



T.C.
NECMETTİN ERBAKAN
ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ



ARK DEŞARJ İLE NANOPARÇACIK ÜRETİM CİHAZI GELİŞTİRİLMESİ
VE METAL NANOPARÇACIK ÜRETİMİ

Mesut Muhammed HARMANKAYA

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Makine Mühendisliği Ana Bilim Dalı

Temmuz-2018
KONYA
Her Hakkı Saklıdır

TEZ KABUL VE ONAYI

Mesut Muhammed HARMANKAYA tarafından hazırlanan “Ark deşarj ile nanoparçacık üretim cihazı geliştirilmesi ve metal nanoparçacık üretimi” adlı tez çalışması 26/07/2018 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oy birliği ile Necmettin Erbakan Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitü Makine Mühendisliği Anabilim Dalı’nda YÜKSEK LİSANS TEZİ olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

Başkan

Prof. Dr. Hayrettin DÜZCÜKOĞLU

Danışman

Doç. Dr. Necati ATABERK

Üye

Prof. Dr. Ahmet AVCI

İmza

.....

.....

.....

Yukarıdaki sonucu onaylarım.

Prof. Dr. Mehmet KARALI
FBE Müdürü

Bu tez çalışması Necmettin Erbakan Üniversitesi BAP Koordinatörlüğü tarafından 161319003 nolu proje ile desteklenmiştir.

TEZ BİLDİRİMİ

Bu tezdeki bütün bilgilerin etik davranış ve akademik kurallar çerçevesinde elde edildiğini ve tez yazım kurallarına uygun olarak hazırlanan bu çalışmada bana ait olmayan her türlü ifade ve bilginin kaynağına eksiksiz atıf yapıldığını bildiririm.

DECLARATION PAGE

I hereby declare that all information in this document has been obtained and presented in accordance with academic rules and ethical conduct. I also declare that, as required by these rules and conduct, I have fully cited and referenced all material and results that are not original to this work.

İmza

Mesut Muhammed HARMANKAYA

26/07/2018

ÖZET

YÜKSEK LİSANS TEZİ

ARK DEŞARJ İLE NANOPARÇACIK ÜRETİM CİHAZI GELİŞTİRİLMESİ VE METAL NANOPARÇACIK ÜRETİMİ

Mesut Muhammed HARMANKAYA

**Necmettin Erbakan Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü
Makine Mühendisliği Anabilim Dalı**

Danışman: Doç. Dr. Necati ATABERK

2018, 90 Sayfa

Jüri

Doç. Dr. Necati ATABERK

Prof. Dr. Ahmet AVCI

Prof. Dr. Hayrettin DÜZCÜKOĞLU

Bu çalışmada; iletken özelliği olan metallerin, ark deşarj yöntemiyle nanoboyuta indirgenmesi ve karakterizasyonu incelenmiştir. Nanoparçacık üretiminde birçok yöntem kullanılmasına karşın bu yöntemin tercih edilme nedeni; otomatik kontrollü ark deşarj ünitesi sayesinde seri üretimin hedeflenmesidir. Bu ünite, mekanik hareket sistemleri, özel tasarlanmış elektronik devreler ve güç kaynağından oluşmaktadır. Düzenek, biri anot diğeri katot olmak üzere hazırlanmış iki metal çubuk arasında sürekli ark oluşturacak şekilde katot koluna hareket vermektedir. Metal çubuklar arasında oluşturulan arkın sürekliliği, sisteme tahrik veren step motorun ileri geri hareketi sayesinde sağlanmıştır. Mekanik sistemin ve oluşan arkın kontrolü elektronik devrelerle, arkın oluşumu için gerekli güç ise kaynak makinesinden sağlanmıştır. Katot kolunun sürekli ileri geri hareketi sonucu elektrotların birbirine yapışmaması ve üretimin seri olması sistemin avantajları arasında yer almaktadır.

Uygulanan alternatif akım sonucu oluşan ark sayesinde nanoparçacık üretimi saf su ve sıvı azot içerisinde gerçekleştirilmiştir. Yapılan çalışmada gümüş, bakır, çinko 10A, 30A, 50A, 70A ve 90A' lik akım değerlerinde sentezlenmiş ve elde edilen parçacıkların SEM görüntüleri yardımıyla boyut ve şekil analizi yapılmıştır. Elde edilen sonuçlardan oluşan parçacıkların fiziksel görünüşlerinin akım şiddetlerine göre farklılık gösterdiği tespit edilmiştir.

Anahtar Kelimeler: Ark deşarj, metal nanoparçacık, karakterizasyon

ABSTRACT

MS THESIS

IMPROVING OF A NANOPARTICLE PRODUCTION DEVICE BY ARC DISCHARGE METHOD AND THE METAL NANOPARTICLE PRODUCTION

Mesut Muhammed HARMANKAYA

**THE GRADUATE SCHOOL OF NATURAL AND APPLIED SCIENCE OF
NECMETTIN ERBAKAN UNIVERSTY
THE DEGREE OF MASTER OF SCIENCE IN MECHANICAL ENGINEERING**

Advisor: Assoc. Prof. Dr. Necati ATABERK

2018, 90 Pages

Jury

Assoc. Prof. Dr. Necati ATABERK

Prof. Dr. Ahmet AVCI

Prof. Dr. Hayrettin DÜZCÜKOĞLU

In this study; the reduction and characterization of conductive metals to nano size by arc discharge method are investigated. Although many methods are used in nanoparticle production, this method is preferred because of compatible with series production with automatic controlled arc discharge unit. This unit consists of specially designed mechanical motion systems, electronic circuits and a power supply. The device get moved the cathode arm in such a way as to form a continuous arc between two metal bars, one of which is the anode and the other cathode. The continuity of the arc formed between the metal bars is provided by the forward and backward movement of the stepping motor that drives the system. The control of the mechanical system and the formed arc is done by electronic circuits and the power required for arc formation is done by welding machine. Continuous forward and backward movement of the cathode arm is one of the advantages of the system in which the resultant electrodes do not stick together and the production is serialized.

The nanoparticle production with the arc with the generated AC current was carried out in pure water and liquid nitrogen. Silver, copper and zinc rods were synthesized at current values of 10A, 30A, 50A, 70A and 90A and the size and shape analysis of the obtained particles were performed with SEM images. It has been determined that the shape of the particles related to the AC current values.

Key words: Arc discharge, metal nanoparticle, characterization

ÖNSÖZ

Yüksek lisans tez çalışmalarında yardımlarını bir an olsun esirgemeyen değerli danışmanım Doç. Dr. Necati ATABERK' e, tezle ilgili görüş ve desteklerinden dolayı Dr. Öğrt. Üyesi Mürsel EKREM' e teşekkürlerimi sunarım.

Ayrıca, bu çalışmanın yapılabilmesi için deney numunelerin temin edilmesi ve incelenmesi gibi konularda maddi katkı sağlayan 161319003 nolu proje ile destek veren Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinatörlüğü' ne teşekkürü bir borç bilirim.

Son olarak her zaman yanımda olan sevgili aileme, desteklerinden dolayı tüm arkadaşlarıma en içten duygularıyla teşekkür ederim.

Mesut Muhammed HARMANKAYA
KONYA-2018



İÇİNDEKİLER

ÖZET	iv
ÖNSÖZ	vi
İÇİNDEKİLER	vii
SİMGELER VE KISALTMALAR	ix
1. GİRİŞ	1
1.1. Nanoteknoloji Uygulama Alanları	3
1.1.1. Malzeme ve imalat sektörü	4
1.1.2. Elektronik ve bilgisayar teknolojisi	4
1.1.3. Havacılık ve uzay arařtırmaları	4
1.1.4. Tıp ve saęlık	5
1.1.5. Çevre ve enerji	5
1.1.6. Biyoteknoloji ve tarım	5
1.1.7. Savunma	6
1.1.8. Bilim ve eęitim	6
1.2. Nanomalzemelerin Özellikleri	6
1.2.1. Manyetik özellikler	7
1.2.2. Optik özellikler	7
1.2.3. Elektriksel özellikler	8
1.2.4. Termal özellikler	8
1.2.5. Kimyasal özellikler	8
1.2.6. Mekanik özellikler	9
1.3. Nanoparçacık Üretim Yöntemleri	9
1.3.1. Yukarıdan ařaęıya üretim yöntemleri	11
1.3.2. Ařaęıdan yukarıya üretim yöntemleri	15
2. KAYNAK ARAřTIRMASI	21
3. MATERYAL VE YÖNTEM	37
3.1. Otomatik kontrollü ark deřarj ünitesi	37
3.2. Ark deřarj düzeneęinin çalışma prensibi	41
3.2.1. Düzenekte Kullanılan Yazılım	43
3.3. Nanoparçacıkların sentezlenmesi	44
3.3.1. Ark deřarjla nanoparçacık üretimi	44
3.3.2. Nanoparçacıkların süzülmesi	47
3.3.2. Nanoparçacıkların eldesi	49
4. ARAřTIRMA SONUÇLARI VE TARTIřMA	51
4.1. Saf su ierisinde nanoparçacık üretimi	53
4.1.1. Saf suda gümüş nanoparçacık üretimi	54
4.1.2. Saf suda bakır nanoparçacık üretimi	56
4.1.3. Saf suda çinko nanoparçacık üretimi	59
4.2. Sıvı azot ierisinde nanoparçacık üretimi	63

4.2.1. Sıvı azotta gümüş nanoparçacık üretimi.....	63
4.2.2. Sıvı azotta bakır nanoparçacık üretimi	66
4.2.3. Sıvı azotta çinko nanoparçacık üretimi.....	68
5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER	71
5.1 Sonuçlar	71
5.2 Öneriler	73
KAYNAKLAR	77



SİMGELER VE KISALTMALAR

Simgeler

nm	: Nanometre
μm	: Mikrometre
mm	: Milimetre
$^{\circ}$: Derece
$^{\circ}\text{C}$: Derece santigrat
K	: Kelvin
%	: Yüzde
MPa	: Mega Paskal
GPa	: Gigapaskal

Kısaltmalar

SEM	: Taramalı Elektron Mikroskobu
TEM	: Transmisyon Elektron Mikroskobu
AFM	: Atomik Kuvvet Mikroskobu
AFM	: Atomik Kuvvet Mikroskobu
RS	: Raman Spektroskopisi
EELS	: Elektron Enerji Kaybı Spektroskopisi
MWCNT	: Kısa Cidarlı Karbon Nanotüp
CNT	: Karbon Nanotüp
AC	: Alternatif Akım
DC	: Doğrusal Akım
A-CNO	: Karbon Nano-Soğan
TGA	: Termogravimetrik Analiz
HRTEM	: Yüksek Çözünürlüklü Transmisyon Elektron Mikroskobu
XRD	: X Işını Kırınımı
FTIR	: Fourier Dönüşümlü Kızılötesi
XPS	: X Işını Fotoelektron Spektroskopisi
MoSi ₂	: Molibden Disülfür
Ti	: Titanyum
TMF	: Enine manyetik alan
MWCNT	: Çok duvarlı karbon nanotüp
PVD	: Fiziksel Buhar Depozisyonu
HON	: Holmiyum Nitrür
APS	: Atmosferik Plazma Püskürtme
CHC	: Silindirik İçi Boş Katot
XPS	: Xray Fotoemiyon Spektroskopisi
Cu-DLC	: Bakır Katkılı Elmas Benzeri Karbon Filmleri
E _g	: Optik Bant Boşluğu
APS	: Atmosferik Plazma Püskürtme
BET	: Spesifik Yüzey Alanı Ölçümü
EDS	: Enerji Dağılım Spektrometresi
UNAM	: Ulusal Nanoteknoloji Araştırma Merkezi

1. GİRİŞ

Hızla gelişmekte olan teknolojiye devletimizin gayreti ve öncülüğü sayesinde ayak uyduran ülkemizin havacılık ve uzay sektörü, otomotiv sektörü, savunma sanayi ve yerli üretim teknolojileri gibi sektörler başta olmak üzere verdiği büyük önem sayesinde çeşitli Ar-Ge çalışmaları sürekli ivme kazanarak artmaktadır. Bilim ve teknoloji üretmede yetkinleşmiş, ekonomik ve toplumsal faydaya dönüştürebilmiş, dünya bilim ve teknolojisine katkıda bulunma saygınlığını kazanmış bir Türkiye oluşturmak ve bilgi toplumu haline gelmek temel hedef olarak belirlenmiştir. Ülkenin uluslararası rekabette gerekli fiziki, insani ve hukuki altyapılar geliştirilerek bilimsel ve teknolojik araştırma düzeyinin yükseltilmesi amaçlanmıştır.

Bioteknoloji, gen mühendisliği, yazılım başta olmak üzere bilgi ve iletişim teknolojileri, yeni malzemeler, uzay bilim ve teknolojileri, nükleer teknoloji, denizlerden ve denizatlılardan yararlanma teknolojileri, büyük bilim ve temiz enerji teknolojileri gibi ileri uygulama alanındaki Ar-Ge faaliyetleri öncelikli alanlar olarak belirlenmiştir. Üniversiteye, kamuya ve özel sektöre Ar-Ge girişimlerinin özendirilmesi, uygulamaya yönelik projelerle bölgesel ve yerel özellik taşıyan projelere öncelik verilmesi özendirilmiştir. Burada bize düşen görev ülkemizin çıkarları için gerekli Ar-Ge çalışmalarına katkıda bulunmayı hedeflemek ve bu hedefi gerçekleştirirken yerli üretime de katkı sağlamaktır.

Yunancada cüce anlamına gelen nano, bir büyüklüğün milyarda birine denk gelmektedir. Bu boyut çok küçük bir değer olduğundan malzemenin atom ve molekül dünyasına uzanmaktadır. Nanobilim ve nanoteknolojinin tam bir tanımı olmamakla birlikte, genel görüşe göre 1 ila 100 nanometre boyutlarındaki maddelerin incelenmesi, kontrol edilmesi ve atomsal seviyede değiştirilip işlevsel hale getirilmesidir. (Ateş, 2015) Nanoteknolojinin fizik, kimya, biyoloji ve mühendislik gibi disiplinler arası bir konuma sahip olmasının yanı sıra; endüstri, savunma, elektronik, tarım, ilaç, sağlık gibi bütün alanlara potansiyel etkileri bulunmaktadır. Bu nedenle birçok gelişmiş ülke tarafından kritik araştırma alanı olarak görülmekte ve desteklenmektedir.

Son yıllarda hayatımıza fazlasıyla giren 'Nano' kelimesi, önüne veya sonuna geldiği kelimeye ilgi çekici bir anlam kazandırıyor. İpodnano bir MP3 çaların küçüklüğünü ve hafifliğini ifade ederken, nanoboya kendi kendini temizleyen dolayısıyla kirlenmeyen yeni nesil boyaları akla getirmektedir. Bununla birlikte kir tutmayan kumaşlara, kanserli hücrelerin vücuda zarar vermeden öldürülmesinden

günlerce etkisini kaybetmeyen kremlere, mikropları algılayabilen sensörlerden bakteri oluşumunu önlediğinden dolayı kokmayan çoraplara ve mikrop barındırmayan buzdolaplarına kadar birçok üründe nanoteknoloji kullanılmaktadır.

İlerleyen yıllarda nanoteknoloji sayesinde süper bilgisayarlara mikroskop altında bakılabilecek, bir milyon sinema filmi alabilen DVD' ler yapılabilir, insan beyni kapasitesi ek nanohafızalarla güçlendirilebilir, kirliliği önleyen nanoparçacıklar sayesinde fabrikalar çevreyi çok daha az kirletecektir. Birim ağırlık başına şu andakinden kat kat daha hafif, aynı zamanda çok daha dayanıklı malzemeler üretilir ve bunların sonucu olarak insanoğlunun günlük yaşamında kullandığı tekstil ürünlerin değişebileceği gibi, uzay araştırmalarında ve havacılıkta yeni roket ve uçak tasarımlarının ortaya çıkması da mümkün olacaktır. Yaşanan bütün bu gelişmeler 19. yüzyılda dünyayı yeniden şekillendiren sanayi devrimine eşdeğer bir bilimsel ve teknolojik devrim başlatacaktır.

Nanoteknoloji bir yandan eski teknolojilere yeni bakış açıları getirirken diğer yandan da daha önemli ve kritik olan, önceden imkânsız gibi görünen yeni teknolojilere ve uygulamalara kapı aralamıştır. Örneğin bilim insanları tarafından malzemelerin özellikleri nanoteknoloji sayesinde daha iyi anlaşılmış, dolayısıyla bu malzemelerin kullanıldığı uygulamalarda belirgin iyileştirmeler gözlemlenmiştir. Bakır ve gümüş malzemeleri plastik şekil verme yeteneğinin yüksekliğinin yanında elektrik ve ısı iletkenliğinin yüksekliği ile daima ön plandaki yerini korumuştur. Bu nedenle elektroteknik gelişmesiyle elektriği çok iyi ileten bakıra ve gümüşe duyulan gereksinmeyi giderek arttırmıştır. Araştırmacılar gümüş ve bakır nanoparçacıkları, polimer matrisli kompozit malzemelerle karıştırıp mekanik, elektrik ve termal özellikleri iyileştirmede kullanmışlardır (Lu ve ark., 2004; Marcq ve ark., 2011).

Nanoteknolojik ürünler, beyin damarlarının içerisine, dışın içine vb. insan vücudu içerisinde her yere yerleştirilebilmekte ve bu ürünler çipler ve özel donanımlar ile canlı organizmaları uzaktan kontrol edebilmektedir. İnsan saçı içerisine sığabilen özel kablolarla özel bir iletişim sistemi de kurulabilir. Bu teknoloji sayesinde, çok küçük boyutlarda üretilen nano robotlar yapılabilir. Günümüzde, nanoboyutta fonksiyonel olabilen bu robotları insan kanına verip insan vücudu içerisinde hasarlı organı onarabilecek nanorobot teknolojileri ile ilgili proje çalışmaları yapılmaktadır. İnsan beyni, içerisinde kimyasalların ve elektronların bulunduğu bir yapıda olup beyin hücreleri arasındaki iletişim nano seviyede meydana gelmektedir. Beyin damarları içerisinde kan ile hareket eden nanotüpler vasıtasıyla kesin teşhis ve tedavi

yapılabilecektir. Bir tür sinirsel iletişim eksikliğinden kaynaklanan ve genel adı felç olan hastalığa, nanoteknolojiyle üretilen yapay kılcal damarlar ile çare bulunabilecektir.

Nanoteknolojinin bir diğer yaygın kullanıldığı alan ilaç sektörüdür. Vücuda alınan ilaçlar vücudun her yerine dağılmakta ve gerçek hedefe gitme olasılığı azalmaktadır. Hâlbuki nanoparçacıklarla ilaç doğrudan doğruya gitmesi istenilen hasta bölgeye veya hasta dokuya gönderilebilir. Nanoteknoloji ile yapılan tedavide, ilaç nanokapsüllere yüklenmekte ve bu nanokapsüller şırınga ile sadece hasta bölgeye verilmektedir. Daha sonra nano kapsüller patlatılır ve sadece gerekli yerlere ilaç zerk edildikten sonra da bu zararsız nano kapsüller vücuttan dışarı atılır. Daha da ileri gidilecek olursa; gelecekte mikroskobik robotlar vücudun dolaşım sistemine girerek hücre seviyesinde onarım yapıp hastalıkları iyileştirebilecek. Nanoalgılayıcılar insan vücudundaki hastalıkları çok önceden saptayarak erken tedavi olanağı tanıyacaktır. Bu teknolojiyle üretilen minik aygıtlar adeta minik birer denizaltı gibi damarlarımızda dolaşabilecek, yönlendirdiğimiz hücreye alıcıları vasıtasıyla yapışabilecek ve mikro makaslarıyla bir cerrah gibi hücredeki aksaklıkları giderebilecek, hatta DNA üzerinde değişiklikler yapabileceklerdir. İlerleyen yıllarda nanobiyolojik ürünler gündeme gelecek ve suni organ yapımında nanoparçacıklar kullanılacak, anında teşhis koyabilen sağlık tarama araçları yapılabilecektir.

Geçen yüzyılın ortasında başlayan mikro elektronik devrimini kaçıran Türkiye, bu devrimi tarihin sayfalarına gönderecek olan nanoteknoloji için geç kalmış değildir. Henüz gelişmesi devam etmekte olan nanoteknolojiyi kaçırmamak için gerekli yatırımlarla bu alana yönelmesi gereken Türkiye, gerekli çalışmaları hızlandırdığı takdirde yepyeni bir sıçrama tahtasına sahip olacaktır. Artık teknoloji transferi veya teknoloji satın alarak dünya ticaretinde bir yere varılamayacağını gören devletler, nanoteknolojiyle kendilerine bambaşka bir pazar yaratma yarışına girmişlerdir. Yeni yüzyılda kritik bir teknoloji devrimi olarak görülen nanoteknoloji halen gelişimine devam etmekte ve bu kritik teknolojinin kısa zamanda gelişmesini tamamlaması ve hayatımızın her alanına girmesi beklenmektedir.

1.1. Nanoteknoloji Uygulama Alanları

Nanometre ölçeklerinde malzemelerin sahip oldukları üstün fiziksel özellikleri kullanarak çeşitli alanlarda (bilişim ve iletişim, elektronik, biyoteknoloji, farmakoloji, tıp, savunma, tekstil, makina ve inşaat sanayileri vb. gibi) teknolojik devrim niteliğinde

yeni ürünler elde edilebilmektedir. Birçok uygulama alanı olan nanoteknolojinin başlıca girdiği alanlar şu şeklide özetlenebilir.

1.1.1. Malzeme ve imalat sektörü

Malzemelerin atomik ve moleküler boyutlardan başlayarak inşa edilmesi, klasik metotlar ile elde edilen malzemelere oranla daha sağlam ve hafif maddelerin ortaya çıkmasını sağlamaktadır. Bu malzemeler, daha düşük hata seviyeleri ve eşsiz dayanıklılık güçleri ile mevcut birçok endüstriyel süreç için devrimsel yenilikler getirmektedir. Benzersiz ve alışılmamış özellikleri ile nanotüpler ve kaplama malzemeleri imalat yöntem ve tekniklerinin gelişmesine olanak sağlamaktadır (Özdoğan ve ark., 2006).

1.1.2. Elektronik ve bilgisayar teknolojisi

Nanoteknolojinin yaygın kullanım alanlarından biri olan elektronik ve bilgisayar teknolojisi nanoboyuta elektronik devre elemanlarının üretilmesi ve bilgisayar mimarisindeki gelişmeler sayesinde hayatımızda önemli rol oynamaktadır. Bütün bu gelişmelerle bağlantılı olarak nanoölçekte bilgi depolama sistemlerinin gelişmesi de kaçınılmazdır.

1.1.3. Havacılık ve uzay araştırmaları

Havacılık ve uzay araçları çok maliyetli teknolojilerdir. Bu araçların imalatı sırasında kullanılan malzemelerin ağırlığı, maliyetlerin artışında çok önemli bir yer tutmaktadır. Nanoteknoloji bu malzemelerin ağırlığını önemli ölçüde azaltırken, maliyetinin düşürülmesinde de önemli rol oynamaktadır. Ayrıca çekme direnci çelikten kat kat yüksek nanotüpler sayesinde dünya yüzeyinden atmosferin dışına kadar yükselebilecek yapılar inşa edilmesi potansiyel uygulama alanları içinde yer almaktadır. Böylece uzay araştırma maliyetlerinin büyük kısmını oluşturan fırlatma maliyetleri düşürülebilecektir (Özdoğan ve ark., 2006).

1.1.4. Tıp ve sađlık

Canlıların yapıtaşları olan hücreler, nanometre ölçekteki moleküllerden oluşur. Hayatın yapıtaşları proteinler, nükleik asitler, lipitler, karbonhidratlar, ebatları kıvrımları dizilişleri ve belirli özellikleri olan nanoölçekteki malzemelere örnek verilebilir. Günümüzde gen çalışmaları nanoölçekteki aygıtlarla yapılmaktadır. Bu sahadaki gelişmelerin hem teşhiste hem de tedavide yeni yöntemlerin geliştirilmesini sağlayacağı kaçınılmazdır.

1.1.5. Çevre ve enerji

Nanoteknolojinin, enerjinin verimli kullanılmasında, depolanmasında ve üretilmesinde önemli etkileri vardır. Çevre sorunlarının gözlenmesinde ve giderilmesinde kullanılmakta, çeşitli kaynaklardan gelen atıklar önlenmekte, daha az atık yapan üretim sistemleri geliştirilmektedir. İlerleyen yıllarda yaşamsal bir ihtiyaç haline gelecek olan temiz su elde edilmesinde nanofiltreler kullanılabilir. Kataliz işlemlerinde katalizör malzemelerin nanoölçekte olmasından dolayı nanoteknolojinin kimya endüstrisinde önemli bir yeri vardır. Otomobil endüstrisinde kullanılan nanoteknoloji ürünü malzemelerden yapılmış daha hafif otomobiller daha az yakıt harcayacağı için çevreyi daha az kirletecek, ayrıca daha da ekonomik olacaktır. Otomobil tekerleklerindeki lastiklerde siyah karbon yerine nanoteknoloji ürünü inorganik kil ve polimer kullanılması çevre dostu lastiklerin yapımında, nanorobotların ve akıllı sistemlerin nükleer atıkların kontrolünde ve filtrelenmesinde kullanılması nanoteknolojinin çevre ve enerjiye sağladığı katkılardan sadece bir kaçıdır.

