofluids in renewable energy systems and the environmental implications of their uptake”, *Nano Energy*, 86, 106069, 2021.
- [120] Z. Said, M. Iqbal, A. Mehmood, T. T. Le, H. M. Ali, D. N. Cao, P. Q. P. Nguyen, & N. D. K. Pham, “Nanofluids-based solar collectors as sustainable energy technology towards net-zero goal: Recent advances, environmental impact, challenges, and perspectives”, *Chemical Engineering and Processing - Process Intensification*, 191, 109477, 2023.
- [121] L. H. Kumar, S. N. Kazi, H. H. Masjuki, & M. N. M. Zubir, “A review of recent advances in green nanofluids and their application in thermal systems”, *Chemical Engineering Journal*, 429, 132321, 2022.
- [122] F. A. Boyaghchi, M. Chavoshi, & V. Sabeti, “Optimization of a novel combined cooling, heating and power cycle driven by geothermal and solar energies using the water/CuO (copper oxide) nanofluid”, *Energy*, 91, 685–699, 2015.
- [123] M. A. Sharafeldin, G. Gróf, E. Abu-Nada, & O. Mahian, “Evacuated tube solar collector performance using copper nanofluid: Energy and environmental analysis”, *Applied Thermal Engineering*, 162, 114205, 2019.
- [124] J. P. A. Jose, A. Shrivastava, P. K. Soni, N. Hemalatha, S. Alshahrani, C. A. Saleel, A. Sharma, S. Shaik, & I. M. Alarifi, “An analysis of the effects of nanofluid-based serpentine tube cooling enhancement in solar photovoltaic cells for green cities”, *Journal of Nanomaterials*, 2023, 1–15, 2023.
- [125] O. Opel, M. Wiegand, K. Neumann, M. Zargari, & S. Plesser, “Corrosion in heating and cooling water circuits - a field study”, *Energy Procedia*, 155, 359–366, 2018.
- [126] B. Yang, Corrosion monitoring in cooling water systems using differential flow cell technique, *Techniques for Corrosion Monitoring*. Elsevier, 2021, pp. 499–523.
- [127] M. El Amine Ben Seghier, B. Keshtegar, K. F. Tee, T. Zayed, R. Abbassi, & N. T. Trung, “Prediction of maximum pitting corrosion depth in oil and gas pipelines”, *Engineering Failure Analysis*, 112, 104505, 2020.
- [128] J. K. Odusote, T. B. Asafa, J. G. Oseni, A. A. Adeleke, A. A. Adediran, R. A. Yahya, J. M. Abdul, & S. A. Adedayo, “Inhibition efficiency of gold nanoparticles on corrosion of mild steel, stainless steel and aluminium in 1M HCl solution”, *Materials Today: Proceedings*, 38, 578–583, 2021.
- [129] M. Braut, L. González-Fernández, A. Kosinska, Y. Grosu, P. Kosinski, & B. V. Balakin, “Experimental investigation of erosion due to nanofluids”, *Wear*, 502–503, 204378, 2022.