1.1.6. Biyoteknoloji ve tarım

Nanoboyutlu parçacıkların; biyolojik yapıtaşların, suni malzemelerin ve aygıtların içine yerleştirilmesiyle biyolojik işlev ve istenen başka özelliklere sahip malzemeler üretilmektedir. Tarımda da nanoteknolojinin kullanım alanları vardır. Örneğin bitkileri böceklere karşı korumak için moleküler seviyede kimyasalların, hayvanlarda olası hastalıklara karşı kullanılan ilaçların üretimi nanoölçekteki kontrol yöntemleri sayesinde yapılmaktadır.

1.1.7. Savunma

Savunma sanayinde nanoteknolojinin önemli bir yeri vardır. Naoelektronikle haberleşme askeri açıdan çok önemlidir. Robot sistemlerinin etkin kullanılması ile daha az insan gücü kullanımı sağlanmaktadır. Böylece insan vücudunun tahammül sınırları dışında da etkin kullanımı gerçekleştirilmektedir. Nanomalzemelerden yapılmış bazı araçlar daha hafif, daha sağlam ve daha uzun ömürlüdür. Nanoalgılayıcılar ile zararlı gazlar ve radyoaktif serpintiler tespit edilmektedir. Nano ve mikro mekanik aygıtların birleştirilmesi ile nükleer savunma sistemleri kontrol edilmektedir. Nanoteknoloji ile tekstil malzemeleri ile akıllı giyecekler yapılmakta ve bunlar askeri alanda yaygın bir şekilde kullanılmaktadır.

1.1.8. Bilim ve eğitim

Nanobilim ve nanoteknoloji fizik kimya biyoloji gibi temel bilimlerle malzeme, elektronik, bilgisayar gibi uygulamalı bilimlerin ortak ilgi alanına girdiğinden dolayı nanoteknoloji disiplinleri arası işbirliği yapılarak sonuç alınabilecek bir saha olmuştur. Eğitim programlarında da bu gelişmeye uygun olarak yeni düzenlemeler yapılması gerekir. Birçok gelişmiş ülkede bu alandaki gelişmeler dikkate alınarak yeni programlar açılmaktadır. Türkiye de bu yöndeki gelişmelerini hızla sürdürmekte, teknoloji ile iç içe başarılı bir eğitimin sürdürülebilmesi için çalışmalarına devam etmektedir.

1.2. Nanomalzemelerin Özellikleri

Nanoteknolojiye ait tanımlar her zaman açık değildir ya da bunlarla ilgili gerçek bir anlaşma sağlanabilmiş değildir. Ayrıca nanoteknoloji birçok durumda, teknolojiye çok temel araştırma boyutundadır. Bununla beraber nanoteknoloji, hassas boyutlu yanal yapılar, katmanlar, moleküler birimler, içsel sınır katmanları ve yüzeylerin üretimi, incelenmesi ve uygulanmasıyla ya da 100 nm' den atomik büyüklüğe kadar üretim olanaklarıyla ilgilenmektedir. Ancak, nanoteknolojiyle uğraşırken yalnızca geometrik yönlerin göz önünde bulundurulması şart değildir. Nanoteknolojinin önemli bir yönü, nanometre ölçeğinde, malzeme özelliklerinde ve fiziksel olgularda önemli değişikliklerin meydana gelmesidir. Aşağıdaki Çizelge 1.1, nanoteknolojiyle

kıyaslandığında, geleneksel makro ölçekteki teknolojilerde meydana gelen değişiklikleri özetlemektedir (Luther, W. 2004).

Çizelge 1.1. Makro ve nano ölçekli teknoloji özelliklerinin karşılaştırılması (Bachmann ve ark., 2001)

<i>Makro ölçekli Teknolojiler</i>	<i>Nano Ölçekli Teknolojiler</i>
Klasik Sürekli Fizik	Kuantum Fiziği
Katı Faz Özellikleri	Bağlama Özellikleri
Egemen Kütleli Özellikler	Egemen Yüzeysel Özellikler
Geleneksel Malzemeler / Karışımlar	Yeni Bileşikler ve Karışımlar
Klasik, Yukardan Aşağıya Yaklaşımı	Kendiliğinden Düzenlenerek Birleşme
İstatistikî Topluluklar	Tek Tek Parçacıklar
Elverişli Yüksek Enerji Aralıkları	Termal Dalgalanmalı Enerji Aralıkları
Orta Derecede Alan Kuvveti	Aşırı Derecede Yüksek Alan Kuvveti

Kütleli malzemedeki daha büyük parçacıklarla karşılaştırıldığında, nanoparçacıklar, tamamen yeni ya da gelişmiş belirli özelliklere (boyut, dağılım, morfoloji, faz vs.) dayalı olan niteliklere sahip olurlar.

1.2.1. Manyetik özellikler

Parçacık boyutunun nanoboyuta düşmesi, sıklıkla manyetik davranışta (kütleli malzemedekilere göre) gelişmeye neden olur. Kritik boyutun altındaki parçacıklar süper manyetik malzemeler ve makro boyuttaki malzemeler gibi büyük alanlara etki etmelerinin aksine tek alan üzerine etki ederler. (Murthy ve ark., 2010).

1.2.2. Optik özellikler

Soğurma ya da emilim dalga boyu, boyut seçimiyle kontrol edilebilir. Örneğin, nanoparçacık boyutu ışığın kritik dalga boyundan daha küçükse saydamlık elde edilebilir. Bu da nanomalzemeleri (metaller, silikatlar, metal oksit seramikler), saydamlık ve diğer özelliklerini (UV, IR-soğurma, iletkenlik, mekaniksel güç vs.) birleştirerek, bariyer filmler ve kaplama uygulamaları için oldukça uygun hale getirmektedir. Çizilmeye dayanıklı, gelişmiş zirkonyum dioksit (ZrO_2) ya da şeffaf, aşınmaya ve UV' ye dayanıklı kaplamalar olarak kullanılan seryum dioksit (CeO_2) nanoparçacıklarıdır (Willems, 2005).

1.2.3. Elektriksel özellikler

Metal nanoparçacıkları metal olmayanların tersine, daha ince bir tabakaya ve daha güvenilir bir elektriksel rotaya sahip olduklarından, tipik olarak daha fazla noktadan noktaya temas sahiptirler. Bu özellikten, iletken gümüş mürekkebinde ve diğer elektronik uygulamalarda yararlanılmaktadır. Metal oksit seramik nanoparçacıklar, elektromanyetik dalgalara karşı özel tepki gösteren, özel aygıtlar elde etmek amacıyla kullanılabilir. Yüzeyin işlenmesiyle beraber, bu parçacıkların sahip olduğu yüksek yüzey alanı, yalıtım sistemlerinde alan ayrıştırma özellikleri ve kırılma gücü gibi performans özelliklerini çarpıcı bir biçimde geliştirebilir. Bu nanoparçacıklar sayesinde, elektronik gereçler için yeni ambalaj malzemeler üretilir (Willems, 2005).

1.2.4. Termal özellikler

Homojen olarak yayıldıklarında, polimer sistemlere yönelik metal nanoparçacıkların termal özelliklerinde belirgin bir geliştirme sağlanarak, işleme süresi kısaltılabilir. Sinterleme ve erime sıcaklığı, azalan nanoparçacık boyutuyla küçülür. Örneğin, 100 nm' den küçük olan gümüş nanoparçacıkların sinterleme sıcaklığı 150 °C kadar düşük olabilir. Bazı uygulamalar için yüksek termal iletkenlik gereklidir. Küçük parçacıklar temel matrikse daha verimli eklenebilir (matris dayanımı azaltılmadan) ve daha iyi termal iletkenlik sağlayabilirler.

1.2.5. Kimyasal özellikler

Reaktivite ve katalitik aktivitenin birleştirilmesi; yakıtlar, yakıt pilleri ve patlayıcılar gibi bazı mühim uygulama alanları için kritiktir. Kataliz, büyük yüzey alanı/hacim oranı ve olası homojen nanoparçacık dağılımıyla gelişmektedir. Bu da, genellikle kullanılmakta olan platin grubu gibi değerli metallerin ihtiyaç duyulan miktarlarının azaltılmasında yardımcı olur ve yalnızca nanoparçacık halindeyken etkili katalizör olabilen altının ve bunun gibi daha az kullanılan diğer metallerin de kullanımının önünü açar.

1.2.6. Mekanik özellikler

Kompozitlerde, nanoparçacığın kimyasına, en boy oranına, dağılıma ve polimer matrisiyle fazlar arası etkileşimlere bağlı olarak mekanik özelliklerinde farklı güçlendirme oranları elde etmek mümkündür. Metal oksit seramik nanoparçacıkları, özel alaşımlarla mekanik gücü artırılabilir ve bunun neticesinde daha düşük ağırlıkta malzeme elde edilmiş olunur. Metal oksidin kimyasına bağlı olarak, morfolojisinde, matris materyalle arasındaki fazlar arası etkileşimlerde, son kompozitin mekanik özelliklerinde farklı etkiler elde edilebilir. Bu nispeten düşük parçacık/hacim oranlarında elde edilebilir. Silikat nanoparçacıkları, kompozitlerdeki mekanik dayanımı geliştirmek için kullanılırlar ve böylece daha düşük ağırlıklı ancak bunun yanında daha yüksek dayanımı olan malzemeler elde etmeye olanak tanırırlar.

1.3. Nanoparçacık Üretim Yöntemleri

Nanoteknoloji sürekli gelişme aşamasında olan bir teknoloji olup, insan hayatını büyük çapta etkileyecek olanaklar sunması beklenmektedir. Bu teknolojinin hızla geliştiği bir dönemde nanoboyutta malzeme üretim şekli ve üretim hızı da büyük ölçüde önem kazanmaktadır.

Malzemenin büyüklüğü nanoboyuta inince kuantum davranışları bilinen klasik davranışların yerini almakta, fiziksel özellikleri değişim göstermeye başlamaktadır (Rao ve ark., 2005). Kimyasal ve fiziksel özellikler, yapının büyüklüğüne, atom yapısının ayrıntılarına, dışarıdan sisteme bağlanan yabancı bir atomun cinsine ve yerine göre çok farklı davranışlar sergileyebilmektedir. Nanoyapıya yabancı bir atomun yapışması, elektronik özellikleri, örneğin elektrik iletkenliği fark edilebilir şekilde değiştirmektedir. Bu yapışan atom geçiş elementi olduğunda yapıştığı nanoyapıya manyetik özellikler kazandırmaktadır. Başka bir deyişle; bir nanoyapının fiziksel özellikleri, bağ yapısı onun büyüklüğüne ve boyutuna bağlı olarak önemli değişimler gösterebilir. Örneğin, karbon atomlarından oluşan elmas kristali iyi bir yalıtkan olduğu halde, bir boyutlu karbon atom zinciri altın ve gümüş zincirlerinden bile daha iyi bir iletken olabilmektedir (Çıracı ve ark., 2005). Benzer şekilde, nano ölçeklerde atomlar arası bağ yapısı da değişikliğe uğrayabilmekte, mekanik olarak malzeme güçlenirken ya da zayıflarken, elektronik olarak iletkenlik özelliği tümüyle değişebilmektedir. Yine yarıiletken olarak bilinen ve yaygın olarak kullanılan silisyumdan yapılan bir telin çapı nanometreye

yaklaşırken tel iletken bir özellik sergilemeye başlamaktadır (Gürmen ve Metalurjisi, 2009), (Lines, 2008).

Malzemelerin mekanik özellikleri, metallerin dayanıklılığı onların nanoölçekli tanelere indirgenmesiyle büyük ölçüde artırılabilir. Nanoparçacık sentezi bu yapıların sergiledikleri olağandışı özellikler sebebiyle yüksek aktiviteli katalizörler, optik uygulamalar için özel teknolojik malzemeler ile birlikte süper iletkenler, aşınmaya karşı bileşimler, yüzey aktif maddeler, ilaç taşıyıcılar ve özel teşhis aletleri gibi birçok teknolojik ve farmakolojik ürünlerin hazırlanmasının yolunu açmıştır. Bunların yanı sıra, malzemelerin nanoboyut seviyesinde kontrolü nanotaşıyıcılar, sensörler, nanomakineler ve yüksek yoğunluklu veri depolama hücreleri gibi minyatürleştirilmiş aygıtların gerçekleştirilmesine izin vermektedir (Goldstein, 1997), (Liveri, 2006). Açıkça görülmektedir ki, nanoyapılı malzemelerin ve cihazların tasarımını, üretimini ve işlevsel olarak kullanımını kapsayan nanoteknoloji alanındaki yeni gelişmeler için vazgeçilemez ilk adım nanoparçacıkların üretimidir.

Bir parçacığın nasıl üretildiğinin bilinmesi o parçacığın boyutu ve şekli gibi özelliklerin başlangıçta tahmin edilebilmesini sağlar. Hemen her malzeme nanoparçacık haline getirilebilir fakat belirli bir malzemeyi nanoboyuta indirmek için seçilen üretim yöntemi; maliyetine ve istenilen özelliklerine göre farklılık gösterebilir. Bir üretim yönteminin diğerine göre seçilmesi yöntemin ekonomikliğine, elde edilen parçacığın özelliklerine ve bu özelliklerin kullanım yeri ihtiyaçlarını ne ölçüde karşılayabildiğine bağlıdır.

Nanoparçacık üretiminde kullanılan yöntemler yukardan aşağı (Top to down), ve aşağıdan yukarı (Bottom to up) olmak üzere iki ana yaklaşım altında incelenmektedir (Luther, 2004). Yukardan aşağıya olarak isimlendirilen ilk yaklaşımda bütün halindeki malzeme ile işleme başlanır ve malzeme küçük parçalara ayrılır. Bu ana yaklaşımda özel işleme ve kimyasal aşındırma teknikleriyle son derece kusursuz yüzey şekillendirmeye, mikroskobik elementlerin yapısal boyutları nanometre ölçeğine indirilir. Bu üretim şekli katı bir maddeden onu yonta yonta heykel yapmaya benzetilebilir. Aşağıdan yukarıya üretim yaklaşımında ise malzeme, atomların ve moleküllerin kimyasal reaksiyonlarla boyutça büyümesi sonucu sentezlenerek elde edilir. Atomik ve moleküler elemanların daha büyük sistemler, kümeler, organik örgüler, çok moleküllü yapılar ve sentezlenmiş makro moleküller oluşturacak şekilde kontrollü olarak bir arada toplanması sağlanır (Ateş ve Bahçeci, 2015). Bu üretim şekli ise parçaları birleştirerek bir otomobil yapmaya benzer. Her iki modelin avantajları ve

dezavantajları vardır. Genel olarak yukarıdan aşağıya üretim ucuz bir yöntem olmamakla birlikte, zaman alıcıdır ve büyük miktar üretim için çok uygun değildir. Aşağıdan yukarıya üretim ise atom veya molekül seviyesinden başlayarak nano yapılara ulaşıldığından daha ekonomiktir ve seri üretim için daha uygundur.

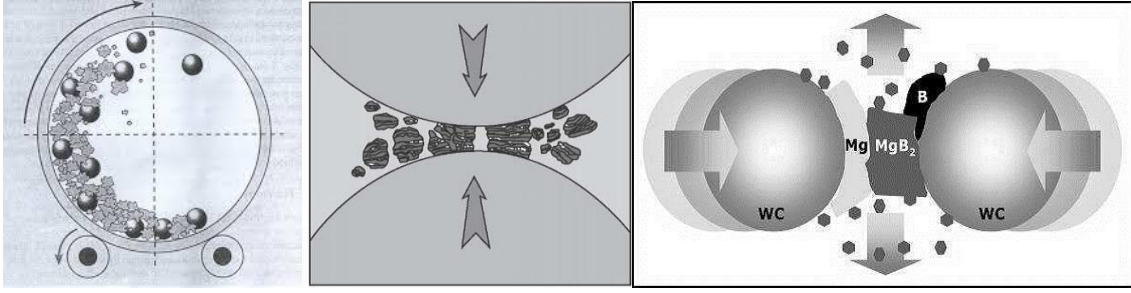
1.3.1. Yukarıdan aşağıya üretim yöntemleri

Yukarıdan aşağıya üretim yöntemi makineler, asitler, fiziksel ve kimyasal yöntemler kullanılarak nanoyapıların imal edilmesi yöntemlerini kapsar. Hacimsel malzemelerden nanoparçacık üretirken farklı yöntemden faydalanılır. Bu tekniklerde kütle malzeme ele alınır, şekillendirilir, yapısı oluşturulur ve yeniden düzenlenerek istenilen ürüne dönüştürülür (Koch, 2003).

1.3.1.1. Mekanik aşındırma yöntemi

Nanoparçacıkların mekanik aşındırma yöntemi ile üretimi 1970’li yıllarda endüstriyel uygulamalar için geliştirilmiş olup, yeni alaşımlar ve faz karışımlarının üretimi bu teknik sayesinde başarıyla gerçekleştirilmiştir (Edelstein ve Cammaratra, 1998). Yukarıdan aşağıya üretim yaklaşımına sahip bu yöntemde, nanoyapılar atomik veya moleküler düzeyden kümesel toplanma şeklinde değil ancak kaba taneli yapıların plastik deformasyonu sonunda ayrışmasıyla oluşur. Mekanik aşındırma yönteminde alaşım, seramik ve kompozit gibi amorf veya nanoyapılı malzemelerin geniş bir bileşim aralığında üretimi gerçekleştirilebilmektedir. Tekniğin endüstriyel kullanımı işlem sırasında kolaylıkla kırılabilen sert ve gevrek özellikli malzemeler ile sınırlıdır.

Son yıllarda nanoparçacık üretiminde mekanik aşındırma yöntemi çok sıklıkla kullanılmamaktadır. Daha çok ilk aşamada iri yapıdaki parçaların küçük tanelere indirgenmesi ya da toz haline getirilmesi için kullanılmaktadır. Mekanik öğütücülerle boyut küçültme işleminin temeli, numuneye öğütücü ortam ve numune arasındaki çarpışmalar sonucu enerji uygulamasına dayanır (Ateş ve Bahçeci, 2015). Şekil 1.1.’de öğütücü ve içindeki işlemler verilmiştir.



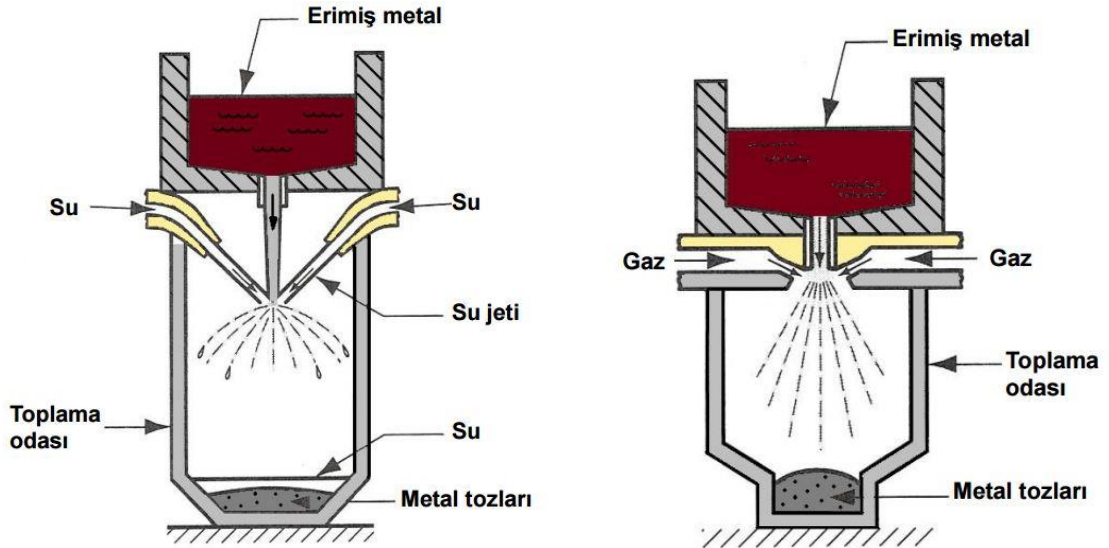
Şekil 1.1. Mekanik aşındırma ile parçacıkların küçültülmesi (Ateş ve Bahçeci, 2015)

Öğütücü ortamında yoğun toz bulutu, bilyeler ve toz parçacıkları bulunmaktadır. Parçacıkların birinden diğerine doğru en az deformasyon ve kırılma ile kaymasıyla ince ve düzensiz parçacıklar oluşur. Sıkışmanın ikinci aşaması parçacıkların elastik ve plastik deformasyona maruz kalmasıdır. Üçüncü aşamada ise parçacıkların daha fazla deformasyona uğraması ya da parçalara ayrılmasıyla kırılmalar gözlenir. Öğütme işlemi sonucunda meydana gelen tozlardan, çeşitli nano boyuttaki malzemeler de oluşur. Üretilen tozların içinden nano boyuttakileri ayırmak gerekir. Öğütme yöntemleri ile 20 nm' ye kadar parçacıklar elde edilebilmektedir (Claudio ve Mitchell, 2002).

Bu yöntemin en büyük dezavantajı, mekanik aşınma sırasında öğütülen malzeme bileşimine kullanılan bilye bileşiminden safsızlık karışmasıdır. Ayrıca açık atmosferde gerçekleşen süreçte nanoparçacıklarda oksitlenme veya yüzeylerinde azotlu yapıların oluşma durumu vardır. Fakat bu sorun öğütücü haznesinin asal gaz ile doldurulması ve sızdırmaz contaların kullanılmasıyla zor da olsa ortadan kaldırılabilir (Gürmen ve ark., 2008).

1.3.1.2 Sıvı ve gaz atomizasyon yöntemi

Yukardan aşağı üretim yöntemlerinden olan atomizasyonla nanoparçacık üretim yöntemleri sıvıyla veya gazla olmak üzere iki şekilde yapılır. Şekil 1.2' de görüldüğü gibi bir hazneye erimiş metal doldurulur. Doldurulan haznenin alt kısmından küçük bir nozul yardımıyla yavaşça toplama odasına doğru damıtılır. Bu damıtılma esnasında erimiş metale tazyikli sıvı ya da gaz püskürtülerek metalin kristalleşmesi sağlanır. Toplama odasına biriken metal tozları nanoboyutta olup üretim gerçekleştirilmiş olur (Ateş ve Bahçeci, 2015).



Şekil 1.2. Sıvı ve gaz atomizasyon yöntemi şematik gösterimi, a) Sıvı atomizasyon yöntemi, b) Gaz atomizasyon yöntemi (Ateş ve Bahçeci, 2015)

Sıvı atomizasyon yöntemiyle gaz atomizasyon yöntemi arasındaki fark; birisinde erimiş metale gaz püskürtülmesi diğerinde ise su püskürtülmesidir. İki işlemde oluşan metal parçacıklarının boyutları farklılık gösterir. Sıvı atomizasyon yöntemiyle üretilmiş nanoparçacıkların boyutları gaz atomizasyon yöntemiyle üretilmiş olanlara göre biraz daha büyük ve düzensizdir. Bunun sebebi erimiş metalin su ile ani soğuması olarak düşünülmektedir.

1.3.1.3 Elektro patlama

Bu yöntemin temel prensibi, soy ya da reaktif gaz ortamında, çok yüksek sıcaklıkta ve çok kısa zamanda, ince metal tel içinde yüksek akım oluşturmaya dayanır. Bu şekilde tel plazma haline geçer ve yüksek elektrik alanının oluşmasıyla sıkışır. Yüksek akımdan dolayı tel 20.000-30.000 °C' ye kadar ısınır ve bu sıcaklıklarda telin direnci neredeyse sonsuz olur ve akımın akışı kesilir. Bu noktada elektromanyetik alan kaybolur ve aşırı ısınmış metal plazma, süpersonik hızla genişerek etrafındaki iyonize olmuş gaz ortamında şok dalgası oluşturur. 106-108 °C/s olan bu hızlı soğuma farklı yarı kararlı yapıların dengelenmesi için ideal koşulları sağlar (Sen, 2005). Bu yöntemle, metal tellerden 100 nm boyutunda metalik tozlar elde edilebilir. Elde edilen tozlarsa diğer yöntemlerle elde edilen tozlara kıyasla daha büyük kimyasal ve metalürjik reaktiviteye sahiptir. Bunlara ek olarak iç gerilimleri, yüzey enerjileri daha fazladır ve böylece mikron altı küresel yapılara dönüşebilirler. Tanecikli yapılara dönüştüklerinde

ve geiş sıcaklığına ısıtıldıklarında, ısı vererek kendi kendilerine sinterlenebilirler (Gürmen ve Metalurjisi, 2009).