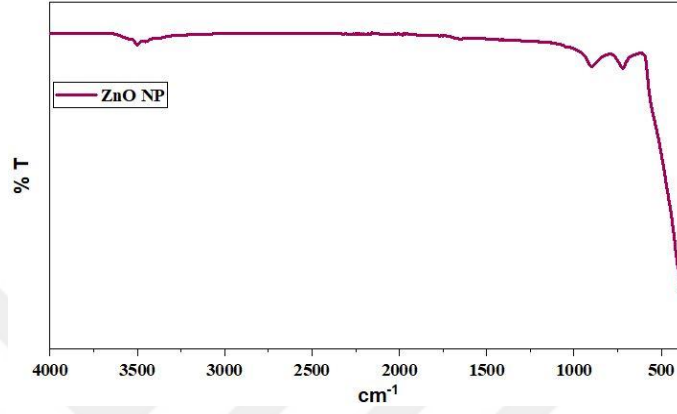
- [130] R. Bubbico, G. P. Celata, F. D'Annibale, B. Mazzarotta, & C. Menale, "Experimental analysis of corrosion and erosion phenomena on metal surfaces by nanofluids", *Chemical Engineering Research and Design*, 104, 605–614, 2015.
- [131] J. Wang, G. Li, T. Li, M. Zeng, & B. Sundén, "Effect of various surfactants on stability and thermophysical properties of nanofluids", *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 143, 4057–4070, 2021.
- [132] Y. Xuan, Q. Li, & P. Tie, "The effect of surfactants on heat transfer feature of nanofluids", *Experimental Thermal and Fluid Science*, 46, 259–262, 2013.
- [133] S. Mukherjee, P. C. Mishra, S. Chakrabarty, & P. Chaudhuri, "Effects of sonication period on colloidal stability and thermal conductivity of SiO<sub>2</sub>-water nanofluid: an experimental investigation", *Journal of Cluster Science*, 33, 1763–1771, 2022.
- [134] S. Xie, Y. Zhang, Y. Song, F. Ge, X. Huang, H. Ge, & Y. Zhao, "Comparison of the corrosion behavior of brass in TiO<sub>2</sub> and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanofluids", *Nanomaterials*, 10, 2020.
- [135] M. Ozdincer, & S. Durmus, "Fabrication, characterization and corrosion inhibition properties of SCW-based ZnO nanofluids", *Chemical Engineering Communications*, basımda.
- [136] S. Fotowat, S. Askar, M. Ismail, & A. Fartaj, "A study on corrosion effects of a water based nanofluid for enhanced thermal energy applications", *Sustainable Energy Technologies and Assessments*, 24, 39–44, 2017.
- [137] D. H. Abdeen, M. A. Atieh, B. Merzougui, & W. Khalfaoui, "Corrosion evaluation of 316L stainless steel in CNT-water nanofluid: effect of cnts loading", *Materials*, 12, 1634, 2019.
- [138] J. Y. Sha, H. H. Ge, C. Wan, L. T. Wang, S. Y. Xie, X. J. Meng, & Y. Z. Zhao, "Corrosion inhibition behaviour of sodium dodecyl benzene sulphonate for brass in an Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanofluid and simulated cooling water", *Corrosion Science*, 148, 123–133, 2019.
- [139] M. Rizvi, H. Gerengi, S. Kaya, I. Uygur, M. Yıldız, I. Sarioğlu, Z. Cingiz, M. Mielniczek, & B. El Ibrahimy, "Sodium nitrite as a corrosion inhibitor of copper in simulated cooling water", *Scientific Reports*, 11, 1–16, 2021.
- [140] M. Cherecheş, D. Bejan, E. I. Cherecheş, & A. A. Minea, "Experimental studies on several properties of PEG 400 and MWCNT nano-enhanced PEG 400 fluids", *Journal of Molecular Liquids*, 356, 119049, 2022.
- [141] K. Manjunath, T. N. Ravishankar, D. Kumar, K. P. Priyanka, T. Varghese, H. R. Naika, H. Nagabhushana, S. C. Sharma, J. Dupont, T. Ramakrishnappa, & G. Nagaraju, "Facile combustion synthesis of ZnO nanoparticles using *Cajanus cajan* (L.) and its multidisciplinary applications", *Materials Research Bulletin*, 57, 325–334, 2014.
- [142] S. Rajan, A. Venugopal, H. Kozhikkalathil, S. Valappil, M. Kale, M. Mann, P.