1.3.1.4 Dağlama

Bu yöntem özellikle mikro elektromekanik sistemlerde kullanılan başlıca yöntemlerden biridir. Düz yüzeyler üzerinde dağlama yöntemiyle düzenli, nanometre boyutunda yapılar oluşturulabilir. Maske kullanılmadan elektrokimyasal ve foto elektrokimyasal dağlama yöntemiyle istenen nanoboyutta yapılar elde edilebilir. Dağlamada kuvvetli asitlerden faydalanılır. Örnek olarak, hidröflorik asit gibi asitlerin elektrolit olarak kullanılmasıyla, kristalin silikon levha üzerinde dağlama ile gözenekli yapıda silikon tabakalar oluşturulabilir. Özellikle nano tıp, opto elektronik ve elektronik alanları başta olmak üzere bu yöntemle üretilen nano parçacıklar oldukça yaygın uygulama alanı bulmuştur (Mantey ve ark., 2010).

1.3.1.5 Yüksek enerji yöntemi

Yüksek akım arkı, lazer ve güneş enerjisi altında buharlaştırmada, sırasıyla yüksek elektrik akımı, monokromatik radyasyon ve güneş radyasyonu katı bir plakaya yönlendirilerek nanoparçacık elde edilir. Deneysel olarak karbon nanotüpler bu yöntemle elde edilmektedir. Bu işlemlerde katalitik demir, molibden veya krom parçaları içeren plaka üzerindeki grafitten karbon nano tüpler meydana gelir. Yöntemde ayna sistemlerinden yararlanılarak güneş enerjisinden yaklaşık olarak 3000 – 4000 °C civarında sıcaklık sağlanabilmektedir (Ateş ve Bahçeci, 2015).

1.3.1.6 Litografi

Litografi, nanokomponentler için çok küçük boyutta ürün elde edilen temel bir teknolojidir. Kiriş litografi teknikleri (optik, x-ışını, iyon demeti veya elektron) veya yumuşaklık gibi farklı fiziksel prensiplere dayanan veya çözünürlük, hız, desen ve transfer aşamaları bakımından farklı özelliklere sahip olan çeşitli litografik yöntemler mevcuttur (Luther, 2006).

Günümüzde mikro elektronik alanında en fazla kullanılan teknoloji olan optik litografi tekniğı, bir direncin maskelenerek fotokimyasal yolla kalıplanmasına ve

ardından da maruz bırakılmış bölgelerin kimyasal yolla oyulmasına dayanmaktadır. Optik litografinin, ultraviyole dalga boyu olan gereçler kullanılarak, 100 nm' den de küçük olan boyutlara da uygulanabileceği tahmin edilmektedir. Parça boyutlarının 50 nm ve altına düşmesi için daha da gelişmiş litografi teknikleri geliştirilmeye çalışılmaktadır (Luther, 2006). Bu işlemler genelde soy atmosferde ya da vakum ortamında gerçekleştirilir. Nanoparçacıklar işlemlerden hemen sonra reaksiyona girip yığılabirler. Eğer ortamda herhangi bir reaktif gaz bulunursa ek reaksiyonlar da oluşabilir.

1.3.2. Aşağıdan yukarıya üretim yöntemleri

Aşağıdan yukarıya üretim yöntemindeki amaç atomları ve molekülleri tek tek işleyip bir nanoyapı meydana getirmektir. Kâinattaki doğal nanoboyuttaki işleyişler bu şekilde aşağıdan yukarıya imalat yöntemi ile meydana gelmiştir. Dolayısıyla aşağıdan yukarıya üretim yöntemleri genellikle organik malzemelerde görülür. Kimya ve biyoloji dünyasına ait faaliyetlerdir. Doğal sistemlerdeki özelliklere bakıldığında kendi kendini yenileme, en iyi üretim ortamlarında meydana gelme gibi durumlar aşağıdan yukarıya yöntemlerinde görülmektedir. Bu üretim yönteminde maddenin içinde bulunduğu faz hali önem kazanmaktadır. Nanoparçacıkların atomlardan oluşması kimyasal bir işlemdir ve başlangıç malzemesi olarak çözeltilerden faydalanılır (Gürmen ve Metalurjisi, 2009).

1.3.2.1. Kimyasal buhar yoğunlaştırma yöntemi (CVD)

Kimyasal buhar yoğunlaştırma yönteminin (Chemical Vapour Deposition) en büyük avantajı hemen hemen her tür malzemeye uygulanabilir olmasıdır. Başlangıç malzemesi olarak pahalı olmayan ve kolay ulaşılabilir malzemeler kullanılabilmekte ve topaklanmamış parçacıklar üretilebilmektedir. Elde edilen parçacıkların boyutu ve şekli gibi önemli karakteristik özellikleri taşıyıcı gazın akış hızı, başlangıç malzemesinin ayrışma sıcaklığı gibi parametreler başta olmak üzere bazı parametrelerden etkilenir. CVD yöntemiyle nano parçacık üretimi haricinde, katkılanmış ve kaplanmış yüzeyler de üretilebilir (Wang ve ark., 2003; Ateş ve Bahçeci, 2015).

Bu işlemde yüksek sıcaklık altında gaz fazında olan malzeme, bir plaka veya katalizör üzerinde nanomalzemeye dönüşür. Bu sayede çok saf, yüksek performanslı katı nanomalzemeler elde edilir (Ateş ve Bahçeci, 2015). Sistemde parçacıkların

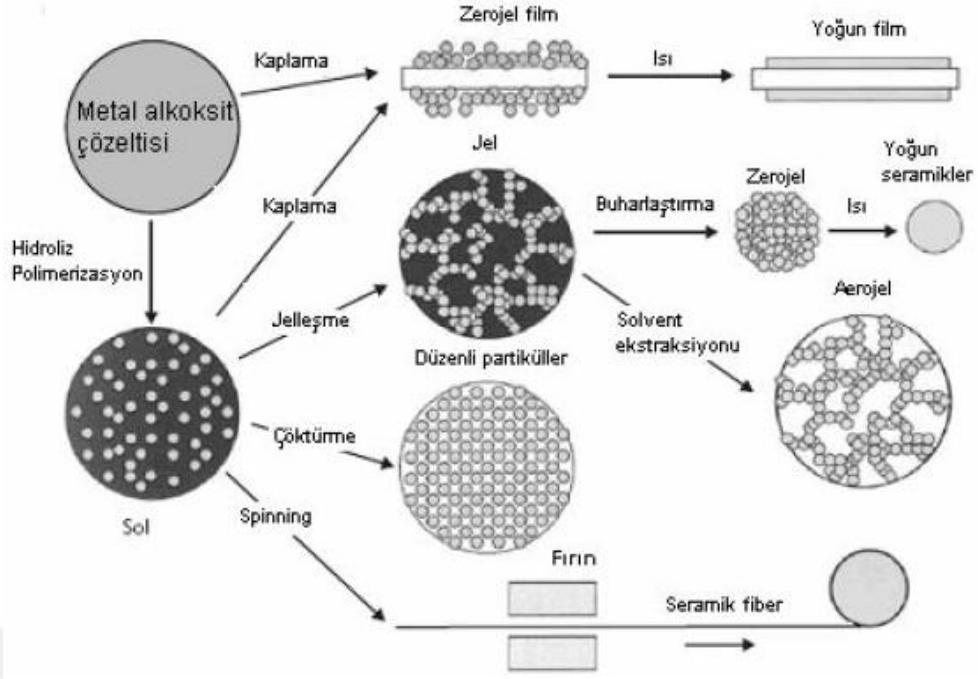
taşınmasını sağlamak amacıyla sisteme taşıyıcı gaz verilir ve başlangıç malzemesinden ürün elde edilmesine kadar sürekli bir işlem söz konusudur (Lee ve ark., 2004).

1.3.2.2. Lazer metodu

Katıların gaz ya da vakum altında lazer metoduyla parçalanarak nanoparçacıkların oluştuğu üretim yöntemidir. Yüksek sıcaklık ve belirli bir basınç altında bulunan malzemeye uygulanan lazer ışınları, malzeme üzerinden nanoparçacıkların kopmasını sağlar. Böylece üretim gerçekleşmiş olur. Bu yöntem, pahalı bir donanımın kullanımını gerektirmektedir. Kimyasal yöntemlere göre ise çöktürme hızı oldukça düşüktür. Genellikle, enerji dönüşümü verimsizliği sebebi ile de pahalı bir yöntemdir (Dolgaev ve ark., 2002).

1.3.2.3. Sol-jel metodu

Sol-Jel yöntemi metal alkoksit ve inorganik tuz gibi başlangıç çözeltilerin hidroliz ve yoğunlaşma reaksiyonlarına dayanan nanoparçacık üretim yöntemidir. Sol-jel yönteminin oldukça pahalı ve zahmetli olmasına karşın nano parçacık üretiminde tercih edilmesinde, bu yöntemin üstün bazı avantajları büyük rol oynamaktadır. Bu avantajlar; minerallerden ve kimyasallardan, arzu edilen boyutta ve şekilde malzemelerin kontrollü bir şekilde, moleküler ölçekte homojen olarak, geliştirilmiş süreç adımlarıyla üretilebilmesi şeklinde sıralanabilir. Ancak sistemin pahalı ve zahmetli olmasının dışında en büyük dezavantajı, elde edilen ürün miktarının giren ürüne göre çok küçük olması yani verimin çok az olmasıdır (Lee ve ark., 2004; Sadeghzadeh-Attar ve ark., 2007). Sol-Jel yöntemi nanoparçacık üretimi dışında yoğun malzemelerin üretiminde, ince film yüzey kaplamalarında ve fiber üretiminde de tercih edilmektedir. Sol-jel yöntemiyle bu malzemelerin üretiminin şematik gösterimi Şekil 1.3' te görülmektedir.

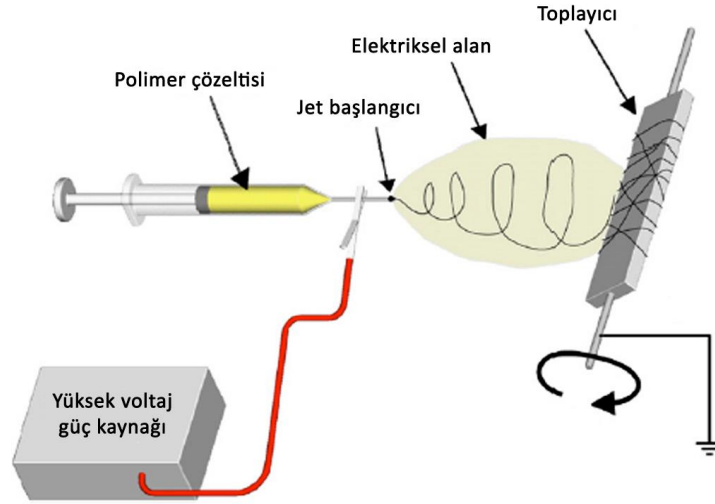


Şekil 1.3. Sol jel metodu şematik gösterimi

1.3.2.4. Elektro-eğirme yöntemi

Elektro-eğirme; polimerler, kompozitler ve seramikler gibi çok çeşitli malzemelerden çok küçük elyaflar oluşturmak için kullanılan basit ve etkili bir üretim tekniği olmakla birlikte bu teknik, elektriksel olarak yüklenmiş sıvı polimerin topraklanmış bir yüzey üzerinde sürekli elyaf formunda konumlanması esasına dayanmaktadır (Andrady, 2008). Polimer esaslı nano elyaf üretimi için en etkin yöntem elektro-eğirme yöntemidir. Bu yöntemle pek çok polimerden çapları 3 nm 'den 1 µm ve üzerine kadar değişen kalınlıklarda sürekli nano elyaflar elde edilebilmektedir (Huang ve ark., 2003).

Elektro-eğirme yöntemi ile polimer çözeltisi ya da eriyiğinden fiber çekiminde, yüksek gerilim kullanılarak polimer elektriksel olarak yüklenmekte, ince jet düzesinden çıkan polimer jeti, düzenin karşısına yerleştirilmiş olan topraklanmış hedefe doğru akmaktadır. Bu akım sırasında polimer jeti çok ince lifçikler halinde saçılmakta ve bu sayede nano seviyede çapa sahip fiberler elde edilebilmektedir. Şekil 1.4.' te elektro-eğirme sistemi görülmektedir.

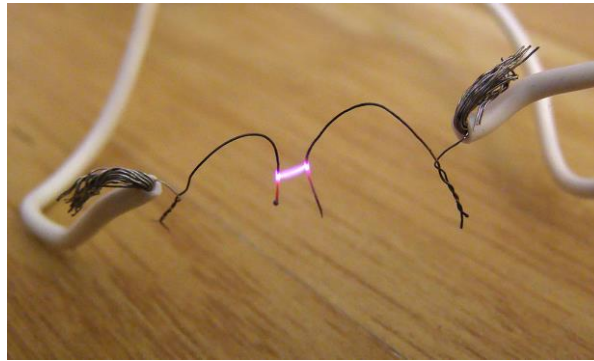


Şekil 1.4. Elektro-eğirme yöntemi şematik gösterimi

1.3.2.5. Ark deşarj yöntemi

Ark deşarj yöntemi 1991 yılında saf grafit elektrotlar kullanılarak, 100A değerinde doğru akım ile fulleren üretimi sırasında nanotüplerin varlığının tespit edilmesi ile bulunan bir yöntemdir (Iijima, 1991).

Ark, gerilimin etkisiyle katottan çıkan elektronların büyük bir hızla anodu bombardıman etmesiyle oluşur. Bu oluşum moleküler boyutta meydana gelen bir patlama olayıdır. Temas noktasında yüksek akım yoğunluğu nedeni ile katottan elektron yayılır. Bu esnada moleküller parçalanarak iyon haline gelir. Elektrotlar arasında iyonlaşma sonucu akan akıma ark denir (Şekil 1.5). Ark patlamalarında yüksek sıcaklıklar o noktayı çevreleyen havanın hızlı bir şekilde ısınmasına ve yüksek hava basıncının oluşmasına neden olur. Metal elektrotlar üzerindeki ark sıcaklığı 2000 °C-3000 °C, karbon elektrotlarda 3000 °C-4000 °C, ark içerisindeki gaz sıcaklığı 5000 °C-8000 °C civarındadır. Aşağıda gösterilen resimde iki tel arasında oluşan ark gösterilmiştir.



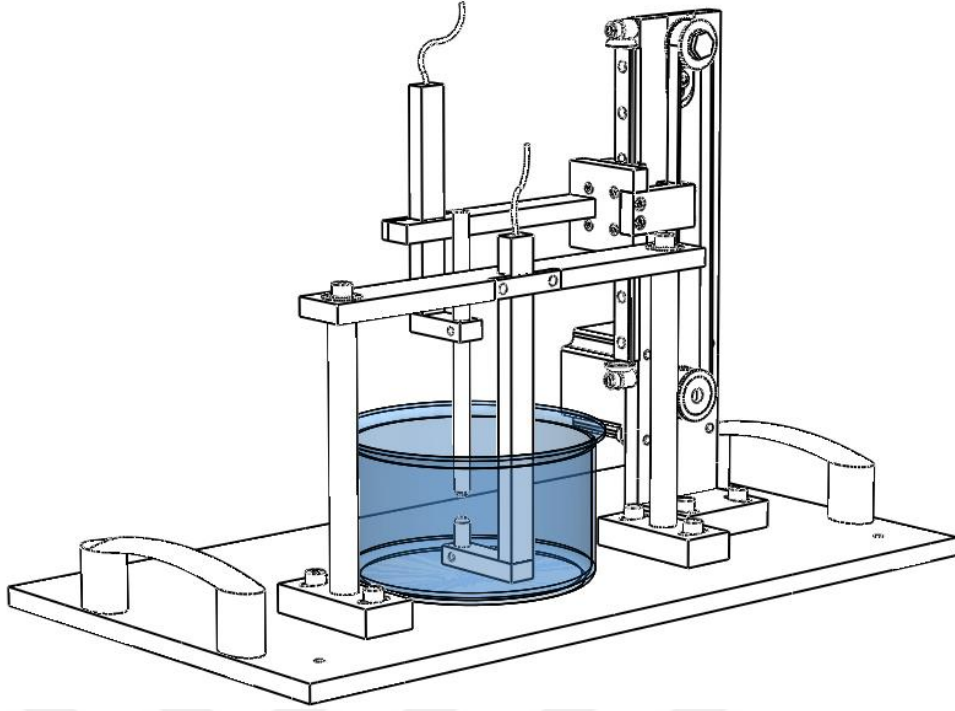
Şekil 1.5. Ark oluşumu

İki elektrot arasına konulan yalıtkan maddeden oluşan bir sisteme uygulanan yüksek gerilim sonucu yalıtkan madde içerisinde bir miktar boşalma meydana gelir. Gerilim belli bir seviyeye ulaştığında ise yalıtıkanda tam bir boşalma olayı gerçekleşmiş olur. Buna delinme, boşalma veya deşarj denir. Yalıtkan malzemelerin delinmeye başladığı gerilim o malzemenin delinme dayanımıdır. Delinme gerilimi katodun yapıldığı malzemeye bağlı olarak değişim göstermemektedir. Ortam basıncına ve deşarj esnasında akan akım değerine göre bir sınıflandırma yapıldığında;

- Işıklı deşarj; eğer basınç düşük (Atmosfer basıncının altında) ve akım kaynağının gücü düşük ise o zaman meydana gelen deşarj ışıklı deşarj adını alır.
- Kıvılcım deşarjı; yüksek basınç ve düşük güçlerde (küçük akımlarda) deşarj inceler ve bir kanal boyunca gelişir. Bu tür deşarj olayları kıvılcım deşarjı adını alır.
- Ark deşarjı; hem yüksek basınç hem de yüksek akımda (yüksek güç) deşarj meydana geliyorsa bu tür deşarjlara ark deşarjı adı verilir. Ark deşarjında akım çok yüksek değerlere ulaşır ve ark sıcaklığı ile elektrot sıcaklığı hızla yükselir.

Ark yöntemindeki esas ilerlemeler 1990' ların son yarısında gerçekleşmiştir. Katalitik katkıları, atmosfer gazı, basınç akış hızı, elektrot malzemeleri ve boyutları, elektrik alan gücü gibi parametreler ayrıntılı olarak incelenmiştir. Ne var ki ark yönteminin verimi ve sentezlenen ürünlerin özellikleri, reaktör ebadı ve geometrisi, soğutma aygıtları nedeni ile ortaya çıkan ısıl gradyanlar ve üretim sistemine has diğer bazı parametrelere de bağlıdır. Çalışmalar arası bu farklılıklar nanoparçacık için genel bir veri oluşumunu zorlaştırmaktadır (Bae ve ark., 2002).

Ark deşarj yöntemi, yüksek üretim hızı ve yüksek kristal nitelikli ürün eldesi gibi üstünlükleri ile nanoparçacık üretiminde önemli bir yere sahiptir. Bununla birlikte ancak kesikli işletimle çalışabilme, plazma sürecinin denetimindeki zorluklar ve ölçek büyütmenin neredeyse imkânsız olması gibi ciddi dezavantajları da bulunmaktadır. Bu sebeple birçok araştırmacı bahsedilenler ve ilişkin sorunlar üzerine yoğunlaşmıştır. Araştırmacılar 'Dönen elektrotlu plazma süreci, 'PREP' kullanarak daha kararlı bir ark plazma elde etmişlerdir. Bu yaklaşımda, anot kendi eksenine etrafında hızla döndürülerek mikro boşalmaları daha düzgünce dağıtarak kararlı bir plazma oluşturmuşlardır. Böylece anot daha tekdüze biçimde tükenerek tepkime süresi uzamıştır. Yüksek verimin yanı sıra dönme hızı arttıkça oluşan nanoparçacıkların boyutlarının daha da küçüldüğü, dolayısı ile de çap denetiminin mümkün olduğu tespit edilmiştir (Bae ve ark., 2002).



Şekil 1.6. Ark deşarj ünitesi şematik gösterimi

Şematik gösterimi Şekil 1.6' daki gibi olan ark deşarj ünitesinde biri anoda diğeri katoda bağılı olmak üzere iki elektrot vardır. AC ya da DC özellikli güç kaynağından uygulanan gerilim sonucu nötr ortamda bulunan elektrotların birbirine doğru hareketiyle ark başlamış olur. Arkın oluşum esnasında katottan çıkan elektronlarla parçalanmış moleküller iyon haline gelerek ortamda bulunan saf su ya da sıvı azot içerisine dağılırlar. Elektrotlara bağılı metal çubukların ileri geri hareketi sayesinde arkın devamlılığı sağlanarak üretim yapılmış olur. Üretimden sonra sıvı içerisine dağılılan nanoparçacıklar vakum pompası yardımıyla nanoboyutlu filtrelerden geçirilerek elde edilmiş olur.

2. KAYNAK ARAŞTIRMASI

Bilim insanları tekrarlanabilir doğru akım verilen içi boş metal yüzeyler üzerine magnetron püskürterek amorf karbon filmleri üretmeyi hedeflemişlerdir. Bu yöntemi kullanarak CHC (silindirik içi boş katot) ile karbon filmleri yapma tekniği ilk kez Sumera Javeed ve ark. tarafından kullanılmıştır (2011). Raman spektroskopisi, ark deşarjından grafit ve elmas benzeri yapıların varlığını ortaya koyarken, CHC magnetron püskürtme sırasında grafit benzeri yapıların hâkim olduğu görülmüştür. Ark deşarjından alınan numunelerin X-ışını kırınımı yöntemi ile incelenmesi sonucu altıgen formdaki Al_4C_3 nano çökeltisi, bakırda elmas ve altıgen karbon oluşumu gösterirken, manyetik püskürtme sırasında amorf karbon filmlerinin elde edildiği görülmüştür. Yüzeyin taramalı elektron mikroskop görüntüleri ark deşarjında karbon parçacıklarının gevşek yığınlarının bir birleşimini gösterirken, magnetron püskürtme için yapılar pürüzsüz kenarlar ve ince taneler ile düzenli bir şekilde olduğu gözlemlenmiştir.

Darbe ark deşarjı çökmesi ile karbon/karbon (C/C) kompozitleri üzerinde $AlPO_4$ -SiC-MoSi₂ oksidasyon koruyucu kaplama üretimi üzerinde araştırma yapılmıştır. Yoğun çalışmalar sonucunda 1873 Kelvin' de oksitleyici bir atmosfer ortamında C/C kompozitlerinin yüzeyleri termal şok direnci ile karakterize edilmiştir. Sonuç olarak Hao ve ark %0.57 g ağırlık kaybıyla 44 saate kadar oksidasyona karşı korunabilen etkili bir kaplama yapmayı başarmışlardır (2013).

Karbon iplikleri ve karbon nanotüpleri için iyi bilinen sentez yöntemleri DC ark deşarjı, lazer ablasyon ve katalitik işlemleridir. Elde edilen konfigürasyonlar, sıcaklık, basınç ve alt tabakaların desenlenmesi gibi çalışma koşullarından oldukça etkilenir. H. Salah ve ark, hızlı parçacık ışınlanması altında karbon lif oluşumunu konu edinmişlerdir (2007). Karbon liflerinin MeV D^+ ile ışınlanmış grafitle üretildiği bir çalışmadır. Çıkan maddeyi toparlamak için kullanılan parlak silikondan oluşan numuneleri analiz etmek için X-ışını kırınım yöntemi kullanılmıştır. SEM görüntüleri de malzemelerin çok karmaşık yapıya sahip olduğunu göstermiştir.

Araştırmacılar atmosferik ark deşarjında çok duvarlı karbon nanotüplerinin katalitik metal içermeyen oluşumu üzerinde çalışma yapmışlardır (Kim ve ark., 2012). Atomik koşullar altında stabilize edilmiş ark deşarjı kullanarak metalik olarak saf olmayan, nano boyutlu, kısa cidarlı karbon nanotüpler (MWCNT) bir bant şeklinde sentezlenmiştir. Tüplerin düzensiz iç bölgeleri, 2000 °C' de ısıtılma tabi tutulmasıyla içi boş çekirdeklere genişletilmiştir. Arktaki tüplerin büyüme süreci için önerilen

makroskobik modelin elektro-eğirme işlemdeki elyaf oluşumunu andırdığı görülmüştür. Termal olarak aktifleştirilmiş karbon iyonu ve buharı yapışkan karbon kümelerini oluşturur. Bu kümelenmelerdeki biriken yükün tüplerde uzamaya sebep olduğu görülmüştür.

Plazma katot esaslı gaz deşarjında hazırlanan elmas benzeri a-C:H kaplamalarının karşılaştırılması ve vakumlu ark ile biriktirilen ta-C kaplamaları hakkında çalışma yapılmasını hedeflenmiştir. İçi boş katot darbeleri DC deşarjında asetilenin ayrışmasına dayanan amorf karbon kaplama çöktürme yöntemini araştıran N.V. Gavrilov ve ark., çalışmalar sonucunda 0.1-10 µm kalınlığındaki a-C:H filminin, tungstenli karbür ve paslanmaz çelik alt tabakalar üzerine 0.5-8 µm/sa' lik bir biriktirme hızında çökeldiğini gözlemlemişlerdir (2010). Kaplamalar atomik kuvvet mikroskobu (AFM), taramalı elektron mikroskopisi (SEM) ve Raman spektroskopisi (RS) metotları kullanılarak araştırılmıştır. Aritmetik ortalama yüzey pürüzlülüğü 9-34 nm, sürtünme katsayıları 0.01-0.3, yoğunluk 2.2-2.4 g/cm³, mikro sertlik 16-75 GPa ve filmlerdeki iç gerilimler 3-7 GPa ölçülmüştür. Katodik vakum arkı birikimiyle elde edilen ta-C kaplamanın özellikleriyle a-C:H kaplamanın özellikleri arasında karşılaştırma yapılmıştır.