- Ahuja, & S. Munjal, “Synthesis of ZnO nanoparticles by precipitation method: Characterizations and applications in decipherment of latent fingerprints”, *Materials Today: Proceedings*, 2023.
- [143] A. Mehta, J. P. Pandey, & G. Sen, “Synthesis of Diallyl dimethyl ammonium chloride grafted polyvinyl pyrrolidone (PVP-g-DADMAC) and its applications”, *Materials Science and Engineering: B*, 263, 114750, 2021.
- [144] M. De Santis, V. Langlais, L. Martinelli, T. Mocellin, S. Pairis, & X. Torrelles, “X-ray diffraction study of epitaxial CuO nanostructures obtained through post-deposition annealing of Cu on SrTiO<sub>3</sub>(001)”, *Thin Solid Films*, 780, 139965, 2023.
- [145] S. M. Abdelbasir, D. A. Rayan, & M. M. Ismail, “Synthesis of Cu and CuO nanoparticles from e-waste and evaluation of their antibacterial and photocatalytic properties”, *Environmental Science and Pollution Research*, 30, 89690–89704, 2023.
- [146] Z. T. Khodair, N. M. Ibrahim, T. J. Kadhim, & A. M. Mohammad, “Synthesis and characterization of nickel oxide (NiO) nanoparticles using an environmentally friendly method, and their biomedical applications”, *Chemical Physics Letters*, 797, 139564, 2022.
- [147] F. Motahari, M. R. Mozdianfard, & M. Salavati-Niasari, “Synthesis and adsorption studies of NiO nanoparticles in the presence of H2acacen ligand, for removing Rhodamine B in wastewater treatment”, *Process Safety and Environmental Protection*, 93, 282–292, 2015.
- [148] C. Rajeevgandhi, K. Sathiyamurthy, L. Guganathan, S. Savithiri, S. Bharanidharan, & K. Mohan, “Experimental and theoretical investigations on the spinel structure of Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles synthesized via simple co-precipitation method”, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 31, 16769–16779, 2020.
- [149] G. Murugadoss, G. Manibalan, S. Hazra, M. Rajesh Kumar, J. R. Rajabathar, & H. M. Yadav, “Electrochemical determination of hydrazine using facilely synthesized Sn-decorated  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles modified electrode”, *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 33, 13593–13603, 2022.
- [150] E. Paulson, & M. Jothibas, “Significance of thermal interfacing in hematite ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) nanoparticles synthesized by sol-gel method and its characteristics properties”, *Surfaces and Interfaces*, 26, 101432, 2021.
- [151] R. Vignesh, C. N. Prabha, R. Sivakumar, & C. Sanjeeviraja, “Optical constants, optical dispersion and group index parameters of Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub> thin films”, *Physica B: Condensed Matter*, 624, 413431, 2022.
- [152] B. T. Sone, E. Manikandan, A. Gurib-Fakim, & M. Maaza, “Single-phase  $\alpha$ -Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles’ green synthesis using *Callistemon viminalis*’ red flower extract”, *Green Chemistry Letters and Reviews*, 9, 85–90, 2016.
- [153] S. A. David, A. Doss, & R. P. P. Pole, “Biosynthesis of chromium oxide

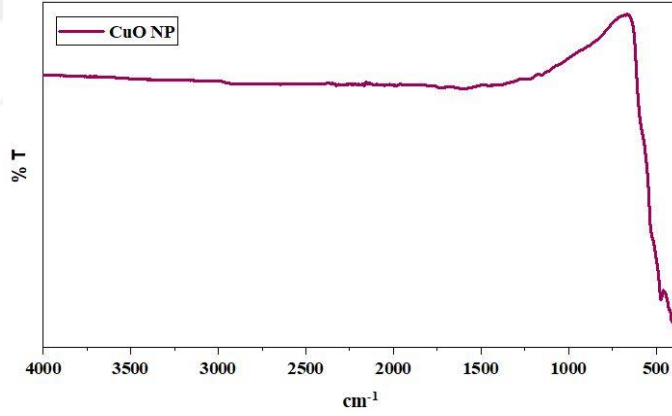
- nanoparticles by *Momordica charantia* leaf extract: Characterization and their Antibacterial Activities”, *Results in Surfaces and Interfaces*, 11, 100120, 2023.
- [154] M. Salavati-Niasari, & A. Khansari, “Synthesis and characterization of  $\text{Co}_3\text{O}_4$  nanoparticles by a simple method”, *Comptes Rendus Chimie*, 17, 352–358, 2014.
- [155] K. P. Latha, C. Prema, & S. M. Sundar, “Synthesis and characterization of cobalt oxide nanoparticles”, *Journal of Nanoscience and Technology*, 4, 475–477, 2018.
- [156] Y. Lv, Y. Li, & W. Shen, “Synthesis of  $\text{Co}_3\text{O}_4$  nanotubes and their catalytic applications in CO oxidation”, *Catalysis Communications*, 42, 116–120, 2013.
- [157] L. Zhu, X. Zeng, X. Li, B. Yang, & R. Yu, “Hydrothermal synthesis of magnetic  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ /graphene composites with good electromagnetic microwave absorbing performances”, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 426, 114–120, 2017.

## 7. EKLER

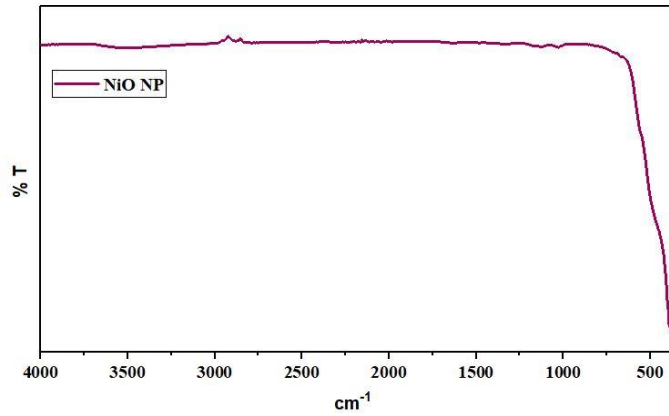
### 7.1. EK 1: ULTRASONİK DESTEKLİ BİRLİKTE ÇÖKTÜRME METODUNA AİT FT-IR SPEKTRUMLARI



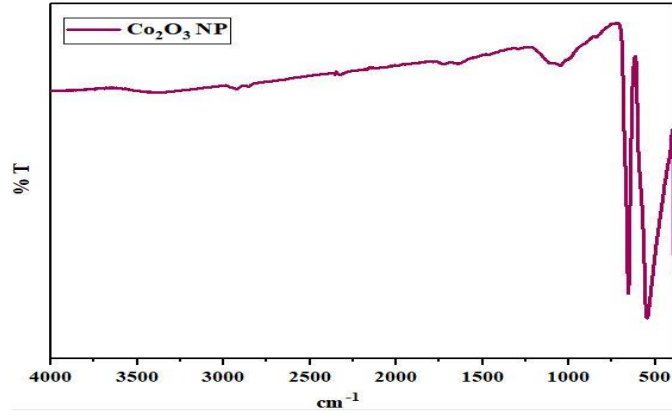
Şekil 7.1. ZnO NP'lerine ait FT-IR spektrumu.



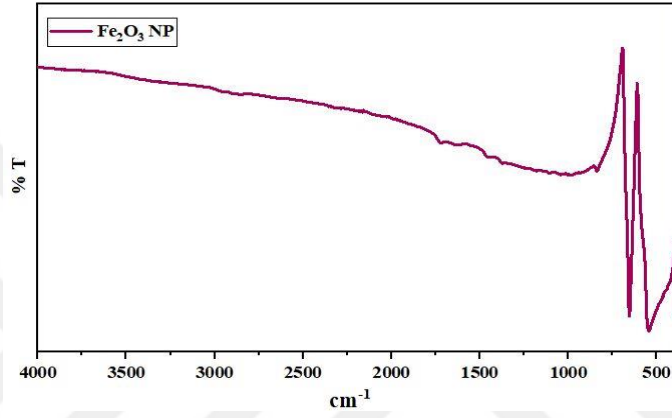
Şekil 7.2. CuO NP'lerine ait FT-IR spektrumu.



Şekil 7.3. NiO NP'lerine ait FT-IR spektrumu.