Kontrollü sentez, verimli arıtma ve karbon nano-soğan ark deşarjının elektrokimyasal karakterizasyonu hakkında çalışma yapmayı kendilerine hedef belirleyen bilim adamları, çok katmanlı karbon kabukları ile çevrelenen içi boş bir çekirdeğe sahip ark ile üretilen karbon nano-soğanın (A-CNO), benzersiz yapısal ve elektronik özelliklere sahip olduğunu görmüşlerdir (Borghain ve ark., 2014). A-CNO büyümesi ve saflaştırılmasını, termogravimetrik analiz (TGA), yüksek çözünürlüklü transmisyon elektron mikroskobu (HRTEM), Raman spektroskopisi ve X-ışını kırınımı (XRD) kullanılarak araştırmışlardır. A-CNO' nun kontrollü sentezi, verimli arıtılması ve mükemmel elektro katalitik özellikleri, biyolojik algılama, yakıt hücresi katalizörleri ve enerji depolama cihazları dâhil olmak üzere bu materyallerin çeşitli uygulamalar için kullanılmasını sağlayacaktır.

Katodik ark iyon kaplama yöntemi ile Ni-TiN nanokompozit filmlerin biriktirilmesi üzerinde çalışma yapan bilim adamları, bu yöntemi kullanarak Ni ve TiN içeren kalın kompozit filmler hazırladıktan sonra Ni ve TiN' i aynı anda azot atmosferi altında vakum ark deşarjı ile buharlaştırmışlardır. Buharlaştırıcıda bulunan manyetik alan sadece küçük boyutlu iyonize parçacıkları alt tabakaya taşıdığından, makro parçacıklar filmden kolaylıkla atılmıştır ve düzgün bir ince yapı elde edilmiştir. TEM ve

XRD ile incelenen Ni ve TiN parçacıklarının 5-10 nm olduğu gözlemlenmiştir. Ayrıca filmlerin mekanik özelliklerini araştırmak için sertlik ölçümleri de yapılmıştır. Filmin sertliği, filmin TiN içeriğinin artmasıyla arttığı gözlemlenmiştir. Ni ağırlıklı filmlerin kalıcı gerilmeleri 0.05-0.5 GPa iken; TiN ağırlıklı filmlerin kalıcı gerilmeleri 1-3 GPa olduğunu deneysel sonuçlar neticesinde keşfedilmiştir (Irie ve ark., 1997).

Süfaktan indirgemesi ile nanoparçacıkların kapsüllenmesi konusunu esas alan araştırmacılar ferromanyetik geçiş metali parçacıklarının oksitleyici bir atmosfer altında dengelenmesini, ferromanyetik oksit parçacıklarının potansiyel uygulamalarda kullanılmasına sebep olacağını düşünmüşlerdir. Deneysel çalışmada kullanılacak maddelerin metal partikülleri, oksitleyici atmosferde kararlı bir malzeme ile kapsül yoluyla elde edebileceklerini hedeflemişlerdir. Parçacıklar öncelikle yüzey aktif cismi ile kaplanır ve kaplanmış partiküller belirli bir süre He gazı ve ark deşarjı ile dolu bir ark-deşarj odacığına yerleştirilir. Bu işlemde, He atomları iyonlaştırılır ve parçacığın yüzeyindeki He iyonlarının bombardımanı süfaktanını azaltır ve parçacığın kapsüllenmesine yol açar. Bu yöntem kullanılarak elde edilen parçacıklar XRD, FTIR, TEM ve XPS ile karakterize edilmiştir (Jeyadevan ve ark., 1996).

Yeni bir yöntem olan katodik ark püskürtme, tercih edilen yönlendirmeye karbon kümelerinin enerji depolanmasında kullanılmıştır (Lattemann ve ark., 2010). Karbon filmlerini yüksek gerilim darbesi uygulayarak magnetron kızdırma deşarjından üretmişlerdir. Katodik arkla üretilen proseste meydana gelecek geniş makropartiküllerin oluşumunu önlemek için ark hızla söndürülmüştür. M. Lattemann ve ark, kümelenmelerinin yüklendiği bu yönlendirilmiş tabakaların oluşturulması için seri üretime uygun bir mekanizmanın araştırılıp geliştirilmesini önermişlerdir.

Sano ve ark, su içerisinde ark deşarj yöntemini kullanarak inorganik molibden disülfür fullerenlerin üretimini konu almışlardır (2003). Kapalı kafesli fulleren benzeri molibden disülfür (MoS_2) nano parçacıkları, grafit katot ve saf su içine batırılmış mikroskobik MoS_2 tozu ile molibden anot arasında ark deşarj yoluyla elde edilmiştir. Oluşan parçacıkların elektron mikroskobuyla incelenmesi sonucu 5-15 nm çaplı 2-3 tabakadan oluştuğunu tespit etmişlerdir.

Etanol içine batırılmış atımlı ark ile üretilen mikro ve nanoparçacıkların özellikleri inceleyen N. Parkansky ve ark, yaptıkları çalışmada Ni-C tozlarını, saf etanol içine batırılmış Ni elektrotları arasında atımlı bir ark kullanarak sentezlenmişlerdir (2006). Partikül büyüklüğü dağılımını, yüksek çözünürlüklü iletim elektron mikroskobu (HRTEM) kullanarak incelemişlerdir. 25 dakika çöktürme süresinden sonra partikül

çaplarının 3-30 nm aralığında olduğu ve dağılımın deşarj enerjisine bağlı olduğu bilim adamları tarafından görülmüştür. Uygulanan elektrik ve manyetik alanların etanoldeki parçacık hareketi üzerine etkileri de incelenmiştir.

Bing Zhou ve ark, darbeli katot ark deşarjı ile Ti ve TiN ara tabakalı iyonik azot katkılı CN_x iki katmanlı filmlerin büyüme özelliğini incelemiştir (2016a). Arayüzey elektron spektroskopisi, X-ışını fotoelektron spektroskopisi, Raman spektroskopisi ile nano yapıların kimlikleri, yüzey profilometre ile arayüzey ve puls frekansına bağlı olarak yüzeydeki element dağılımı, yapılaşma kompozisyonları, mikroyapı ve CN_x (N+) çift katmanlı filmlerin mekanik özelliklerini incelenmiştir. Sonuç olarak; CN_x (N+) çift tabakalarının ara yüzündeki C atomlarının difüzyon derecesinin, aynı ara tabakaya sahip C ve CN_x (N₂) çift tabakalardan daha yüksek olduğunu gözlemlemiştir.

Nanoparçacık üzerinde çalışma yapan araştırmacılar doğal Ni dolgulu karbon nanotüplerinin, sıvı etanol içinde lokal ark boşaltımı ile büyümesini incelemiştir (Sagara ve ark., 2014). Karbon nanotüplerin (CNT) silindirik geometrisi, metal katalizörleri ile doldurulmalarını sağlar. Yani metal dolgulu CNT' ler dolgu metaline bağlı olarak farklı özelliklere sahip olabilir. Bu çalışmada Takuya ve arkadaşları Ni' nin sıvı etanolde lokal ark deşarjı ile Ni doldurulmuş CNT' lerin sentezi üzerinde çalışmışlardır. Sentezlenmiş Ni doldurulmuş CNT' lerin yapısal özellikleri transmisyon elektron mikroskobu (TEM) ile incelendikten sonra Ni dolu CNT' lerin uzunluğu ve çapı arasındaki ilişki gözlemlenmiştir. Sonuç olarak kapsüllenmiş Ni, X-ışını spektroskopuyla tanımlandıktan sonra nano ışın kırınımı ile tek kristal bir yüzey merkezli kübik yapıya sahip olduğunu bulmuşlardır.

Bilim insanları DC ark deşarjı ile hidrojen atmosferinde anot yüzeyinde yüksek saflıkta lifli karbon birikimi üzerinde araştırma yapmışlardır (Kajiura ve ark., 2002). Yaptıkları çalışmada hidrojenli DC ark-deşarjında ısıtılmış bir anot yüzeyinde 25-100 nm çapında yüksek saflıkta elyafli karbon ürünlerinden oluşan kırılğan gözenekli bir yapı elde etmişlerdir. Taramalı elektron mikroskobu ile incelenen sonuçlarda; bambu yapısı, içi boş bir çekirdekle, çekirdeksiz boş bir yapı gibi üç tip nano yapılandırılmış lifli ürün gözlemlemiştir. Lifli ürünlerin nanoyapısının, katalitik metal parçacıklarının boyut ve morfolojisine bağlı olduğunu düşünmüşlerdir.

Su içerisinde karbon ark deşarjında hareketli karbon parçacıklarının yönelimini artırmak için manyetik alanın etkisini incelemiştir. Ürünlerin analizleri yapıldıktan sonra manyetik alan olmadan elde edilenlerle karşılaştırılmıştır. Yapılan gözlemler sonucunda Gang Xing ve ark, manyetik alana sahip suda bir yay tarafından oluşturulan

katot çökmesindeki çok duvarlı karbon nanotüplerinin saflık ve kalitesinin hem iyileştirildiğini hem de tortulaştırmada silindir benzeri karbon yapıları bulunduğunu gözlemlemişlerdir (Xing ve ark., 2009).

Sıcak katot ark deşarjlı plazma sisteminde işlem gören nano kristal TiN_x ince filmlerin yapısal ve mekanik özelliklerine negatif ön gerilim voltajının etkisi araştırılmıştır (Singh ve ark., 2016). Ti ince filmleri, bir cam tabaka üzerinde DC püskürtme ile büyütülüp sonra sıcak katot ark deşarj plazma sisteminde nitrülenmiştir. Saf Ti ince filminin sertliği 3.06 GPa' dır ve bu değer negatif ön gerilim voltajının 140 V' a yükselmesi ile 16.08 GPa' a kadar yükselir. Daha sonra 240 V' luk ön gerilimde 15.05 GPa' a düşer. Kristalit boyutu ve yüzey pürüzlülüğünde de benzer bir çeşitlilik gözlemlenmiştir. Kristalin boyutunun 11.1 nm' den 14.8 nm' ye (140 V için) arttığı ve daha sonra 240 V için 11.9 nm' ye düştüğü bulunmuştur. Yüzey pürüzlülüğü 2.78 nm' den 6.84 nm' ye (140 V için) artarken, bu değer 240 V' da 4.14 nm olarak tespit edilmiştir. Optik ve elektriksel ölçümler, negatif ön gerilim voltajının bant aralığı ve filmlerin direnci üzerindeki güçlü etkisini de ortaya koymaktadır.

Bilim insanları sıvı içerisinde ark deşarj yöntemi ile üretilen karbon nanomalzemelerinin enine manyetik alan oluşumuna etkisini incelemişlerdir. Karbon nano ürünlerinin yapılarını ve verimlerini değiştirmek isteyen Gang Xing ve ark, sıvı içinde (de-iyonize su, sıvı azot) ark deşarjına enine manyetik alan (TMF) uygulamışlardır. İki grafit elektrot arasındaki ark deşarjını sağlamak için doğru akım kullanılmış ve bazen katalizör olarak delinmiş anotlara kobalt tozu doldurulmuştur. Taramalı elektron mikroskobu ve yüksek çözünürlüklü transmisyon elektron mikroskobu nano ürünleri araştırmak için kullanılmıştır. Bazı yeni karbon nano yapıları TMF' nin etkisi ile elde edilmiştir. Suda ark deşarjı için sırasıyla katot çökeltlerinde ve kayan ürünlerde birkaç katlı kıvrılmış çok duvarlı karbon nanotüpleri ve nano yapılar bulunmuştur. Sıvı azottaki ark deşarjı için, katot birikimlerinde tek duvarlı karbon nanotüplerinin katlanmalarının ortaya çıktığını ve yüzen ürünlerdeki küresel nano parçacıklarının verimlerinin arttığını görmüşlerdir (Xing ve ark., 2007).

Kayan arkın elektriksel ve ses özellikleri boşluk mekanizmasını analiz etmek ve tartışmak üzere alınmış olup; boşluk mekanizması ve plazma düzgünsüzlüğü nedeniyle çok karmaşıktır (Aoqui ve ark., 2016). Bu çalışma kayma ark deşarjı esnasında deşarj akımı ile ses arasındaki ilişkiye odaklanmaktadır. Deşarj akımı ve deşarj sesi dalga formlarının ölçülmesi ve analizi yapılmıştır. Havadaki bir darbe deşarjından sonra

sıkıştırma dalgasının oluşumunu gözlemlemek için yeni optik dalga mikrofon tekniği tanıtılmıştır.

Ark deşarj yöntemiyle karbon nanomateryali üretiminde anot yüzey sıcaklığının ölçülmesini araştıran Feng Liang ve ark., ünitenin anot yüzeyinde nano grafit parçacıkları, çok duvarlı karbon nanotüp (MWCNT) ve pirolitik grafit hazırlamışlardır (2014). Atmosfer basıncında helyum ortamında ark deşarjı için grafit elektrotlar kullanmışlardır. Nanoboyutlu karbon ürünleri taramalı elektron mikroskobu ve transmisyon elektron mikroskobu ile karakterize edilmiştir. Ark deşarjı sırasında anot yüzeyinin sıcaklık dağılımını ölçmek için iki renkli pirometre ile yüksek hızlı bir kamera kullanılmıştır. Pirolitik grafit, MWCNT ve nano-grafit parçacıklarının büyüme sıcaklığı sırasıyla 2400-2600 K, 2600-2700 K ve 2700-3500 K aralığındadır. Anot yüzeyinin lokal sıcaklığı, farklı morfolojilere sahip ürünleri belirlemek için kritik bir parametredir. Bu karbon nano malzemelerinin oluşum mekanizması, anot yüzeyinin yerel sıcaklığına ve termodinamik kararlılığını göz önünde bulundurarak önerilmektedir.

Çok cidarlı karbon nanotüplerinin nano manipülatör ile mekanik ve elektriksel özellikleri incelenmiştir (Jang ve ark., 2011). Tekli ve çok katlı karbon nanotüplerin mekanik ve elektriksel özellikleri nano manipülatör tarafından bir taramalı elektron mikroskobu ile incelenmiştir. Nano manipülatör tarafından kontrol edilen bir tungsten ucu ile MWCNT' ye mekanik zorlama uygulanmıştır. Bu deneyde kullanılan MWCNT' ler ark deşarj yöntemi ile üretilmiştir. MWCNT için çekme testi esnasındaki yük tepkisi kuvvet sensörü kullanılarak tespit edilmiştir. Çekme testinden sonra oluşan MWCNT' deki çatlak alan kuvvet mikroskopisi kullanılarak incelenmiştir. MWCNT' nin dayanımı yaklaşık 41.01 GPa' dır ve elastik modül 0.98 TPa olarak hesaplanmıştır. Ek olarak, nanotüp ve tungsten ucu arasındaki temas direnci, elektron ışın maruziyeti esnasında karbon birikimi eklenince azalmıştır.

Araştırmacılar doğru akım ark deşarj yöntemi uygulanarak hazırlanan Wurtzite-GaN tek kristallerinin mikro analizini incelemişlerdir (Yu ve ark., 1996). Başlangıç malzemesi olarak galyum ve H_2+NH_3 kullanarak galyum kristallerini üretmişlerdir. İletim elektron mikroskobu ile incelendiklerinde büyütülmüş GaN kristallerinin tek kristalli yapıya sahip olduğunu görmüşlerdir. Numunelerin bileşimi ve mikro yapısını belirlemek için hem X-ışını mikro analizleri hem de nano-prob kırınım teknikleri kullanılmıştır.

L. Incerti ve ark, fiziksel buhar çökeltme ark deşarjı ve magnetron püskürtme ile nanoyapılı kendiliğinden kayganlaştırılmış CrN-Ag filmlerinin çökeltmesi üzerine çalışma yapmışlardır (2011). CrN-Ag nano yapılı kaplamalar, düşük alaşımlı çelik yüzeylere fiziksel buhar emdirme (PVD), reaktif mikron püskürtme ve PVD reaktif ark deşarj buharlaştırması vasıtasıyla biriktirilir. İki farklı film morfolojik, kimyasal ve tribolojik olarak karakterize edilmiştir. Kullanılan tekniğe bağlı olarak, depolanmış film farklı morfolojiyi gösterir, ancak her iki durumda da Ag nano kümeleri yüzeyde bulunur. Tavlama, sıcaklığa bağlı olarak, yüzeysel Ag kümelerinin kaba yapışmasına ve CrN matrisinin dışına ayrılmasına yol açar. Hangi çökeltme tekniği kullanılırsa kullanılsın 600 °C tavlama işleminden sonra yüzey, hemen hemen sürekli bir Ag tabakası ile kaplanır. Farklı sıcaklıktaki tribolojik testler, her iki kaplamada da en düşük sürtünme katsayısının 600 °C' de olduğunu göstermektedir. Aşınma izlerinin analizi, böyle düşük bir sürtünmenin kendinden yağlamayı mümkün kılan CrN dışı matrisin sürekli Ag ayrımıyla ilgili olduğunu ortaya koymaktadır.

Holmiyum nitrür (HoN) nanokristalitlerini plazma ark deşarj tekniği ile sentezleyen Dongsoo Kim ve ark, manyetokalik özelliklerini incelemek üzere incelemede bulunmuşlardır (2015). HoN, nitrojen gazın etkisi altında oluşturulmuştur. N₂ gazı, sabit bir akımda muhafaza edilen iki elektrot arasındaki ark deşarjı için aktif bir element olarak kullanılmıştır. Buna ek olarak, N₂ gazı sadece indirgeme maddesi olarak değil aynı zamanda HoN faz oluşumu için uyarılmış nitrojen molekülleri ve azot iyonu olarak da önemli bir rol oynamıştır. Ar ve N₂ arasındaki kısmi basıncın oranı, minimal safsızlıklarla tek fazlı HoN elde etmek için sistematik olarak değiştirilmiştir. Sentezlenen HoN nanoparçacıkları 14.2 K' de bir geçiş sıcaklığı ile 27.5 J/kg K' lık bir manyetik entropi değişikliği göstermiş ve böylece H₂' nin yeniden sıvılaştırılmasına yönelik olarak etkili bir düşük sıcaklıktaki manyetik soğutucu madde malzemesi olarak uygulanabilme özelliklerini ortaya koymuştur.

Araştırmacılar ark deşarj ile farklı yapılara sahip saf C nanotel/karbon nanotüp koaksiyal nano kablolarının sentezini incelemişlerdir (Ding ve ark., 2011). Saf Cu nanotel/karbon nanotüp (Cu/C) koaksiyal nano kablolar ark atımı ile imal edilen bir proseten meydana gelir. Cu/C nano kablolarının mikro yapı ve morfolojisi X-ışını kırınımı (XRD), taramalı elektron mikroskopu (SEM) ve yüksek çözünürlüklü transmisyon elektron mikroskopu (HRTEM) ile araştırılmıştır. XRD sonuçları bakır karbid nanokristallerinin nanokürelerde oluştuğunu ve Cu/C nanokürelerin büyümesinde önemli bir rol oynadığını ortaya koymaktadır. Hazırlanan Cu/C nano

kabloları; iyi doldurulmuş Cu/C nano kabloları, simetrik Cu/C nano kabloları ve çift kapsüllü Cu/C nano kabloları olmak üzere üç farklı yapı sergilemektedir. Farklı yapılar sahip Cu/C nano kablolarının üretimi, nanoelektronik aygıtların geliştirilmesi için daha fazla fırsat sunmaktadır. Bunun yanı sıra farklı yapılardaki Cu/C nano kabloların oluşum mekanizmaları da tartışılmıştır.

N. Parkansky ve ark, (2005) nano ve mikro parçacıkların atımlı deşarj yöntemi ile üretimini ve bunların karakterizasyonunu incelemiştir. Nanoparçacıklar, etanol içine batırılmış darbeli bir ark kullanılarak sentezlenmiştir. İki elektrot konfigürasyonu, (a) 1x4 mm ve 10x10 mm grafit elektrotlar ve (b) Ni, W ve çelik çubuk elektrot çifti kullanılmıştır. Sıvı 100 Hz' lik bir tekrarlama frekansında, 100 A tepe akımı, 20 µs süre zarfı ile 5 dk. boyunca arka maruz bırakılmıştır. Numuneler işlem kabının tepesinden sıvının buharlaştırılmasıyla daha sonra kalanının toplanmasıyla elde edilmiştir. Numuneler HRTEM, HRSEM, XRD ve Xray fotoemiyon spektroskopisi (XPS) ile incelenmiştir. İncelemeler sonucu elde edilen parçacıkların soğan benzeri bir yapıya sahip olduğu görülmüştür. Oluşan parçacıkların boyutları 15-20 nm arasındadır ve iç boşluğun çapı yaklaşık 5-8 nm' dir. Bazı durumlarda soğanlar boyutu 50-60 nm olacak şekilde birlikte kümelenmiştir. Ni ve W nanopartikülleri Ni ve W elektrotları ile işlenerek üretilmiştir. Parçacıklar, sıvıya batırılmış elektrot çifti arasında potansiyel fark uygulanarak oluşan elektriksel alanla toplanmıştır. 15 µm boyutlarında Ni partikülleri 100 V/mm' lik bir DC elektrik alanına yaklaşık 2.5-3.5 mm/s' lik hızla pozitif elektroda doğru sürüklendiği araştırmacılar tarafından gözlemlenmiştir.

Yapılan çalışmalarda darbeli vakum ark deşarjı ile üretilen WCN' nin yapısal ve kimyasal bileşim analizi araştırılmıştır. R. Ospina ve ark, iki yüzey sıcaklığında darbeli vakum ark deşarj tekniği ile tungsten karbonitrür WCN kaplamalarının yapısal ve kimyasal bileşimleri incelenmiştir (2013). X-ışını kırınımı, fotoelektron spektroskopisi, Fourier Dönüşümü kızılötesi spektroskopisi ve transmisyon elektron spektroskopisi gibi çeşitli karakterizasyon yöntemleri kullanılmıştır. Bu karakterizasyon yöntemleri kaplamaların birkaç faz tungsten karbonitrür (α -WCN), tungsten karbit (W_2C) ve oksitlenmiş tungsten karbit ($W_2(C,O)$) içeren nano kristalin bir matristen oluştuğunu göstermiştir. FTIR spektrumu, N = C = N, C - C, C = C, C - N ve C = N bağlarının varlığını göstermiştir. Bu enerji aralığında karbon bağlarına tekabül eden D ve G bantları ile ilgili iki bölge tespit edilmiştir. Sertliği değerlendirmek için nano çekme tekniği kullanılmıştır. Kaplamalar potansiyel olarak oksidin varlığından kaynaklanan düşük bir sertlik (15 GPa' dan düşük) sergilemiştir.

Çift uyarımlı katot ark kaynağı ile elde edilen Cu-DLC kompozit filmlerin yapısı ve optik özellikleri incelenmiştir. Bakır katkılı elmas benzeri karbon filmleri (Cu-DLC), silikat ve kuvars yüzeylerde, katot ark tekniği ile doğru akım ve darbeli çift uyarma kaynağı ile imal edilmiştir. Filmlerin mikro yapı, bileşim, morfoloji, sertlik ve optik özellikleri Raman, XPS, AFM, SEM, UV-Vis, Lazer Ellipsometre ve Vickers sclerometer ile incelenmiştir. Sonuçlar Cu uyarıcısının Cu-DLC kompozit filmlerdeki sp^2 -C kümelerinin boyutunu, sıralamasını ve miktarını arttırdığını göstermiştir. Mikro yapı parametreleri, Cu içeriğini ağırlıkça % 22.4' e yükselttiğinde artmaktadır. Tüm filmler spesifik nano yapısal bir yüzeye sahipken, daha düşük Cu içeriği Cu-DLC filmlerinde daha ince parçacık oluşumuna neden olduğu görülmüştür. Ark akımı 60 A' den yüksek olduğunda Cu-DLC kompozit filmlerin pürüzlülüğü ve parçacık boyutu, Cu içeriğinin artmasıyla birlikte artmaktadır. Vis-NIR bölgesindeki Cu-DLC filmlerinin ortalama geçirgenliği, Cu içeriği ağırlıkça % 12.6' yı aştığında % 40' tan daha küçüktür. Cu içeriğinin artmasıyla filmlerin optik bant boşluğu (E_g) 3.54 eV' den 0,25 eV' ye düşmüştür. Cu-DLC filmleri için E_g , kırılma indisi ve sönme katsayısı arasındaki ilişkiler bulunmuştur. Bununla birlikte filmlerin mikro yapı ve optik özelliklerinin Cu içeriği değişimi ile dolaylı olarak ilişkisini ortaya koymuştur (Zhou ve ark., 2016b).

Karbon nano materyalleri üretmek için su içinde ark reaksiyon sistemi üzerine çalışma yapılmıştır. Karbon nanotüpleri ve benzer malzemeleri üretebilen 'su içinde ark' reaksiyon sistemi, mikrogravite ortamında benzersiz bir koşul kullanılarak bilim insanları tarafından araştırılmıştır (Sano ve ark., 2008). Bu koşuldan, gaz - sıvı ara yüzünden gaz emisyonu ve ark bölgesinde su buharının yoğunlaşması olmadan gaz kabarcıklarının genişleme oranı hakkında bazı bilgilere ulaşmak hedeflenmiştir. Normal gravite koşuluyla birlikte mikrogravite koşulundan elde edilen sonuçlara ve ark plazması barındırmak için karbon içerikli sıvının kullanımına dayanarak, ilgili reaksiyon alanının önceki modeli değiştirilmiştir. Sonuçta gaz filminin gaz-sıvı ara yüzünde gaz fazında üretildiği ve bu filmin sıvı faza ulaşması için karbon buharını bloke edebileceği bulunmuştur.

S. Kumar ve ark, termal plazma reaktöründe erimiş alüminyumun oksidasyonu ile alüminyum oksit nano parçacıklarının sentezi ve karakterizasyonunu teorik tahmin ile karşılaştırma yapmışlardır (2008). Alüminyum oksit nano tozları termal plazma reaktöründe atmosferik oksijen ile mikron boyutlu alüminyum tozlarının uçuşu esnasındaki reaksiyonuyla oluşturulur. Ticari olarak temin edilebilen mikron boyutlu alüminyum tozları argon kullanılarak taşıyıcı gaz olarak plazma jetine beslenir. Uçuş

sırasında partiküller buharlaştırılır ve atmosferik oksijen ile reaksiyona girer. Reaksiyona giren buhar, reaksiyon odasının suyla soğutulmuş duvarlarında nüveleşir ve yoğunlaşır. Hızlı söndürme nedeniyle, nano boyutta alümin partikülleri oluşturulmuştur. Parçacıklar, X-ışını kırınımı (XRD), taramalı elektron mikroskobu (SEM), geçirimli elektron mikrofisi (TEM) ve EDX ile karakterize edilmiştir. Basit bir model geliştirilmiş ve parçacık boyutu deney sonuçları ile karşılaştırılmıştır. Partikül büyüklüğü için teorik tahminin, deney sonucuyla tamamen uyumlu olduğu görülmüştür.

Araştırmacılar atmosfer basıncı altında ark plazma spreyi ile alüminyum nanoparçacıkların sentezini kendilerine hedef belirlemişlerdir. Bu çalışmada, özelleştirilmiş bir atmosferik plazma püskürtme (APS) tekniği kullanılarak mikronize alüminyum tozu ile alüminyum nanoparçacıkların sentezlenmesinin fizibilitesine değinilmektedir. Charalampos Mandilas ve ark., APS' yi kullanarak nanoparçacık sentezi, başlangıç mikro boyutlu parçacıkların hızlı eritilmesi ve buharlaştırılması, daha sonra yeniden çekirdeklendirilmesi gibi işlemleri başaracaklarına inanmışlardır (Mandilas ve ark., 2013). Özel bir manto sistemi, basitleştirilmiş CFD simülasyonları yardımıyla tasarlanmış ve geliştirilmiştir. Plazma püskürtme sırasında metalin herhangi bir oksidasyonunu önlemek ve gaz haline getirilmiş metalin hızla söndürülmesini hızlandırmak için gerekli inert ortamı (Argon) sağlamışlardır. Oluşan parçacıklar plazma alevinin akış yönünde bir kuvarz filtre yardımıyla toplanmıştır ve elde edilen üretim hızı 2 g/dk. olarak kayda geçmiştir. X-ışını kırınımı, spesifik yüzey alanı ölçümü (BET), transmisyon elektron mikroskobu (TEM), enerji dağılım spektrometresi (EDS) ve termogravimetrik analiz (TGA) yöntemleriyle elde edilen sonuçlarda gözlemlenen tozların neredeyse küresel şekle sahip monokristal metalik alüminyum nanopartikülleri içerdiğini ortaya koymuştur.

Berkmans ve ark. (2014) nano parçacık üretim metotlarından olan arkdeşarj yöntemini kullanarak PET atıklarından dallı, nano kanallı, ultra ince nano karbon tüplerinin sentezi üzerine araştırma yapmışlardır. Polimer atıklarını yararlı ve değerli karbon bazlı malzemelere yükseltmek zor bir süreçtir. Döner katot arkdeşarj tekniğini kullanarak polietilen tereftalat (PET) atıklarından nano kanallı ultra ince karbon tüpleri (NCUFCT) ve çok duvarlı karbon nanotüpleri (MWCNT) oluşturmak için katalizörsüz ve solvent içermeyen yeni bir teknik bulmuşlardır. Anottan elde edilen kurum, anodun düşük sıcaklık bölgesinde, sıcaklığın yaklaşık 1700 °C olduğu, sırasıyla 221 nm ve 100 µm' lik ortalama çapa sahip ultra ince ve nanoboyutlu katı karbon küreler (SCS) içermektedir. Karbon küreleri sırasıyla 364 nm ve 95 nm ortalama çapları ile sıcaklığın

yaklaşık 2600 °C olduğu daha yüksek sıcaklık bölgelerinde uzun "Y" tipi dallanmış ve dallanmamış NCUFACT' lere ve MWCNT' lere dönüştürülür. Katoda biriken kurum, ortalama çapı 20 nm olan MWCNT' lerden ve diğer nanoparçacıklardan oluşur. Anotta bulunan boru şekilli yapılar katottaki kurum içindeki nanotüplere kıyasla daha uzun, bükülmüş ve genellikle daha az grafitleştirme ile sarılmıştır.

Manyetik nano-kompozit parçacıkların sentezi üzerinde çalışma yapan Chen ve ark. (2002) karbon nanoparçacıklarını ark deşarj düzeneği kullanarak sentezlemiştir. Manyetik metal dolu nano kapsüller, mıknatıs kullanılarak manyetik olmayan karbon parçacıklarından ayrılmıştır. TEM, XRD, EDS ve Raman spektroskopisi incelemesinde, her karbon nano kapsül içinde 10-50 nm çapında manyetik bir demir partikülünün kapsüllendiği ortaya çıkmıştır. Bu manyetik metal dolu karbon nano kapsülleri daha sonra ilave oksijen koruması sağlamak amacıyla amorf silikat ile kaplanmıştır. Çapı 100 ila 300 nm arasında değişen bu nano kompozit parçacıkları su çözeltisinde dağıtılabilir, ayrıca bir mıknatıs ile hizalı veya bölgesel olarak düzenlenebilir.

Ark boşaltma yöntemiyle nano yapıları bir fosfor hazırlamak için yeni bir yaklaşım sunan Wang ve ark. (2014) nano malzemelerin sentezini yüksek sıcaklıklarda ve uygun koşullarda yapmıştır. Eu^{3+} katkılı $\text{La}_2\text{O}_3 / \text{La}_2\text{O}_2\text{CO}_3$ nanoparçacıkları, havada 600 °C-750 °C' de $\text{La}_2\text{O}_3 : \text{Eu} / \text{Grafen}$ kompozitinin tavlansından elde edilmiştir. Yenilikçi olarak, $\text{La}_2\text{O}_3 : \text{Eu} / \text{Grafen}$ kompoziti ilk önce ark deşarj yöntemi ile üretilmiştir. Kompozitteki grafen tabakaları, yüksek sıcaklık tavlama işlemi sırasında nanoparçacık toplanması ve tanecik büyümesini önlemek için oksit nano partiküllerini ayırır. Bu nano yapıları Eu^{3+} katkılı $\text{La}_2\text{O}_3 / \text{La}_2\text{O}_2\text{CO}_3$ ' ün klasik katı hal tepkimesinden alınan numuneye kıyasla, yoğun bir foto parlaklık yoğunluğuna sahip olduğu gözlemlenmiştir.

Bilim insanları su veya sıvı azot altında ark deşarjı ile karbon nanomalzemelerinin üretimi üzerinde çalışma yapmışlardır. Karbon nanomalzemelerin su veya sıvı azottaki ark deşarjı ile büyüme mekanizması özel bir ark boşaltma aparatı kullanılarak araştırılmıştır (Gang ve ark., 2007). Ürünleri gözlemek ve analiz etmek için yüksek çözünürlüklü transmisyon elektron mikroskopisi kullanılmıştır. Sonuçlar, çok duvarlı karbon nanotüplerinin (MWCNT) ve karbon soğanlarının sırasıyla su ve sıvı azot içinde ark deşarjı ile üretilebileceğini göstermiştir. Tek duvarlı karbon nanotüpleri sıvı azot içerisinde ark deşarj ile üretilebilir. Bununla birlikte kobalt kapsüllü karbon nanoparçacıkları da suda kobalt katalizli karbon arkı deşarjı ile üretilebilir. Sıvılar karbon nano malzemelerin çekirdeklenme ve büyümesi için söndürme duvarları gibi

davranmış ve sonuçta farklı karbon nanomalzeme formları oluşturmuştur. Frekansı 5 Hz olan çapraz alternasyonlu bir manyetik alan MWCNT' den veya karbon soğandan nano malzemeye çekirdeklenmesini etkileyebilir. Çünkü çekirdeklenme süresi manyetik alanın periyodik özelliklerinden daha uzundur. Deneysel olguya dayanarak, sıvılardaki ark deşarjı ile nano malzemelerin büyümesini yorumlamak için birincil fiziksel model önerilmiştir.

Meirovich ve ark. (2016) çok elektrotlu reaktörde 'Metilen Mavi' su çözeltisinin su altı darbeleri ile işlenmesini incelemişlerdir. Sulu metilen mavisi (MB) solüsyonlarının su altı darbeleri (SA) işlemi, çoklu mobil demir (Fe) esaslı elektrotlarla birlikte çalıştırılmıştır. Deşarjlar, bu elektrotlar arasında gerçekleştirilip tekrar tekrar sabit elektrotlarla çarpışma işlemi uygulanmıştır. Yeni reaktör, 600 ml' lik büyük bir hacimde elektrik boşaltmalarına ve MB ayrışmasına izin verir. Alternatif filtrasyon, elektrot tipi, ark enerjisi, titreşim, çözeltilerin yaşlandırılması ve ilave edilen H₂O₂ konsantrasyonunun MB ayrışmasına etkisi araştırılmıştır. MB' nin tamamen ayrışması için uğraşmış çözeltideki mililitre sayısı ile bunun için gerekli süre arasındaki oran, aynı SA koşulları için elde edilen iki elektrotlu sistemden 7.5 kat daha fazladır. Çok elektrotlu reaktördeki arıtma verimliliği, MB oksidasyona katalitik olarak aktif olan yüzey ile aşınmış nano-parçacıkların oluşumuna yol açan çok sayıda elektrotların sayısız çarpışması ile açıklanmaktadır.

Kia ve Bonabi (2013) elektrik alanıyla indüklenen iğnelenmiş plazma ile karbon nanotüp sentezi için karbon kaynağı olarak hidrokarbon kullanılmasını araştırmışlardır. Bu çalışmada, karbon nanotüpleri (CNT) ve nano soğan üretiminde karbon kaynağı olarak farklı hidrokarbonlar kullanılmıştır. Elektrik alanlı iğne darbeleri ark deşarj reaktörü kullanılmıştır. Başlangıç karbonunun CNT sentezi üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Üretim verimliliği basit hidrokarbonlar olarak Aseton, İzopropanol ve Naftalin ile karşılaştırılmıştır. Hidrokarbonlar, önceden ısıtılmış ve daha sonra plazmaya maruz kalmadan önce elektrik alanla ön işleme tabi tutulmuştur. Hidrokarbon buhar, katot düzeneğindeki bir grafit ağzından plazmaya enjekte edilmiştir. Darbeleri plazma, iki grafit çubuk arasında yer alırken, elektrotların yanında güçlü bir elektrik alanı zaten kurulmuştur. Prekürsör ayrışmasının mekanizması, öncü molekülleri parçalamak için kullanılan üç enerji biçimini tarif ederek tartışılmıştır: termal enerji, plazmanın elektrik alanı ve kinetik enerjisi. Bir hidrokarbonun moleküler polaritesi, düşük enerjili, darbeleri plazmada indüklenen elektrik alanlarında bir öncü olarak karbon hammaddesinin seçilmesinin nedenlerinden biridir. Sonuçlar, yüksek kalitede karbon nanotüpleri elde

etmek için, İzopropanol ve Naftalin' den daha çok Aseton tercih ettiğini göstermektedir. Ürünleri araştırmak için tarama probu mikroskopisi teknikleri kullanılmıştır.

Goldberg ve ark. (2012) tarafından Ar-O₂ gaz karışımında zirkonyum vakum ark işlemindeki Ar etkisi, ark özellikleri, biriktirme hızı ve kaplama özellikleri incelenmiştir. Zr vakum arkında oksijen ve argon kısmi basınçlarının (P_{O₂}, P_{Ar}) plazma iyonu akım yoğunluğu J_p, ark voltajı V_{arc}, birikim hızı V_d ve seçilen kaplama özelliklerine etkisi belirlenmiştir. I_{arc}' nın ark akımı=100 A, Zr katot ve topraklanmış bir anot arasında başlatılmıştır. Katot lekeleri 1/8 yumru makro parçacık (MP) filtresine giren bir plazma jeti ürettikten sonra plazma, bir DC manyetik alanı tarafından, bir dönen tutma düzenine monte edilmiş bir cam substrata veya düz bir disk probuna bir açıklıktan yönlendirilmiştir. J_p prob ile ölçülmüş, negatif olarak V_b=-60 V' ye ayarlanmış, kaplama kalınlığı bir profilometre kullanılarak ölçülmüş ve optik mikroskopi, enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi (EDS), X-ışını fotoelektron spektroskopisi (XPS), X-ışını kırınımı (XRD), nano girinti ve optik analiz kullanılarak kaplama özellikleri araştırılmıştır. Deşarj elektriksel özellikleri ve kaplama çökme oranının P_{O₂} ve P_{Ar}' dan önemli ölçüde etkilenmiş olduğu bulunmuştur. J_p ve V_d, P_{Ar}=0.27 Pa' da maksimuma kadar artmış ve P_{O₂} ile azalmıştır. Ark voltajı hem P_{Ar} hem de P_{O₂} ile azalmıştır. J_p, V_{arc} ve V_d bağımlılıkları, muhtemelen Ar iyon bombardımanı Zr yüzey oksidasyonunu ve gelişmiş plazma iletkenliğini azalttığı için Argon' un Zr iyonu emisyonunu artırdığını ortaya koymaktadır. Zirkonyum Oksit (ZrO₂) kaplamalar şeffaf ve renkli parazit halkaları vardır. İyi yapışmış, MP içermeyen ZrO₂ kaplamalar P_{O₂}≥1.07 Pa ile çöktürülmüştür. P_{O₂} = 1.07 Pa, P_{Ar} = 0 ile kaplanan kaplamalar amorf iken P_{O₂} = 1.07 Pa, P_{Ar} = 0.27 Pa ile çökelen kaplamalar bir derece monoklinik faza sahiptir. Ayrıca refraktif indeks (n) ve sönme katsayısı (k) sırasıyla 2.22' den 2.17' ye ve 0.03' ten 0.01' e hafifçe düşmüştür. Kaplama sertliği (H) ve Young Modülü (E) ~ 12.9' dan ~ 11.6 GPa' a düşmüştür.

Ark deşarj yöntemiyle nanopartikülleri karışım halinde ürettikten sonra ayırma işlemi yapan Daenen ve ark. (2003), bu metotta kapalı bir beher içerisine aralarında yaklaşık 1 mm boşluk kalacak şekilde uç uca iki gümüş veya bakır çubuk yerleştirilerek kap içerisine alçak basınçta gaz (helyum-argon/50-700 mbar) veya saf su doldurularak ark gerçekleştirmişlerdir. Yapılan deney sonucunda gümüş veya bakır çubuklar buharlaştırılarak nanoparçacık elde edilmiştir.

50 - 100A akımda, yaklaşık olarak 20 voltta, iki elektrot arasında en yüksek sıcaklıkta deşarj yapılabilmektedir. Ark sonucunda, bir çubukta erime diğeri ise

üzerinde tortu biriktiği görülmektedir. Nanoparçacık üretimde yüksek verim, ark deşarjın düzenliliğine ve karbon elektrot üzerindeki tortunun sıcaklığına bağlıdır (Ebbesen ve Ajayan, 1992).

Büyüme mekanizması ve ölçümlerde farklı çaplarda oluşan parçacıkların sıvı azot, helyum, argon ve saf su karışımına bağlı olduğu görülmüştür. Bu karışımın farklı yayılma katsayılar ve termal iletkenlikleri vardır. Bu özellikler, karbon ve katalizör moleküllerin dağılma hızını, sıcaklık ise nanoparçacıkların çaplarını etkilemektedirler (Ebbesen ve Ajayan, 1992).

Jia ve ark. (2006) su ve sıvı azot ortamında yaptıkları birçok deneysel araştırma ile nano malzemelerin oluşum mekanizmalarını incelemişlerdir. Elde edilen sonuçlar üretim sırasında oluşturulan arkın kararlılığının korunmasının nano ürünlerin eldesi için büyük önem içerdiği görülmüştür. Yüksek çözünürlüklü TEM ile yapılan çalışmalarda oluşturulan çapraz manyetik alanların ark ürünlerini etkilediği belirlenmiştir. Çapraz manyetik alanların etkisiyle hem suda hem de sıvı azotta benzer nano yapıların içerisinde sıra dışı yapıların varlığı da gözlenmiştir.

Saf grafit elektrotlar kullanılarak gerçekleştirilen ark deşarj yöntemi ile uygun grafit yapısına sahip soğan benzeri karbon yapılar ve çok katmanlı nanotüpler yüksek verimlilikle sentezlenmiştir (Guo ve ark., 2007). Soğan benzeri karbon yapılar ark deşarj suyunun üst kısmında yüzen toz benzeri yapılardan, çok katmanlı karbon nanotüpler ise kabın alt kısmından bulunmuştur. Karbon nano yapıların kristal yapı özelliklerinin belirlenmesi için SEM, TEM ve XRD cihazları kullanılmıştır. Tüm sonuçlar incelendiğinde en iyi kristal yapı özelliklerine sahip nano yapılar 50 A değerinde ulaşıldığı görülmüştür.

Araştırmacılar bor katkılı grafit çubuklar kullanılarak meydana getirilen ark deşarj ile bor katkılı karbon nanotüpler elde etmişlerdir. Elde edilen nanotüplerin yapıları SEM ve TEM ile incelenmiş, elektriksel özellikleri RAMAN ve EELS (Electron Energy Loss Spectroscopy) kullanılarak belirlenmiştir. OES (Optical Emission Spectroscopy) kullanılarak ark plazma içerisinde sıcaklık ve C₂ yoğunluk dağılımı belirlenmiştir (Bystrzejewski ve ark., 2006).

Charinpanitkul ve ark. (2009) metalik katot ile grafit anot kullanarak sıvı azot içerisinde oluşturulan ark deşarj ile nanoparçacıkların sentezlenmesi üzerine çalışmışlardır. Sentezlenen ürünler arasında çok katmanlı karbon nanotüplere, nanosoğanalara ve çekirdek kabuk yapıda karbon nanokapsüllere rastlanmıştır. Metalik katot ve akım değerinin ürünler üzerine etkileri incelenmiştir. Deneylede C-C, C-Fe

elektrotları kullanılarak ve farklı akım değerleri sağlanarak değişen parametrelerin etkileri gözlenmiştir.

Birkaç milisaniye aralıklı değişken ark deşarj ünitesiyle de-iyonize su içerisinde karbon nanoparçacıkların sentezlenmesine çalışılmıştır. Yapılan TEM gözlemlerine göre nanosoğan benzeri yapılara suyun üzerinde yüzen parçacıklarda rastlanırken, çok katmanlı nanotüplere ise suyun alt kısmında rastlanmıştır. Elektrotta meydana gelen erimenin ürün kalitesine etkisi araştırılmış ve ark üç farklı değerde sağlanarak arasındaki farklar belirlenmiştir (Imasaka ve ark., 2006) .

Elektrik ark yöntemi ile karbon nanotüp üretiminde uygulanan elektrik akım değerinin tek katmanlı karbon nanotüp üretimi üzerindeki etkisi sabit sıcaklık altında incelenmiştir (He ve ark., 2007). Karbon nanotüplerin elektrik ark yöntemi ile eldesi sırasında sıcaklık 500 °C sabit tutularak elektrik akım değeri değiştirilmiştir. Elde edilen sonuçlarda 100A değerinde uygun çap değerlerinde, saflık değeri %55 olan tek katmanlı karbon nanotüpler elde edildiği TEM mikroskobu ve RAMAN Spektromu' nda görüntülenmiştir. Elektrik arkın karbon nanotüp üretimi üzerindeki etkileri belirtilmiştir.

Suzuki ve ark. (2006) çok katmanlı karbon nanotüp üretiminde ilk olarak kullanılan elektrik ark yönetiminden yararlanmışlardır. Genel olarak bu yöntem düşük He gaz basıncında ya da doğal atmosfer koşullarında reaksiyon çemberinin tam olarak belirlenebilmesi için yapılmaktadır. Yüksek sıcaklıklarda bu metotla uygun grafit yapıda çok duvarlı nanotüpler elde edilebilmektedir. Bu çalışmada elektrik ark yöntemi ile içerisinde basit bir şekilde elde edilen yüksek kaliteli çok duvarlı nanotüpler üzerine çeşitli raporlar bulunmaktadır.

Bilim insanları yüksek sıcaklık fırınında 1550 °C' de amorf yapıda bor ve amorf karbonun reaksiyonu sonucu çoğunlukla 200 nm boyutlarında olmak üzere boyutları 50 nm ile 350 nm arası değişen kristal yapıda nano bor karbür elde etmişlerdir (Chang ve ark., 2007). Elde edilen bor karbürlerin analizleri için SEM, TEM, EDS, XRD, EELS analizlerinden yararlanılmıştır.

Nanoboyutlu malzemeler üzerine gerçekleştirilen çalışmalar son yıllarda tek başına önemli bir alan olma doğrultusunda büyük bir gelişme göstermektedir. Nanoboyutlu malzeme olarak tanımlanan yapılar; nanokristaller, nanoparçacıklar, nanotüpler, nanoteller, nanoçubuklar veya nano ince filmler gibi farklı sınıflara ayrılmaktadır. Bu konu üzerine ilginin yoğunlaşmasının temel sebebi maddelerin belli boyut aralığında hacimsel yapılarından farklı olarak olağandışı özellikler ve işlevsellik sergilemeleridir (Rao ve ark., 2006).

Terrones ve ark. (1998) yapmış oldukları çalışmada, grafit metal karışımı hazırladıkları elektrotlar içerisine mikro kristal yapıda MoC, TiC, NbC gibi çeşitli karbürler yerleştirerek ark deşarj yöntemi ile çeşitli nanotüpler ve nanoparçacıklar elde etmişlerdir. Elde edilen ürünler HRTEM ve XRD analizleri ile incelenmiş ve alışılmışın dışında yapıların oluşumu gözlenmiştir. Yapılan 4 problu mikro dalgalı ölçümlerde elde edilen yapıların çoğunun yarı iletken olduğu, kapsüle karbür bulunduran nanoparçacıkların bir kısmının ise süper iletken olduğu belirlenmiştir. Çalışma ile nano malzeme özelliklerinin başka malzemeler kapsüle edilerek değiştirilebileceği belirlenmiştir.