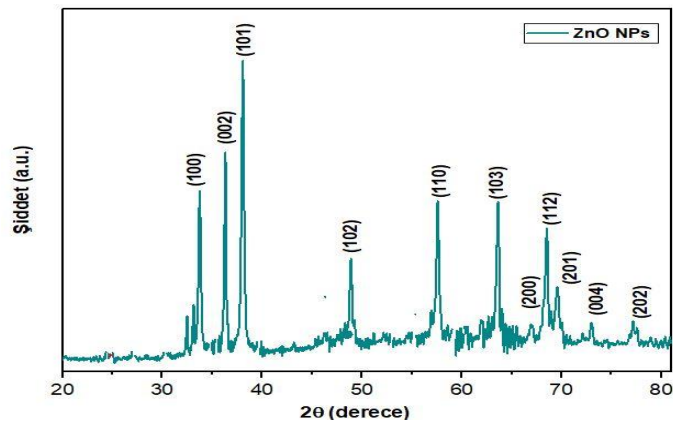


Şekil 7.4.  $\text{Co}_2\text{O}_3$  NP'lerine ait FT-IR spektrumu.

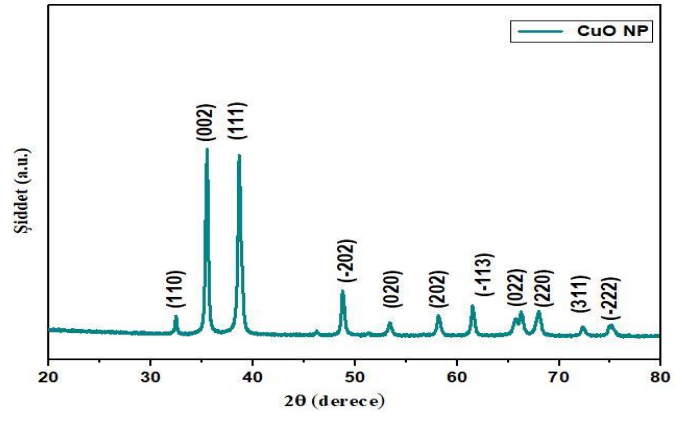


Şekil 7.5.  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  NP'lerine ait FT-IR spektrumu.

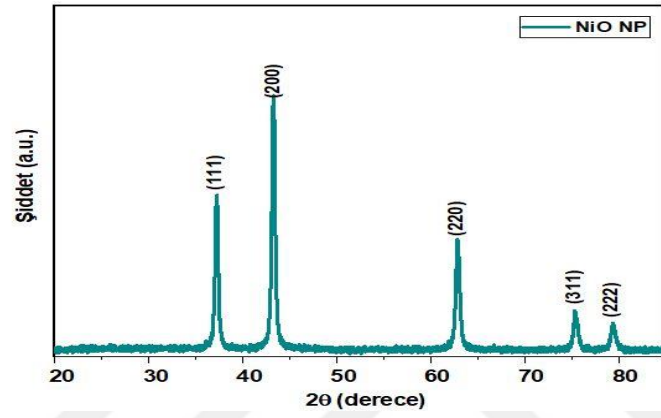
## 7.2. EK 2: ULTRASONİK DESTEKLİ BİRLİKTE ÇÖKTÜRME METODUNA AİT XRD ANALİZLERİ



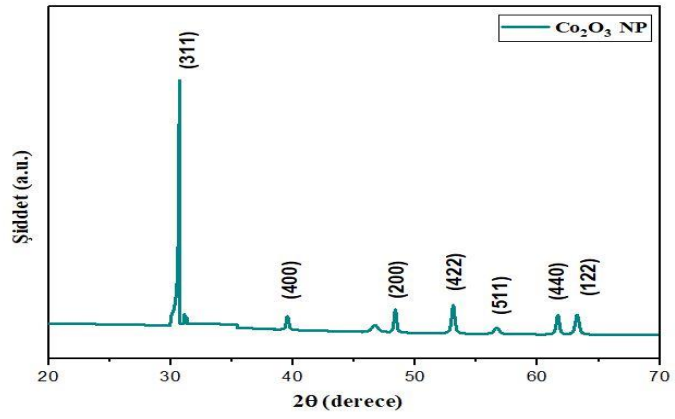
Şekil 7.6.  $\text{ZnO}$  NP'lerine ait XRD kırınım deseni.