3. MATERYAL VE YÖNTEM

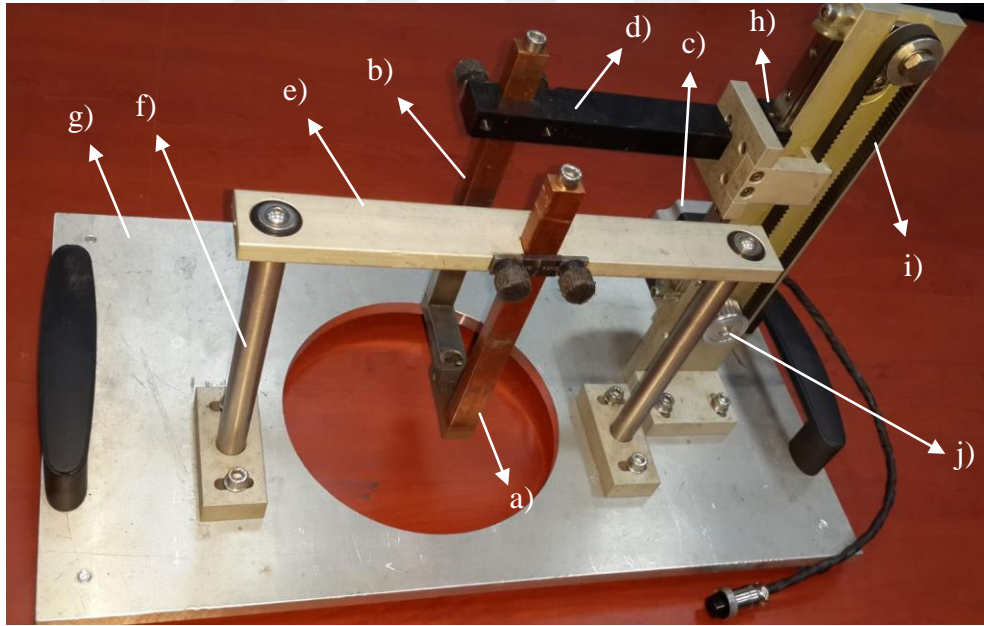
Önceden beri süregelen fakat günümüzde daha da üzerinde durulan bilimsel ve mühendislik çalışmaları hem yaşam konforunu artırmayı hem de azalan kaynaklardan dolayı daha az enerji harcamayı öncelikli hedef olarak belirlemiştir. Havacılık ve uzay sektörü, savunma sanayi, otomotiv sanayi, ulaşım ve lojistik gibi birçok alanda yapılan bu çalışmalar sayesinde önemli oranda gelişmeler kaydedilmektedir. Bütün bunlar yapılırken üretim ve servis ömründe harcanan enerji maliyeti göz ardı edilemeyecek derecede önemli bir konudur. Bu sebeple çalışmalarda maliyeti düşürmeye yönelik iyileştirmeler yapılırken mekanik ve fiziksel özelliklerini de iyileştirmek en önemli etkenlerden biridir.

Kısaca, bir malzemeden genel anlamda istenilen yüksek mekanik ve fiziksel özelliklere sahip olması, hafiflik sağlayarak ergonomik veya yakıt tüketimini düşürmesi, kullanılacağı ortama göre birden çok malzemelerin birbirleri ile kombin halinde farklı özellikler sergilemesi, vb. özellikler istenmektedir. Bunların yanı sıra istenilen malzemelerin üretilebilirliği ve seri üretime uygunluğu da önemli bir hal almaktadır. Literatür çalışmalarına bakıldığında nanoparçacık üretim yöntemi üzerine yönelik birçok çalışma olduğu görülmektedir. Elde edilecek olan nanoparçacıkların boyutlarına, şekil yapılarına ya da sentezlenecek malzemenin kimyasal veya fiziksel yapısına göre üretim yöntemleri farklılık göstermektedir. Bazı durumlarda ise belirli bir malzeme nanoboyuta sentezlenirken kullanılan yöntem sonucu elde edilen parçacık yapısı küresel olurken aynı malzemenin başka bir yöntemle elde edilen üretimi sonucu elde edilen parçacık yapısı lamelli olabilmektedir. Bu çalışmada nanoparçacık üretim yöntemlerinden olan ark deşarjla üretim metodu kullanılmıştır. Ark deşarjla üretim yöntemi elektrik iletkenliği olan tüm metallere uygulanabilmektedir. Uygulanabilirliğinin kolay olmasının yanında bu yöntemin tercih edilmesindeki en önemli etken, düşük maliyetli ve metodun seri üretime uygun olmasıdır.

3.1. Otomatik kontrollü ark deşarj ünitesi

Ark deşarj yöntemiyle yapılan üretimlerde, katot koluna uygulanan hareket genellikle manuel olarak uygulanmaktadır. Otomatik kontrollü ark deşarj ünitesinde ise elektrotun bağlı bulunduğu katot kolu arkı oluşturmak için anoda doğru ileri geri hareketini elektronik sistem yardımıyla otomatik olarak gerçekleştirmektedir.

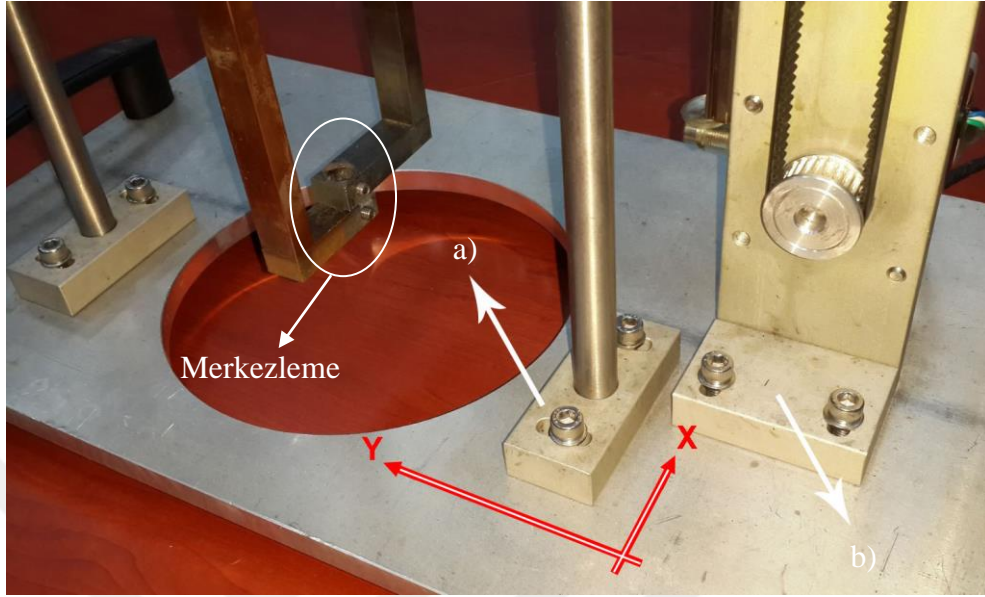
Otomatik kontrollü ark deşarj ünitesinin mekanik kısmı Şekil 3.1’ de gösterilmiştir. Sistemdeki anot (a) ve katot (b) kolları, güç kaynağından verilen akım değerlerindeki kayıpları asgari düzeye indirmek için bakırdan üretilmiştir. Yüksek akım değerlerinde de üretim yapılacağından kullanılan kablolar ısıya dayanıklı 10 mm kalınlıklı bakır tellerden oluşmaktadır. Sisteme güç verildikten sonraki olası kısa devre sorunları tasarım aşamasında öngörüldükten sonra katot kolunun bağlı bulunduğu siyah lama (d) delrinden üretilmiş ve step motor (c) dahil olmak üzere diğer bağlantı elemanları arasında yalıtım sağlanmıştır. Anot kolunun bağlı bulunduğu alüminyum lama (e), krom millerle (f) zemine (g) sabitlenmiştir. Katot kolunun montajı lineer hareket elemanı ve rayı ile birlikte dikey doğrultuda konumlandırılmıştır. Yüksek hassasiyet ve çok az boşluk toleransına sahip lineer rulmana (h) hareket aktarımı, step motora sıkı geçirilmiş kasmağa (j) bağlı olan 3 mm adımlı zaman kayışı (i) ile sağlanmıştır.



Şekil 3.1. Ark deşarj ünitesi mekanik kısmı

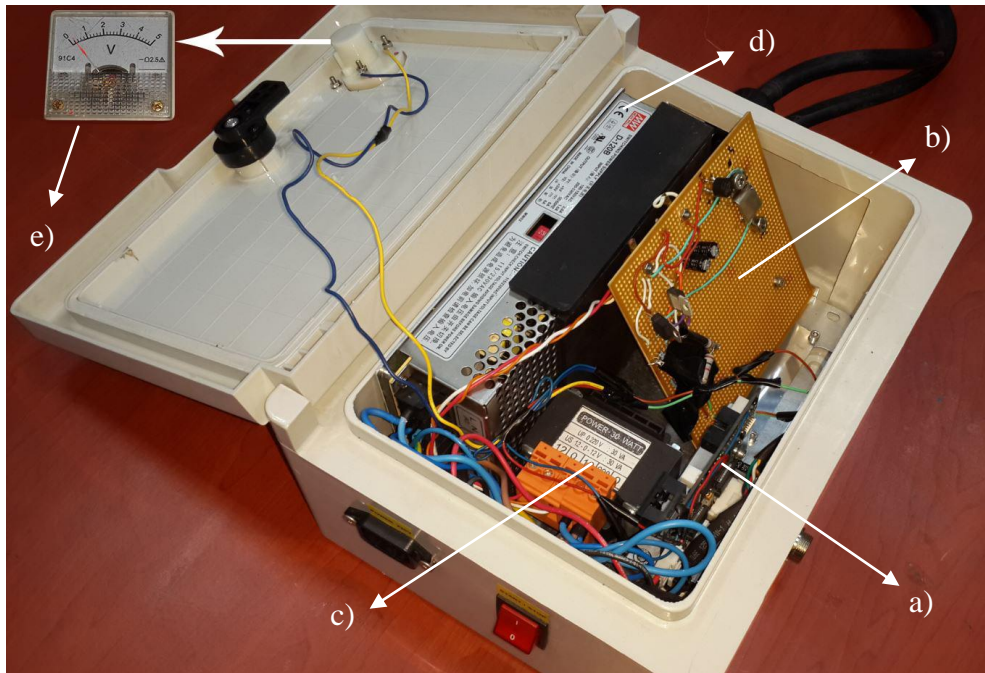
Düzenekteki katot ve anotta bağlı elektrotların birbirini merkezlemesi oldukça önemlidir. Eğer merkezleme işlemi düzgün yapılmaz ise uzun süreli ark oluşumunu gerçekleştirmek güçleşir. Bu yüzden anot ve katot kollarına bağlı alüminyum bağlantı parçalarına kanallar açılmış ve merkezleme hassas olarak ayarlanmıştır. Merkezleme işlemi için Y eksenine doğrultusunda hareket yapılacaksa ‘a’ parçası üzerindeki

kanallardan; X eksenini doğrultusunda hareket ettirilmesi gerekiyorsa 'b' parçası üzerindeki kanallardan yapılmaktadır (Şekil 3.2).



Şekil 3.2. Elektrotların merkezlenmesi

Otomatik kontrollü ark deşarj ünitesinin elektronik kısmında; step motor sürücüsü (a), akım kontrol devresi (b), trafo (c), güç kaynağı (d) ve voltmetre (e) bulunmaktadır.



Şekil 3.3. Ark deşarj ünitesi elektronik kısmı

220 voltla çalışan düzenekte güç kaynağından gelen akım, akım kontrol devresinde okunduktan sonra motor sürücüsüne komut vermektedir. Bu komutla step motor hareketini mekanik düzeneğe iletmektedir. Sistemin çalışmasıyla birlikte arkın oluşup oluşmadığı voltmetreden takip edilmektedir.

Düzenekte kullanılan 10 ila 160 amper değerinde akım aralığına sahip olan güç kaynağı AC akım üretmektedir (Şekil 3.4). Ünitenin elektronik kontrol kısmı hassas devre elemanlarına sahip olduğundan elektrik dalgalanmalarından olumsuz etkilenebilmektedir. Bunlar göz önünde bulundurulduktan sonra güç kaynağının AC özellikli olmasına karar verilmiştir.



Şekil 3.4. AC inverter güç kaynağı

Deneylerde sentezleme çalışmaları için gerekli arkı oluşturacak güç kaynağına ait teknik veriler Çizelge 3.1’ de verilmiştir.

Çizelge 3.1. İnverter güç kaynağı özellikleri

Özellik	Değer
Model	OZ - INV - 160A
Primer Akım	15A / 140 A
Açık Devre Voltajı	20.6 V / 25.6 V
Frekans	50 – 60 hz
Akım Ayar Aralığı	10 A / 160 A
Çalışma Şebeke Gerilimi	220 V
Ağırlık	7.9 Kg

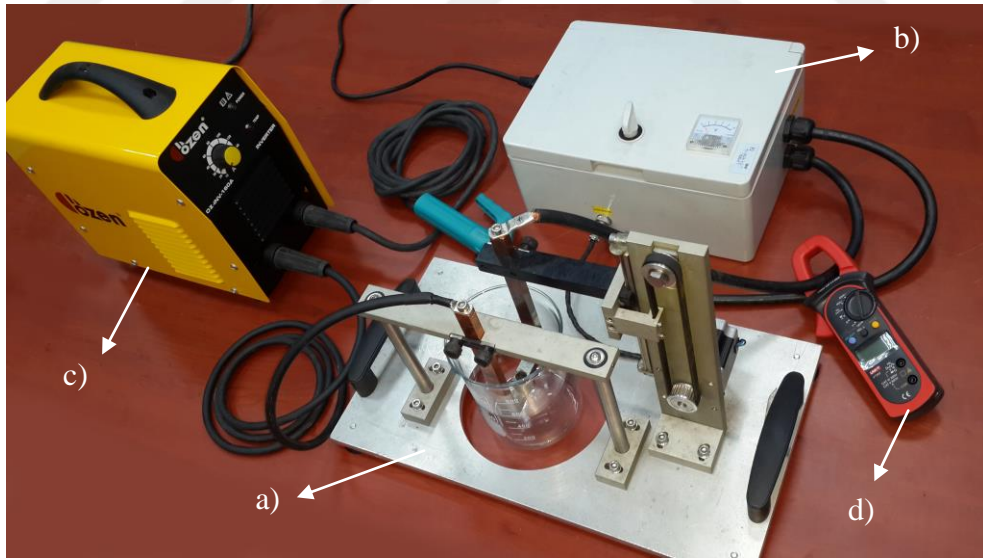
Otomatik kontrollü ark deşarj ünitesinde katot koluna lineer mekanik sistemler yardımıyla hareket veren step motorun teknik özellikleri Çizelge 3.2’ de gösterilmiştir.

Çizelge 3.2. Step motor özellikleri

Özellik	Değer
Genel İsmi	2 Fazlı 1,8 Derece – NEMA 23
Adım Açısı	% ± 5 Tam Adım – Yüksüz
Direnç	% ± 10
Endüktans	% ± 20
Sıcaklık Artışı	Max. 80 Derece (Anma Akımı – 2 Faz)
Ortam Sıcaklığı	-10 / + 50 Derece
Yalıtım Direnci	100 MΩ min. 500 VDC
Dielektrik Gücü	500 VAC / dk.

3.2. Arkdeşarj düzeneginin çalışma prensibi

Tasarımı ve üretimi tamamlanan otomatik kontrollü arkdeşarj ünitesi mekanik düzenek (a), elektrik panosu (b) ve güç kaynağı (c) başta olmak üzere üç ana modülden oluşmaktadır. Sentezlenecek metal malzemeler katot ve anot kollarına bağlandıktan sonra hassas bir şekilde merkezlemesi yapılmıştır. Daha sonra güç kaynağının anot kutbundan çıkan kablo, mekanik düzenekteki anot koluna direkt bağlanmıştır. Katot kutbundan çıkan kablo ise ilk olarak elektrik panosuna girmiştir ve buradan mekanik düzenekteki katot koluna bağlanarak devre kapalı konuma getirilmiştir (Şekil 3.5).

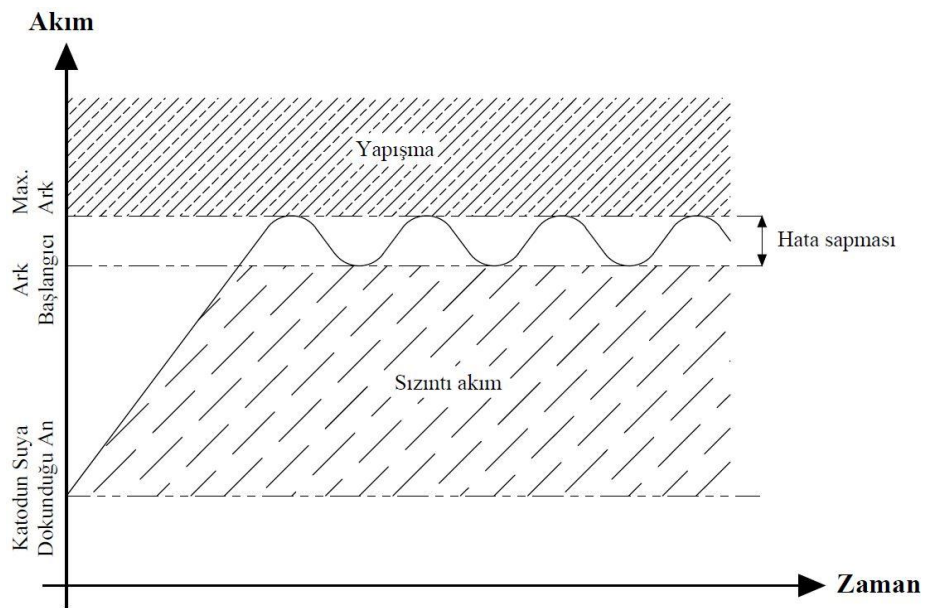


Şekil 3.5. Otomatik kontrollü arkdeşarj ünitesi

Güç kaynağından çıkan akım değerine göre ark esnasındaki akımın doğruluğunu ölçmek üzere katot koluna gelen kabloya pens ampermetresi (d) bağlanmıştır. Yüksek hassasiyetli pens ampermetresi sayesinde anlık akım değerinin kontrolü yapılmıştır. Kablo bağlantıları tamamlandıktan sonra son olarak behere doldurulan saf su ya da sıvı

azotla birlikte ünite üretim için hazır hale getirilmiştir. Düzeneğe güç verildikten sonra mekanik sistem arkı oluşturmak üzere katot kolunu harekete geçirmiştir. Katot koluna bağlı elektrotun sıvıya temas etmesiyle birlikte sıvı içerisinde sızıntı akım meydana gelmektedir (Şekil 3.6). Elektronik devreler meydana gelen küçük değerdeki sızıntı akımı, ark oluşumu esnasında geçen akım olarak görmemesi için ihmal etmektedir. Daha sonra elektronik sistem 800 mikro saniyede bir örnekleme (geçen akımın kontrolü) yapmaktadır. Bu yapılan örnekleme sonucunda elektrotlar arasında ark oluşmaya başlamadıysa step motor katot kolunu sürekli olarak anot koluna doğru hareket ettirmektedir. İlk ark oluşana kadar bu hareket devam etmektedir.

Elektrotların birbirine teması sonucu ilk ark oluşumu gerçekleşmiştir. Ark esnasında güç kaynağının katot kutbundan çıkan akım, ilk olarak elektrik panosundaki akım kontrol devresine gelmektedir. Burada akım, standart kaynak makinelerinde kullanılan iç direnci sıfıra çok yakın ‘şönt’ diye adlandırılan metal parçadan geçmektedir. İç direncinin sıfıra yakın olması güç kaynağından çıkan akımın kayba uğramadan geçmesini sağlamıştır. Akımın şöntten geçme bilgisi step motor sürücüsüne aktarılır. Bunun üzerine step motor katot koluna geri çekme hareketi yaparak elektrotların birbirine yapışmasını önlemektedir. Katot kolu geri çekildikten sonra sistemden geçen akım kesileceği için ark oluşumu anlık olarak sönmektedir. Daha sonra step motor katot kolunu tekrar anot koluna doğru ark oluşturmak üzere harekete geçirmektedir. Bu döngü seri bir şekilde tekrarlanarak devam ederken ark sonucu sentezlenen parçacıklar sıvı içerisine dağılmaktadır.



Şekil 3.6. Ark oluşum grafiği

Nanoboyuta indirgenecek metal çubukların cinsine ya da ortamda kullanılan sıvının akım geçirgenliğine göre step motorun ileri gitme ve geri çekilme hızı istenilen değere göre elektronik programlayıcı yardımıyla değiştirilebilmektedir.

$$\text{Saniyede deęiřtirdięi aı} = (\text{Step Sayısı} \times 1.8^\circ) / 128 \quad (3.1)$$

Otomatik kontrollü ark deřarj ünitesindeki hareket;

Yazılıma girilen katot kolunun ilerleme deęeri 500 step

Yazılıma girilen katot kolunun ilerleme deęeri 900 step

Step motor kasnak apı : 21 mm,

$$\text{evre} = 2\pi r \quad (3.2)$$

$$\text{Kasnak evresi} = 2 \times 3.14 \times 10.5 = 65.94 \text{ mm}$$

$$\text{İlerleme esnasındaki saniyede deęiřtirdięi aı} = (500 \times 1.8^\circ) / 128 = 7.03^\circ$$

$$\text{Geri ekilme esnasındaki saniyede deęiřtirdięi aı} = (900 \times 1.8^\circ) / 128 = 12.75^\circ$$

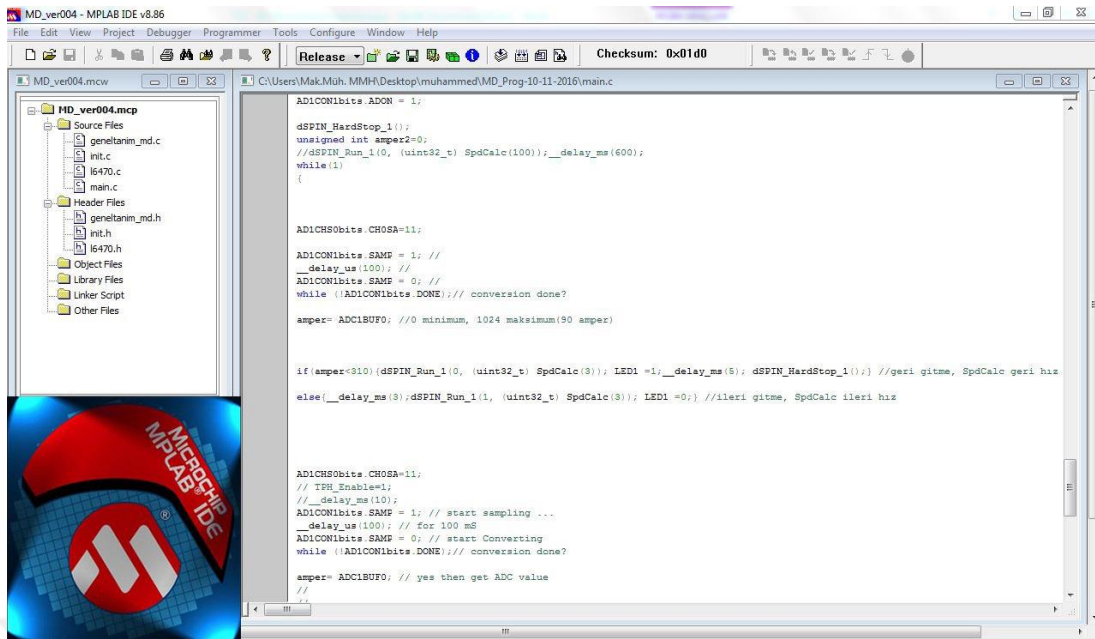
$$\text{Katot kolunun saniyedeki ilerleme hızı} = 65.94 \times (7.03^\circ / 360^\circ) = 1.28 \text{ mm}$$

$$\text{Katot kolunun saniyedeki geri ekilme hızı} = 65.94 \times (12.75^\circ / 360^\circ) = 2.33 \text{ mm}$$

Otomatik kontrollü ark deřarj ünitesindeki katot kolunun arkı oluřturmak için saniyedeki ilerleme hızı 1.28 mm, ark oluřumundan sonraki geri ekilme hızı 2.33 mm olarak hesaplanmıřtır. Buradaki step sayısı deęeri motor sürücü programında girilen rakam deęerini temsil etmektedir. Programda girilen deęerin büyüklüęüne göre motorun saniyedeki deęiřtirdięi aı artıp azabilmektedir. Eęer üretimi yapılacak metal çubukların birbirine yapıřma riski düşükse, motorun ileri gitme ve geri ekilme hızını artırmak seri üretim için ideal bir durum oluřturabilmektedir. Fakat ark oluřumu esnasında birbirine kolay yapıřan metallerde geri ekme hızının fazla, ileri gitme hızının daha az olması gerekmektedir. Bu yavař hareket sayesinde elektrotların soęuması için yeterli zaman kalacaęından yapıřma önlenebilmektedir.

3.2.1. Düzenekte Kullanılan Yazılım

Ünitedeki mekanik aksama hareket veren elektronik yazılım, step motor sürücü programlayıcısı ‘MPLAB IDE v8.86’ ile yapılmıřtır (řekil 3.7). Programda öncelikle step motor sürme ile ilgili alt yapı kodları yazıldıktan sonra, düzeneęin alıřma prensibine göre ilave kodlamalar yapılıp motor sürücü devresine yüklenmiřtir.