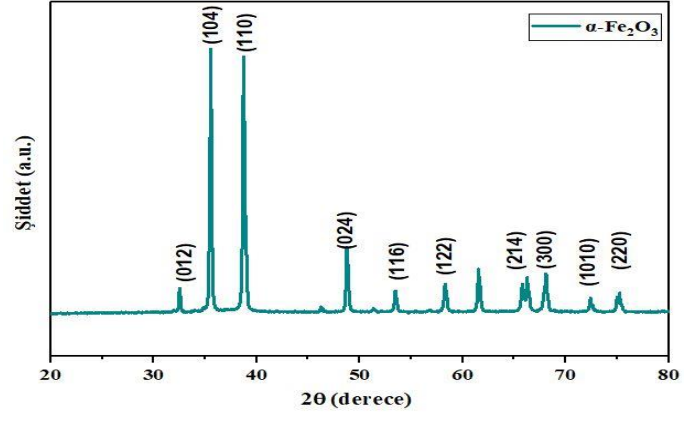
Şekil 7.7. CuO NP'lerine ait XRD kırınım deseni.



Şekil 7.8. NiO NP'lerine ait XRD kırınım deseni.



Şekil 7.9. Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub> NP'lerine ait XRD kırınım deseni.



Şekil 7.10.  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  NP'lerine ait XRD kırınım deseni.

# ÖZGEÇMİŞ

## KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı : Mesut ÖZDİNÇER

Yabancı Dili : İngilizce

## ÖĞRENİM DURUMU

Derece	Alan	Okul/Üniversite	Mezuniyet Yılı
Doktora	Disiplinlerarası Kompozit Malzeme Teknolojileri	Düzce Üniversitesi	2023
Y. Lisans	Kimya	Düzce Üniversitesi	2014
Lisans	Kimya Öğretmenliği	Azerbaycan Devlet Pedagoji Üniversitesi	2010
Lise	Fen Bölümü	Düzce Arsal Anadolu Lisesi	2003

## ESERLER

### **A. Uluslararası hakemli dergilerde yayımlanan makaleler:**

**A1. Özdiñer M.**, Atahan A., Durmuş S., “Synthesis and Structural Characterization of N<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>2</sub> Type Dimeric Schiff Base” *Journal of New Results in Sciences*, Number : 4, 42-46, (2014).

**A2. Özdiñer M.**, Durmuş S., Dalmaz A., “Magnetic Spinel-Type CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Nanoparticles: Synthesis and investigation of structural, morphological properties” *Süleyman Demirel Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 21 (2), 311-315 (2017).

**A3.** Durmuş S., Dalmaz A., **Özdiñer M.**, Sivrikaya S., “Preparation of Cerium Oxide Nanoparticles: An Efficient Catalyst to the Synthesis of Dimeric Disulphide Schiff Bases” *Celal Bayar Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi*, 13 (1), 25-30 (2017).

**A4. Ozdincer M.** and Durmus S., “Fabrication, characterization and corrosion inhibition properties of SCW-based ZnO nanofluids,” *Chem Eng Commun*, pp. 1–16, Aug. 2023, doi: 10.1080/00986445.2023.2249403

**B. Uluslararası bilimsel toplantılarda sunulan ve bildiri kitabında (Proceedings) basılan bildiriler :**

**B1.** Dalmaz A., **Özdinçer M.**, Aydinli E., Durmuş S., “Metal Oxide Nanoparticles: An Effective Heterogenous, Recyclable Catalyst for Synthesis of Thio Schiff Bases” *International Turkic World Conference on Chemical Sciences And Technologies (ITWCCST)*, Sarajevo Bosnia-Herzegovina, 2015.

**B2.** Dalmaz A., **Özdinçer M.**, Aydinli E., Durmuş S., “Comparative Studies on Conventional & Microwave Synthesis of 2-Aryl Benzothiazoles and Their Antibacterial Activities” *International Turkic World Conference on Chemical Sciences And Technologies (ITWCCST)*, Sarajevo Bosnia-Herzegovina, 2015.

**B3.** Durmuş S., Aydinli E., Aksu M., Dalmaz A., **Özdinçer M.**, “Synthesis of Diamine Derivative Salen Type Schiff Bases with Some Metals, Characterization and Tendency of Their Complexes” *International Turkic World Conference on Chemical Sciences And Technologies (ITWCCST)* , Skopje Macedonia, 2016.

**B4.** Durmuş S., Dalmaz A., **Özdinçer M.**, Sivrikaya S., “Preparation of Lanthanide Oxide Nanoparticles: An Efficient Catalyst for the Synthesis of Dimeric Disulfide Schiff Bases” *International Turkic World Conference on Chemical Sciences and Technologies (ITWCCST)*, Skopje Macedonia, 2016.

**B5.** Durmuş S., **Özdinçer M.**, Dalmaz A., “Polyaniline / CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Binary Composite: Preparation, characterization and investigation of features”, *1.st International Symposium on Light Alloys and Composite Materials (ISLAC'18)*, Karabük Turkey, 2018.

**B6.** Durmus S., **Özdinçer M.**, Dalmaz A., Dulger G., Alpay M., “Microwave assisted for obtaining o-,m-,p-bromophenyl-1,3- benzothiazole derivatives: in vitro antibacterial and anticancer activity measurements” *International Eurasian Conferences on Biological and Chemical Sciences (Eurasian BioChem 2018)*, Ankara Turkey, 2018.

**D. Ulusal hakemli dergilerde yayımlanan makaleler:**

**D1.** Özcan, H., Dalmaz A., **Özdinçer M**, Zenkin K, Durmuş S., “Biosynthesis and Characterization of  $\alpha$ -FeOOH Nanoparticles Using Isabella Grape (*Vitis Labrusca L.*) Extract”. *Turkish Journal of Analytical Chemistry* 5, 1,43-49, 2023.

**D2.** Keleşođlu G. S, **Özdiñer M**, Dalmaz A, Zenkin K, Durmuş S., “Green synthesis and structural characterization of ZnO nanoparticle and ZnO@TiO<sub>2</sub> nanocomposite by Cinnamomum verum bark extract”, Turkish Journal of Analytical Chemistry, 5(2),118-123, 2023.

**E. Ulusal bilimsel toplantılarda sunulan ve bildiri kitaplarında basılan bildiriler:**

**E.1. Özdiñer M**, Atahan A. ve Durmuş S., “Dimerik, ONS Donor Tipi Schiff Bazı Sentezi ve Karakterizasyonu, IV Anorganik Kimya Kongresi”, Tokat 2013.

**E.2. Özdiñer M**, Atahan A. ve Durmuş S., “Tiyo-Schiff Bazındaki Yapısal Dönüşüm ile Benzotiyazol Oluşumu, Karakterizasyonu ve Biyolojik Aktivitesi”, IV Anorganik Kimya Kongresi, Tokat 2013.

**E.3. Dalmaz A., Özdiñer M., Durmuş S.,** “ZnO Nanopartiküllerinin Tiyo Schiff Bazlarının Sentezine Katalitik Etkisi” 27. Ulusal Kimya Kongresi, Çanakkale, 2015.

**E4.** Aydınli E., Durmuş S., Aksu M., Dalmaz A., **Özdiñer M.**, Sivrikaya S., “Diamin Türevli Salen Tipi Schiff Bazlarının Sentezi, Kompleks Verme Yatkınlığı ve Yapılarının Karakterizasyonu” EsAn-2016 IV. Eser Analiz Kongresi, Sakarya, 2016.

**E5.** Dalmaz A., Durmuş S., **Özdiñer M.**, Sivrikaya S., Aksu M., “N<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/N<sub>2</sub>S<sub>2</sub> Tipi Schiff Bazlarının Sentezi ve Yapılarının Karakterizasyonu” EsAn-2016 IV. Eser Analiz Kongresi, Sakarya, 2016.