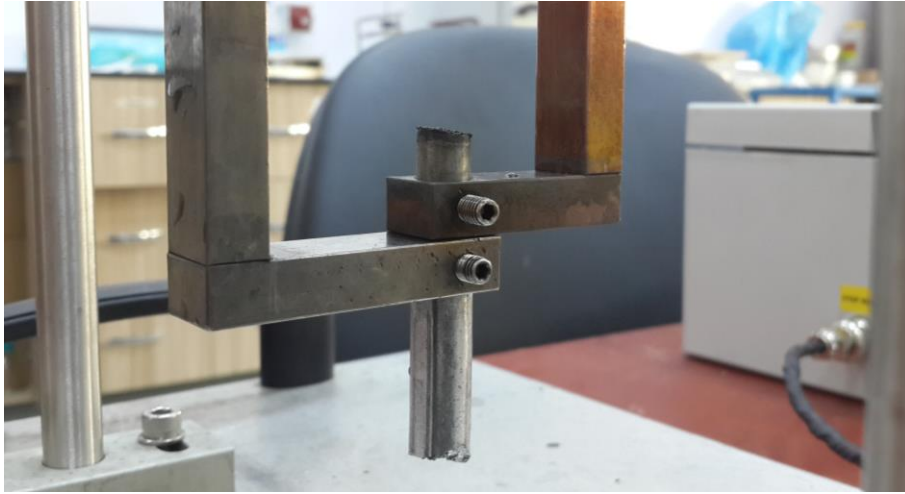
Şekil 3.7. Step motor sürücü programlayıcısı

3.3. Nanoparçacıkların sentezlenmesi

Otomatik kontrollü ark deşarj yöntemiyle bakır, gümüş ve çinko saf metallerinin sentezlenmesi saf su ve sıvı azot ortamlarında, farklı akım değerlerinde yapılmıştır. Bu yöntemle nanoparçacık sentezleme işleminin ilk safhası düzeneğin üretime hazır hale getirilmesidir. Nanoparçacıkların üretimi gerçekleştirildikten sonra ikinci safha olan süzme işlemi yapılmaktadır. Süzme işleminden sonra beher içerisindeki sıvı ile nanoparçacıkları birbirinden tamamen ayırmak için buharlaştırma yöntemine geçilmektedir. Fırında buharlaştırıldıktan sonra nanoparçacık sentezleme işlemi neticelendirilmiştir ve elde edilen nanoparçacıklar SEM analizi ile görüntülenmiştir.

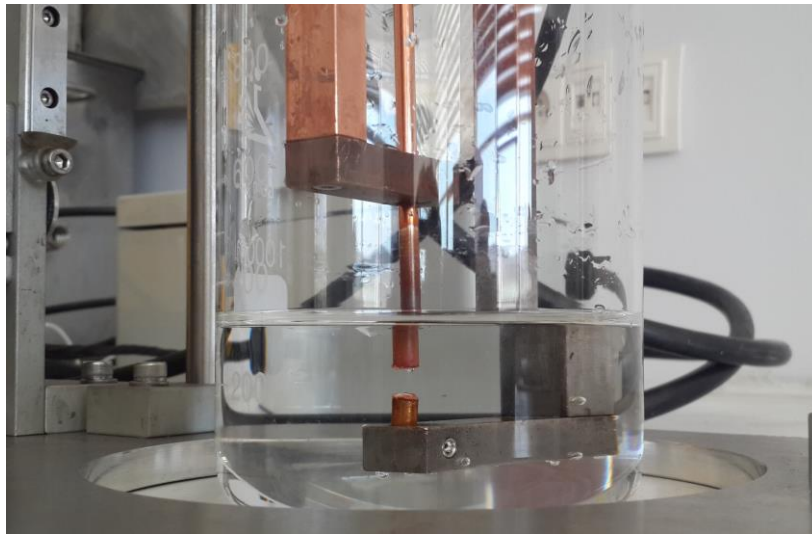
3.3.1. Ark deşarjla nanoparçacık üretimi

Üretim için hijyenik bir ortam hazırlandıktan sonra düzeneğin mekanik kısmında yer alan anot ve katot kolları yerinden sökülerek saf su ile temizliği yapılmıştır. Temizlikten sonra kollar yerine bağlanmış ve merkezleme işlemi tek bir çubukla yapılmıştır (Şekil 3.8).



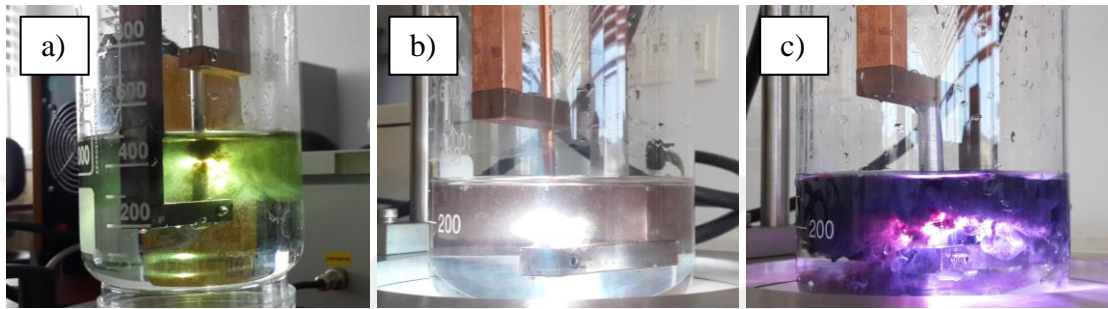
Şekil 3.8. Merkezleme çubuğu

Katot ve anot kollarının merkezlenmesi yapıldıktan sonra master görevindeki çubuk çıkarılmış ve elektrotlar bağlanmıştır. Üretim esnasında beher içerisine koyulacak olan sıvı seviyesi düşük düzeyde tutularak süzme ve buharlaştırma işleminde zaman kaybının önüne geçilmiştir. Arkın oluşacağı seviyeyi alt düzeylerde tutabilmek için anot koluna kısa elektrot bağlanmıştır (Şekil 3.9). Ark oluşumu esnasında anotta parçalanma olmadığı için boyunda herhangi bir değişme gözlemlenmemiştir. Parçalanma, katot elektrotta meydana geldiğinden elektrotun boyunda azalma olmuştur. Bu yüzden nanoparçacık sentezleme işlemlerinde katot koluna uzun elektrot bağlanarak daha çok üretim yapılması sağlanmıştır.



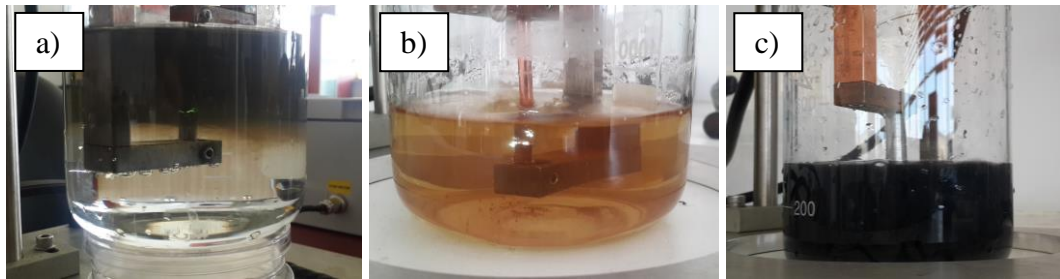
Şekil 3.9. Elektrot uzunlukları ve sıvı seviyesi

Elektrotların merkezlenmesi, boylarının ayarlanması ve sıvının koyulmasının ardından güç kaynağından ve elektrik panosundan çıkan kablolar anot ve katoda bağlanıp sisteme güç verilmiştir. Otomatik kontrollü ark deşarj ünitesinin çalışmasının ardından katot kolunun hareketine bağlı olarak ark, kesikli bir şekilde meydana gelerek oluşmuştur. Şekil 3.10’ da sentezi yapılan üç farklı metalin ark oluşumu esnasındaki görüntüsüne yer verilmiştir. Güç kaynağından verilen akımın değerine göre oluşan arkın şiddetinde artma ya da azalma meydana gelmektedir.



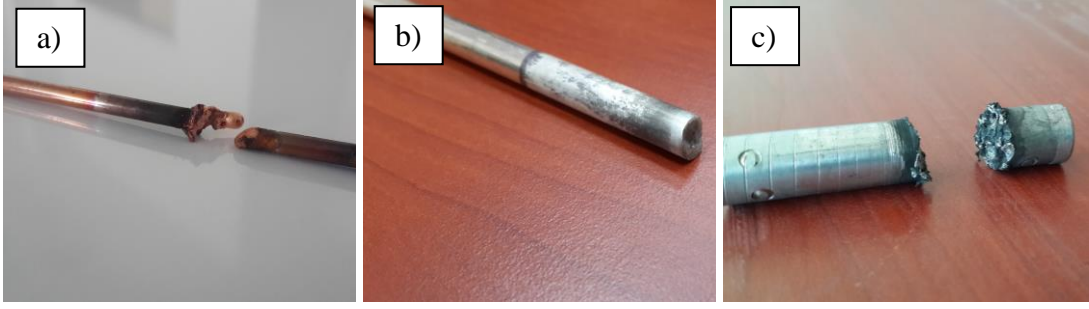
Şekil 3.10. Ark oluşumu; a) Gümüş-gümüş sentezi, b) Bakır-bakır sentezi, c) Çinko-çinko sentezi

Sentezleme işlemi esnasında katottan kopan parçacıklar sıvı içerisine dağıldığından sıvının rengi kısa süre içerisinde değişmiştir (Şekil 3.11). Düşük amperdeki üretimlerde sıvının rengi yavaş değişirken yüksek amperli üretimlerde renk değişimi hızlı gerçekleşmiştir.



Şekil 3.11. Ark sonucu sıvılardaki renk değişimi; a) Gümüş nanoparçacık sentezi, b) Bakır nanoparçacık sentezi, c) Çinko nanoparçacık sentezi

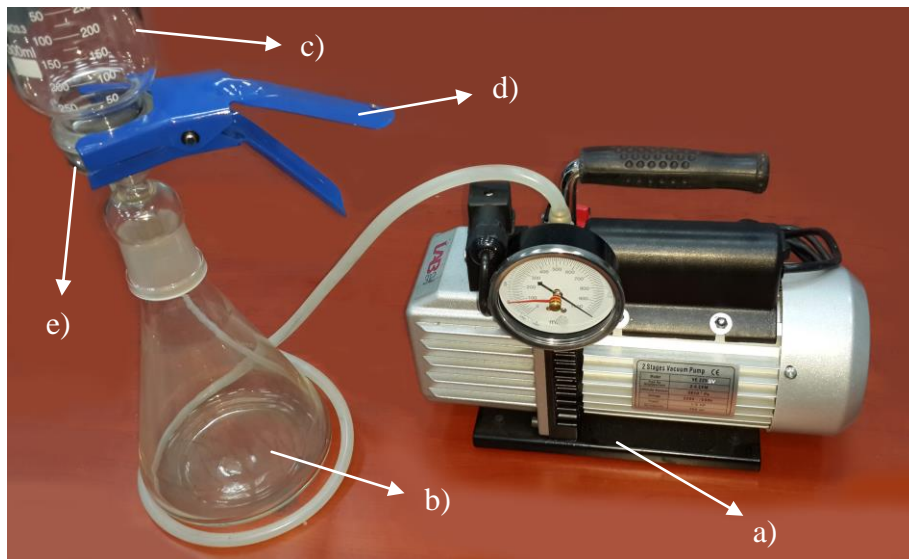
Ark deşarjla üretim sonrasında elektrotların görüntüsü Şekil 3.12’ deki gibi olmuştur. Verilen akımın şiddetine göre elektrotlarda akma şeklinde erimeler meydana gelmiştir. Şekil 3.12’ de bakır (a) elektrotunun yüksek akımda, gümüş (b) ve çinko (c) elektrotlarının düşük akımda ark deşarjı sonrası görüntüsüne yer verilmiştir. Yüksek akım değerlerinde yapılan üretimlerdeki elektrotlarda erimeler meydana gelmiştir.



Şekil 3.12. Ark sonucu elektrotların görüntüsü; a) Bakır elektrot, b) Gümüş elektrot, c) Çinko elektrot

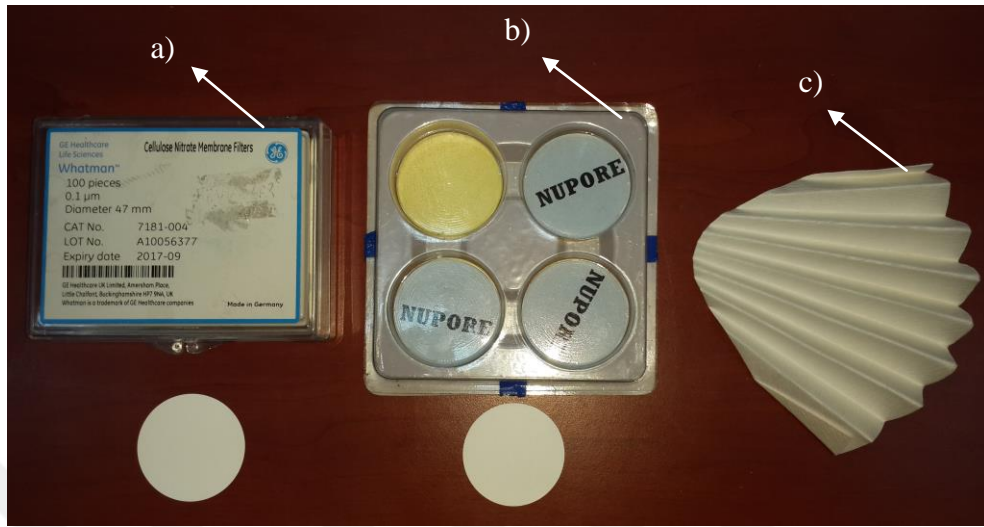
3.3.2. Nanoparçacıkların süzülmesi

Otomatik kontrollü ark deşarj ünitesi ile üretimi tamamlanmış olan malzemeler süzme işlemi gerçekleştirilmek üzere beherle birlikte deney düzeneğinden alınmıştır. Saf su ortamında yapılan üretimlerde sıvı-parçacık karışımı direkt olarak süzme işlemine alınırken, sıvı azotta ortamında yapılan üretim sonunda sıvı azotun buharlaşmasıyla birlikte beher içerisine etanol ilave edildikten sonra etanol-parçacık karışımı süzme işlemine hazır hale getirilmiştir. Süzme işleminde kullanılacak vakum pompası (a) ve ekipmanlarının saf su ile temizliği yapıldıktan sonra hazır hale getirilmiştir (Şekil 3.13). İlk olarak büyük gözenekli filtre gözenekli taş (e) ile beherin (c) arasına sıkma kelepçesi yardımıyla (d) sıkıştırılmıştır. Daha sonra üretimi yapılmış sıvı-parçacık karışımı beherin içerisine boşaltılmıştır. Vakum pompası çalıştırıldıktan sonra sıvı toplama haznesine (b) geçerken filtre üzerinde büyük parçacıklar kalmıştır.



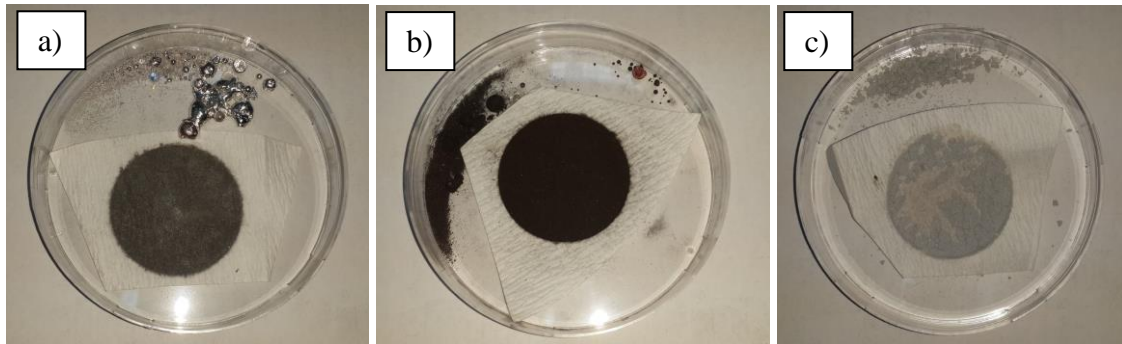
Şekil 3.13. Süzme işleminde kullanılan ekipmanlar; a) Vakum pompası, b) Toplama haznesi, c) Beher, d) Sıkma kelepçesi, e) Gözenekli taş

Süzme işlemi esnasında Şekil 3.14' te gösterilen mikro gözenekli (c), 200 nm gözenekli (b) ve 100 nm gözenekli (a) nanofiltreler sırasıyla kullanılmıştır.



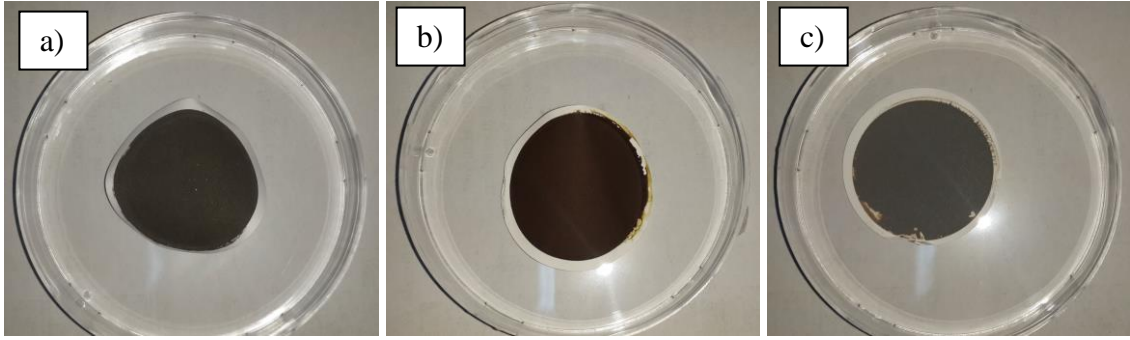
Şekil 3.14. Nanoboyutlu filtreler; a) 100 nm, b) 200 nm, c) Mikro gözenekli

Filtrasyon işleminin ilk aşamasında makro boyutlu parçacıkların ayrıştırılması için mikro gözenekli filtre kullanılmıştır. Şekil 3.15' te makro boyutlu filtrenin kullanımından sonra filtreden geçemeyen parçacıklar görülmektedir.



Şekil 3.15. Makro boyutlu parçacıkların süzme sonrası görüntüsü; a) Gümüş, b) Bakır, c) Çinko

Makro boyutlu parçacıklar süzildükten sonra sırası ile 200 nm ve 100 nm gözenekli nanofiltrelerden geçirilir. Bu filtrelerle yapılan süzme işlemi makro boyutlu filtreye göre daha uzun sürmektedir. 100 nm gözenekli filtre ile süzme işlemi yapıldıktan sonra filtrede kalan parçacıkların görüntüsü Şekil 3.16' da gösterilmiştir.



Şekil 3.16. 100 nm gözenekli filtre yüzeyinde kalan nanoparçacıklar; a) Gümüş, b) Bakır, c) Çinko

Gümüş, bakır ve çinkonun farklı akım değerlerinde, saf su ve sıvı azot içerisinde ayrı ayrı yapılan tüm üretimleri süzölmüştür (Şekil 3.17).



Şekil 3.17. Saf su içerisinde farklı akım değerlerinde üretilen gümüşün süzme sonrası filtre görüntüsü

3.3.2. Nanoparçacıkların eldesi

Metal nanomalzemelerin üretimi ve süzme işlemi bittikten sonra buharlaştırmak üzere fırına koyulmuştur. Buharlaştırma işlemi 80 °C' de yapılmıştır. Beher içerisindeki sıvı miktarına göre fırında kalma süresi 2 ila 5 gün arasında değişmiştir. Fırın içerisinde havadaki toz ya da yabancı maddelerin girmemesi için fırın kapak filtreleri kontrol edilmiş, buharlaştırma işlemi belirli aralıklarla gözetim altında yapılmıştır.



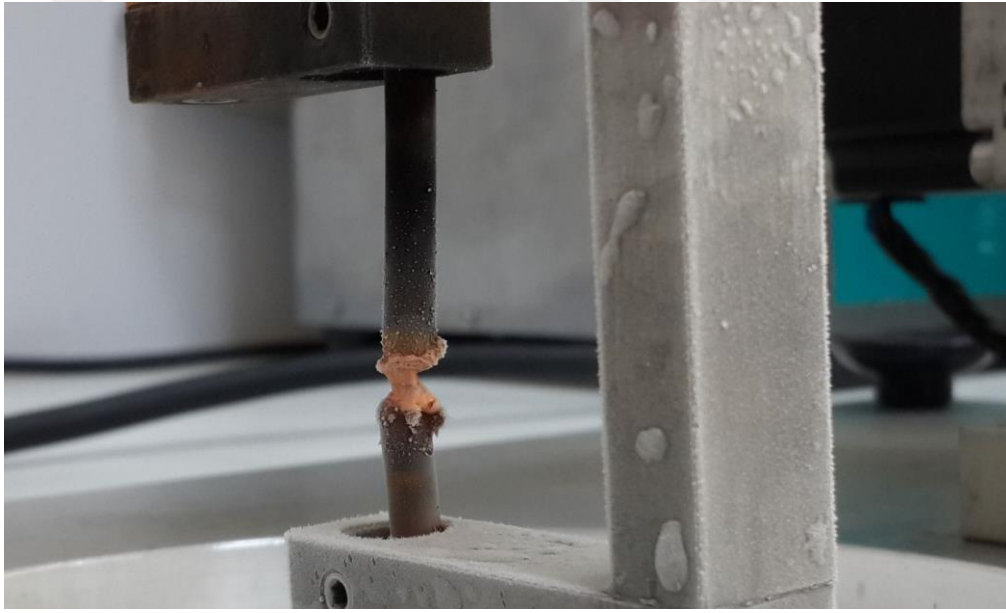
Şekil 3.18. Nanoparçacık karışımı sıvıların fırın içerisinde buharlaştırılması

Fırına koyulan beherdeki sıvılar, tamamen buharlaştırılmamıştır. Beherin dip kısımlarında bir miktar sıvı ve nanoparçacık karışımı kalınca fırından alınarak plastik kapaklı küçük cam şişelere aktarılmıştır. Küçük şişeler ters çevrildikten sonra plastik kapaklara çöktürülen nanoparçacıklar, kapakların içerisinde kurutulmuştur. Bu kaplarla birlikte nanoparçacıklar, SEM görüntüleri alınmak üzere laboratuvar ortamına götürülmüştür.

4. ARAŞTIRMA SONUÇLARI VE TARTIŞMA

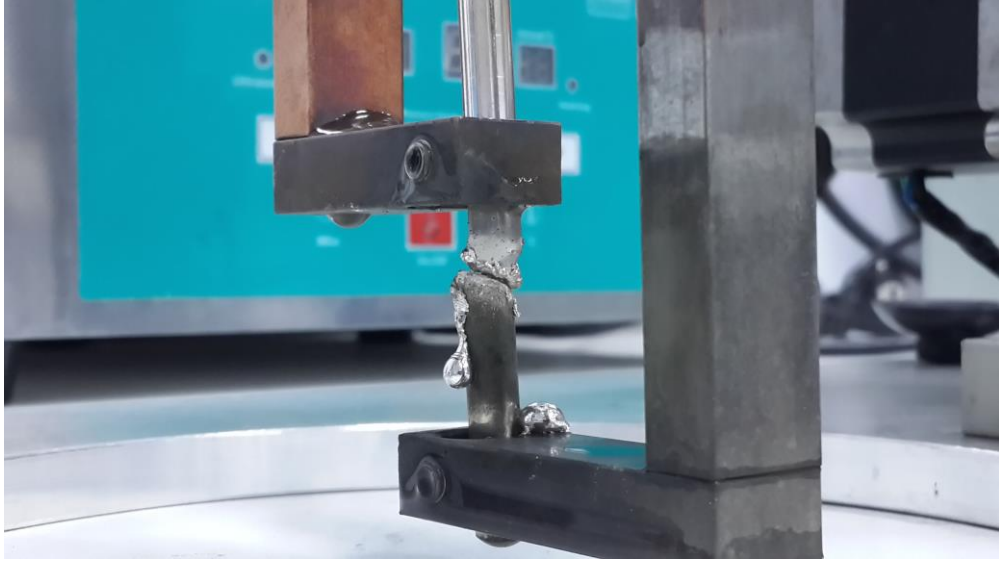
Yapılan deneysel çalışmanın üretimi iki ana safhadan oluşmaktadır. Birincisi saf su diğeri ise sıvı azot içerisinde üretimdir. Saf suda yapılan üretimler 10A, 30A, 50A, 70A ve 90A' lik akım değerlerinde yapılmış olup sıvı azotta yapılan üretimler 30A, 50A, 70A ve 90A' de yapılmıştır. Sıvı azotta yapılan üretimde 10 amperde ark oluşmamıştır. Bu yüzden sıvı azottaki yapılan üretimler 30 amperden başlamaktadır.

Sıvı azot içerisinde yapılan üretimlerde ortam sıcaklığının çok düşük olmasından dolayı ark esnasında metal çubukların temas noktasındaki sıcaklık farkının hızlı artıp hızlı azalması nedeniyle elektrotların birbirine sık sık yapıştığı görülmüştür (Şekil 4.1). Yapışmadan dolayı yapılan üretime sık sık ara verilmiş, katot ve anottaki metallerin birbirinden ayrılması pense yardımıyla yapılmıştır.



Şekil 4.1. Sıvı azot içerisinde üretilen bakır çubukların birbirine yapışması

Genel olarak yüksek amperlerde yapılan üretim esnasında elektrotlardan kopan parçalar tehlikeli patlamalara, zaman zaman beherde çatlamalara neden olmuştur. Yüksek akımlarda yapılan deneylerde katot olarak kullanılan metal çubukların hızlı tükenmesi kopan parçacıkların büyük olmasından kaynaklanmaktadır. Şekil 4.2' de gümüş elektrotların 90 amperde üretimi sonucundaki kopan parçacıklar görülmektedir.



Şekil 4.2. 90 A' de patlama sonucu katottan kopan makro parçacıklar

Düşük amperlerde yapılan üretimlerde büyük patlama meydana gelmediği için kopan parçacıklar daha küçük boyutlu olduğundan uzun üretim süresinde bile katoda bağlı elektrottan eksilen miktar birkaç gramı geçmemiştir.



Şekil 4.3. Süzme işlemi bitmiş sıvı içerisindeki nanoparçacıklar

En küçük filtreden (100 nm) geçirildikten sonra buharlaştırılmak üzere fırına koyulan içerisinde nanoparçacıkların bulunduğu plastik kapaklı cam şişeler Şekil 4.3' te görülmektedir. Süzme işleminden sonra içerisinde nanoparçacık bulunan bazı sıvılar fırında belirli bir sıcaklığa çıktıktan sonra gözle görülür bir biçimde renk değiştirmiştir. Örneğin sıvı azot içerisinde üretilen gümüş metalinin süzme işleminden sonraki

görüntüsü saf suyu andırırken fırında belirli bir sıcaklığa çıktıktan sonraki görüntüsü Şekil 4.3' te görüldüğü gibi turuncu renge benzemektedir.

Çizelge 4.1' de üretilen gümüş, bakır ve çinko malzemelerin ortam çeşidi ve akım değerine göre sınıflandırılması yapılmıştır.

Çizelge 4.1. Ark deşarj yöntemiyle üretilen parçacıklar

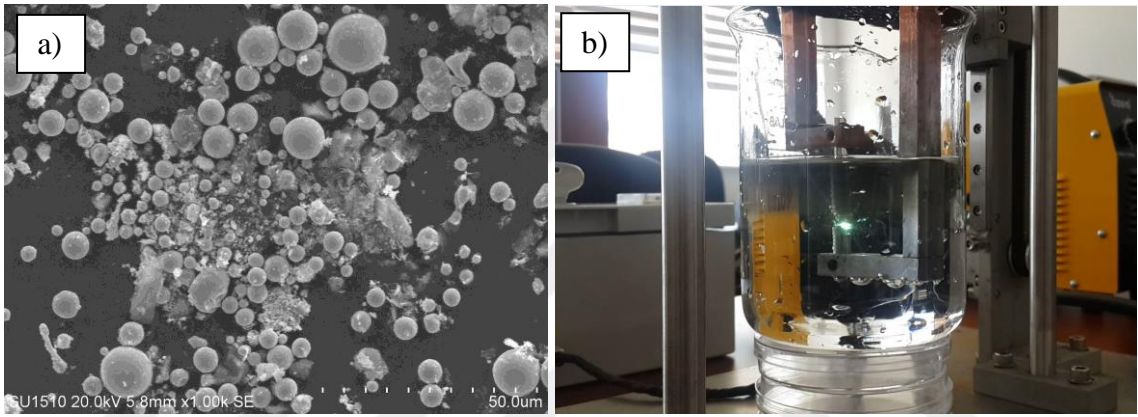
<i>Numune İsmi</i>	<i>Ortam</i>	<i>Akım (Amper)</i>	<i>Elektrot</i>
SAg10	Saf Su	10	Ag – Ag
SAg30	Saf Su	30	Ag – Ag
SAg50	Saf Su	50	Ag – Ag
SAg70	Saf Su	70	Ag – Ag
SAg90	Saf Su	90	Ag – Ag
SCu10	Saf Su	10	Cu – Cu
SCu30	Saf Su	30	Cu – Cu
SCu50	Saf Su	50	Cu – Cu
SCu70	Saf Su	70	Cu – Cu
SCu90	Saf Su	90	Cu – Cu
SZn10	Saf Su	10	Zn – Zn
SZn30	Saf Su	30	Zn – Zn
SZn50	Saf Su	50	Zn – Zn
SZn70	Saf Su	70	Zn – Zn
SZn90	Saf Su	90	Zn – Zn
NAg30	Sıvı Azot	30	Ag – Ag
NAg50	Sıvı Azot	50	Ag – Ag
NAg70	Sıvı Azot	70	Ag – Ag
NAg90	Sıvı Azot	90	Ag – Ag
NCu30	Sıvı Azot	30	Cu – Cu
NCu50	Sıvı Azot	50	Cu – Cu
NCu70	Sıvı Azot	70	Cu – Cu
NCu90	Sıvı Azot	90	Cu – Cu
NZn30	Sıvı Azot	30	Zn – Zn
NZn50	Sıvı Azot	50	Zn – Zn
NZn70	Sıvı Azot	70	Zn – Zn
NZn90	Sıvı Azot	90	Zn – Zn

4.1. Saf su içerisinde nanoparçacık üretimi

Nanoparçacık elde edilmek üzere %99.98 saflık oranına sahip gümüş, bakır ve çinko çubukları Alfa Easer firmasından temin edildikten sonra otomatik kontrollü ark deşarj ünitesi hazır hale getirilmiştir. Düzenekte kullanılacak malzemelerin temizliği saf su ile titizlikle yapılmıştır. Elde edilen parçacıkların miktarı düşük amperlerde az ve üretim hızı düşük olduğu için, düşük amperde üretilen nanoparçacıkların deney süresi yüksek amperde üretilenlere göre daha uzun tutulmuştur. Tüm metal malzemelerin üretimleri saf su içerisinde 10 A, 30 A, 50 A, 70 A ve 90 A değerlerinde ayrı ayrı yapıldıktan sonra süzme işlemleri gerçekleştirilmiş, fırında buharlaştırılıp SEM görüntüleri alınmıştır.

4.1.1. Saf suda gümüş nanoparçacık üretimi

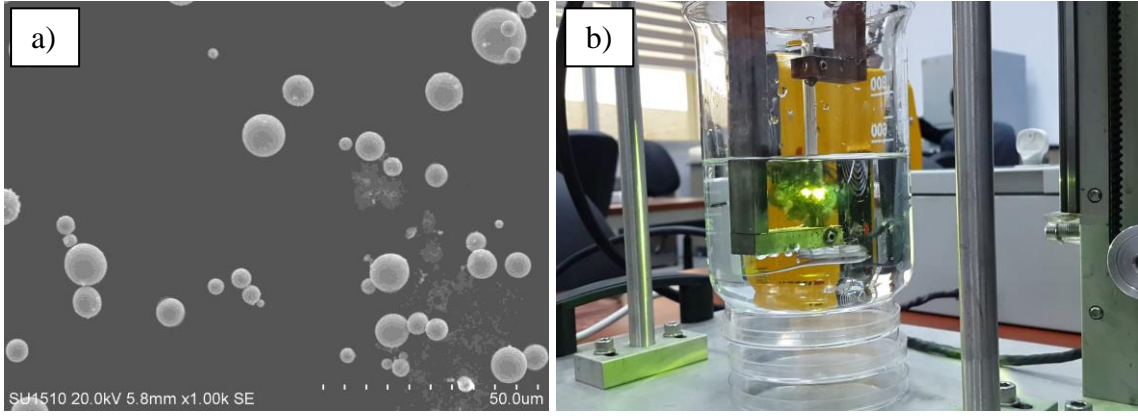
Deney düzeneğine bağlanan gümüş elektrotların merkezlemesi yapıldıktan sonra 10 A' de üretime başlamak üzere düzeneğe güç verilmiştir. Üretim esnasında oluşan arkın şiddeti Şekil 4.4b' de görüldüğü gibi fazla kuvvetli değildir. Üretim ve deney süresince elektrotların yapışması gibi ya da merkez kaçıklığı ile ilgili herhangi bir problemle karşılaşılmamıştır. Süzme sonucu SEM görüntüsünde incelenen SAg10' un şeklinin küresel olduğu ve boyutunun 100 nm ile 10 μ m arasında olduğu gözlenmiştir (Şekil 4.4a).



Şekil 4.4. 10 A' de saf suda gümüş nanoparçacık üretimi; a) SAg10 SEM görüntüsü, b) 10 A' de ark oluşumu

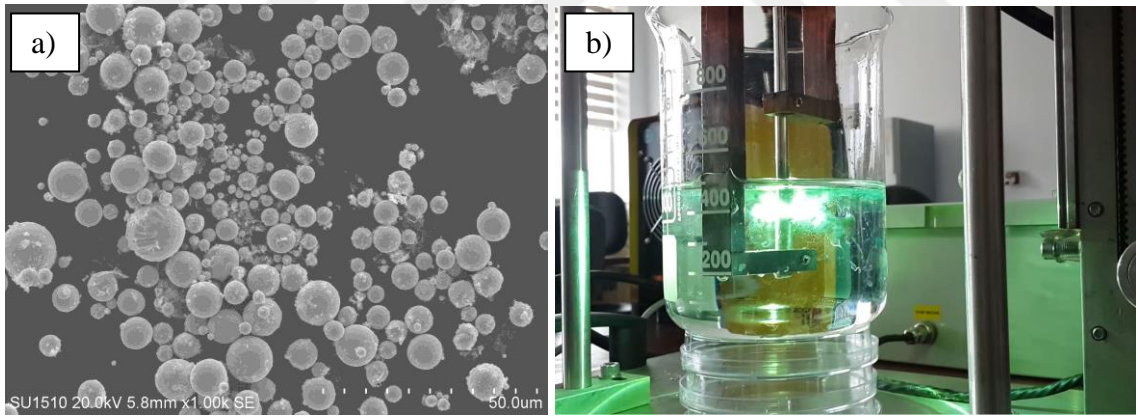
30 amperde saf suda üretilen SAg30' un SEM görüntüsüne Şekil 4.5a' da yer verilmiştir. Oluşan ark resimde görüldüğü gibi 10 A' dekine göre daha parlaktır. Sıvının içerisine biraz daha hızlı yayılan nanoparçacıklar üretim süresinin bir önceki üretim süresine göre daha az olmasına neden olmuştur. Elde edilen nanoparçacıkların yapısı küresel olup boyutları 200 nm ile 10 μ m arasındadır. SEM görüntüsünde nanoparçacıkların boyut ve biçimi görülmektedir.

Nanoparçacık miktarı, saf suda renk değişimi olarak gözlemlenmiştir. Bu çalışmada belli miktarda parçacık üretimi hedeflenmediğinden, renk değişiminin belli bir durumu için üretime son verilmiştir. Bu süre 10 A' de Ag için 40 dakika olarak uygulanmıştır.



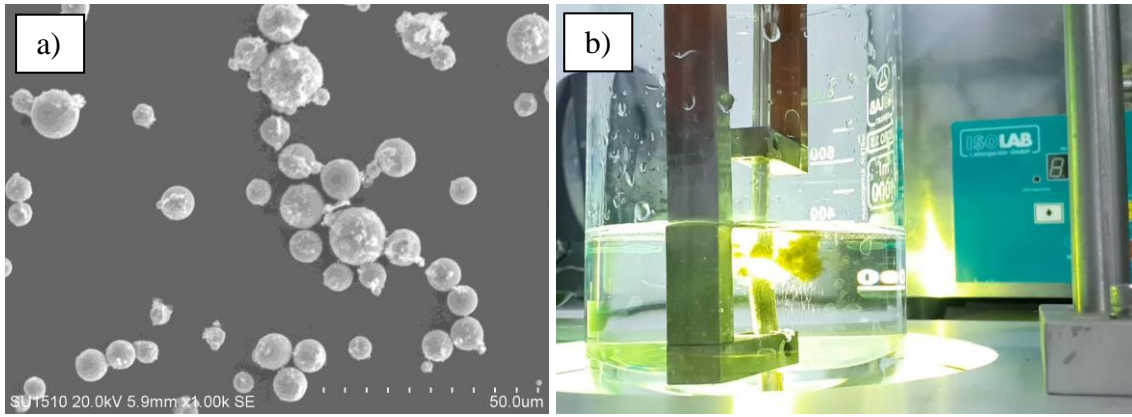
Şekil 4.5. 30 A' de saf suda gümüş nanoparçacık üretimi; a) SAg30 SEM görüntüsü, b) 30 A' de ark oluşumu

Şekil 4.6' da SAg50' nin SEM görüntüsü ve ark şiddeti görülmektedir. Elde edilen parçacıkların yoğunluğu 30 A' dekiye göre daha yoğun ve parçacık boyutu daha küçüktür. Ark şiddetinin amperin yükselmesiyle doğru orantılı olarak arttığı oluşan arkın parlaklığından anlaşılmaktadır. SAg50' nin boyutları 50 nm ile 15 μm arasında olduğu SEM görüntülerinden anlaşılmaktadır. Oluşan parçacıkların ve şekillerinin daha önceki parçacıklar gibi küresel olduğu görülmektedir.



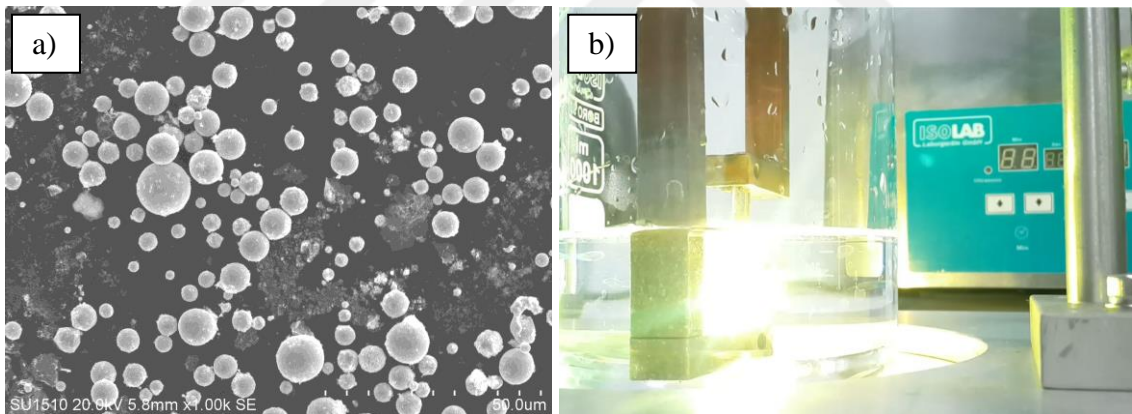
Şekil 4.6. 50 A' de saf suda gümüş nanoparçacık üretimi; a) SAg50 SEM görüntüsü, b) 50 A' de ark oluşumu

70 A' de saf su ortamında elde edilen SAg70' in boyutları 2 μm ile 10 μm arasında olduğu görülmektedir (Şekil 4.7a). Elde edilen parçacıkların yoğunluğu 30 A' deki gibi çok fazla değildir. Diğer akım değerlerindeki üretim sonuçlarındaki gibi SAg70' in şekli de küreseldir. Arkın şiddeti amperin yüksekliğine bağlı olarak gayet parlak görünmektedir. Katot koluna bağlı olan gümüş metal çubuğu yüksek akımdan dolayı hızlı tükenmiştir. Bu yüzden deney süresi birkaç dakika tutulmuştur.



Şekil 4.7. 70 A' de saf suda gümüş nanoparçacık üretimi; a) SAg70 SEM görüntüsü, b) 70 A' de ark oluşumu

90 amperde yapılan deneyde oluşan ark şiddeti diğer tüm ark değerlerindekiyle göre en kuvvetli olandır. Şekil 4.8b' de yüksek akımdan dolayı patlamanın çok olduğu deneyde, katot kolundaki gümüş metalinin hızlı tükenmesinden dolayı deney süresi 1 dakika civarında tutulmuştur. SAg90' ın şekli küresel olup boyutları 250 nm ile 10 µm arasındadır.

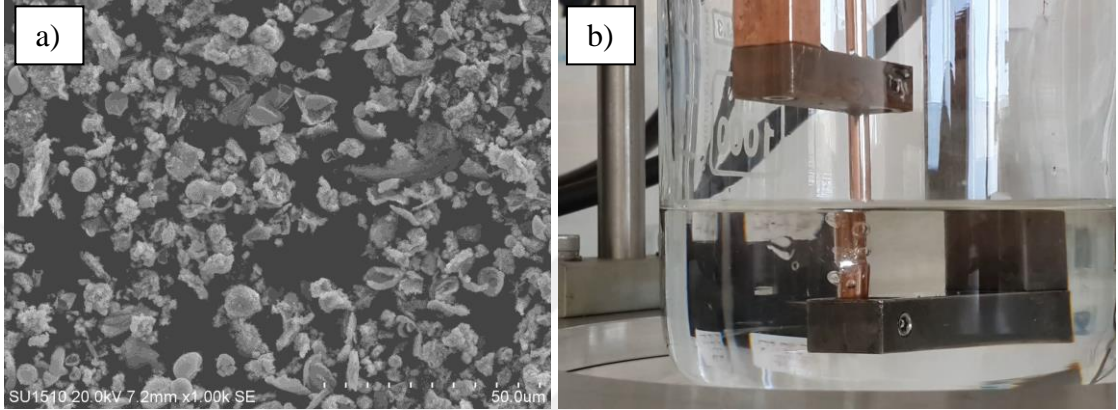


Şekil 4.8. 90 A' de saf suda gümüş nanoparçacık üretimi; a) SAg90 SEM görüntüsü, b) 90 A' de ark oluşumu

4.1.2. Saf suda bakır nanoparçacık üretimi

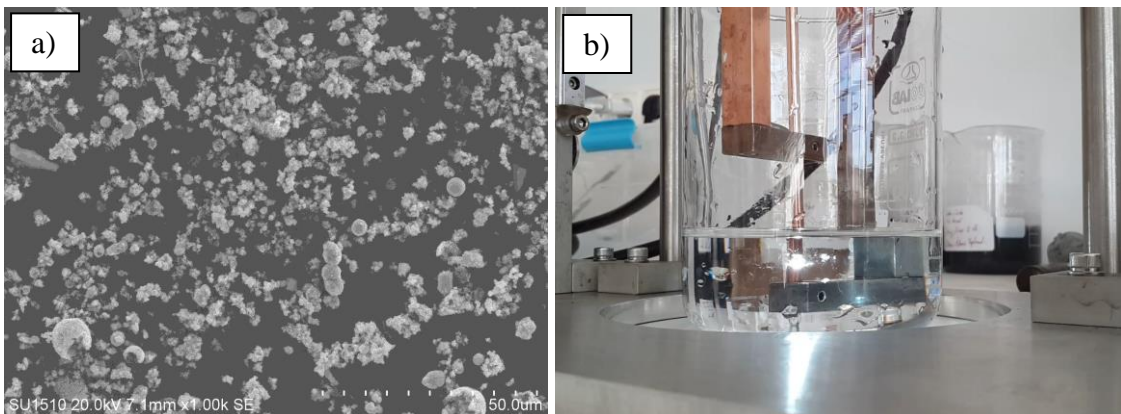
Daha önceki deney çalışmalarında gümüş nanoparçacıkları üretildiğinden dolayı malzeme safsızlığına etki etmemesi için bakır üretiminden önce kirliliğe sebep olabilecek tüm elemanlar saf su ile temizlenmiştir. Katot ve anot koluna bağlanan bakır metal çubuklarının merkezlemesi yapıldıktan sonra ark oluşturmak üzere sistem çalıştırılmıştır. Oluşan arkın şiddeti düşük akım değerinden dolayı küçük bir ısıltıdan ibarettir (Şekil 4.9b). Akım şiddetinin 10 A olmasından dolayı üretim hızı da yavaş

ilerlemiştir. Nanoparçacıkların sıvı içerisinde tamamen kaplaması yaklaşık 30 dakikayı bulmuştur. Üretimden sonra yapılan süzme ve buharlaştırma işlemi sonunda SEM görüntüleri alınmıştır. SEM görüntüsünden S_{Cu10} numunesinin düzensiz biçimde olduğu Şekil 4.9a’ da görülmektedir. Bununla birlikte parçacıkların aglomere olduğu gözlemlenmiştir. Parçacıkların en küçük kesit boyutları 300 nm’ den başlayarak 5 µm’ ye kadar varmaktadır.



Şekil 4.9. 10 A’ de saf suda bakır nanoparçacık üretimi; a) S_{Cu10} SEM görüntüsü, b) 10 A’ de ark oluşumu

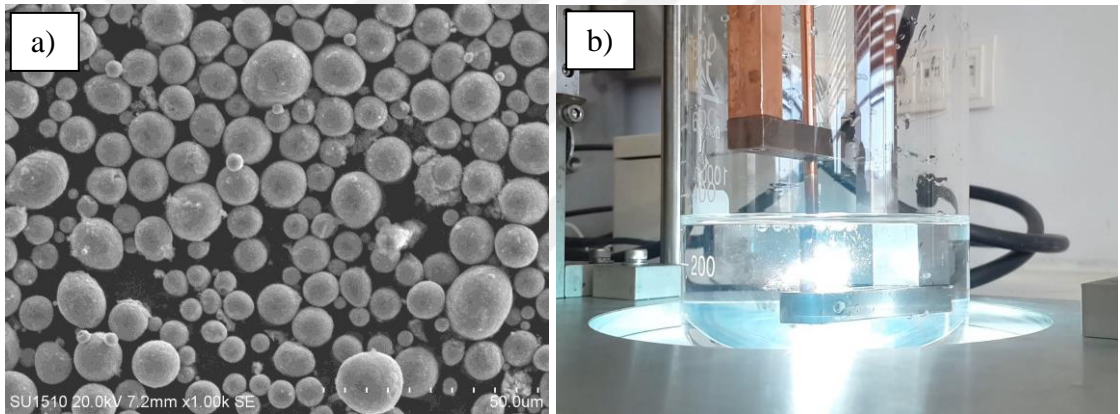
30 A’ de yapılan bakır nanoparçacık üretimi sonucunda elde edilen SEM görüntülerinden parçacık boyutu ve şeklinin 10 A’ dekinden pek de farklı olmadığı görülmüştür (Şekil 4.10a). Ark esnasında elektrotların birbirine yapışması gibi bir problemle karşılaşılmadığı için katot kolunun ileri gitme ve geri çekilme hızında değişiklik yapılmamıştır. Oluşan arkın şiddeti Şekil 4.10b ‘ deki gibidir.



Şekil 4.10. 30 A’ de saf suda bakır nanoparçacık üretimi; a) S_{Cu30} SEM görüntüsü, b) 30 A’ de ark oluşumu

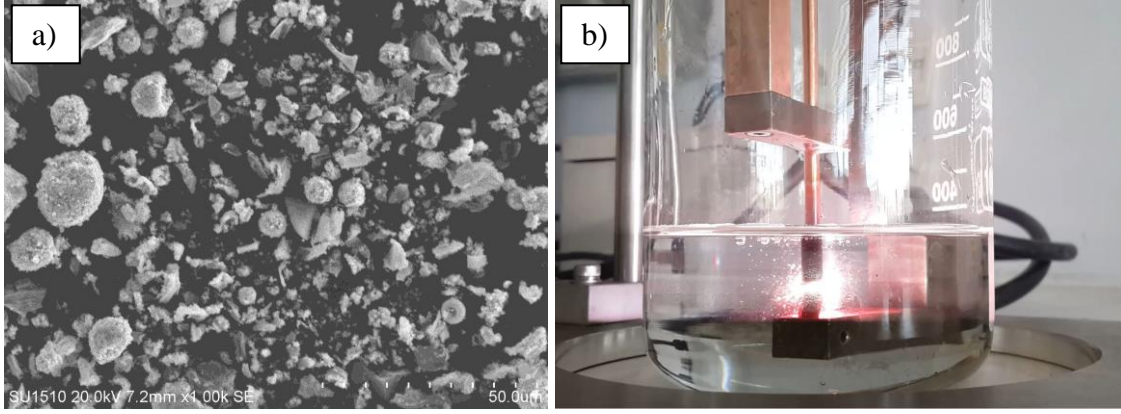
Şekil 4.11' de SCu50' nin SEM görüntüsüne (a) ve ark oluşumuna (b) yer verilmiştir. 10 ve 30 A' deki ark şiddetine göre 50 A' deki ark daha parlaktır. Oluşan parçacıkların şekilleri önceki iki farklı amperde üretilen parçacık şekillerinden tamamen farklıdır. Burada oluşan parçacıkların şekilleri tam olarak küresel olmasa da küresele çok yakındır. Süzülükten sonra elde edilen SEM görüntülerinde parçacıkların aglomere olmadığı da gözlemlenmiştir. Meydana gelen en küçük parçacık boyutu 250 nm civarında oluşmuştur.

Katot kolunun ileri ve geri çekme hızının değiştirilmediği düşünüldüğünde 10 ve 30 A' deki deneylere göre farklı olan tek şey akımın şiddeti olmuştur. Eğer bakır metal çubuklarının ark deşarj yöntemiyle üretilmesi esnasında elde edilen parçacıkların küresel olması istenirse, 50 A' in ideal akım değeri olduğu SEM görüntülerinden ispatlanmıştır.



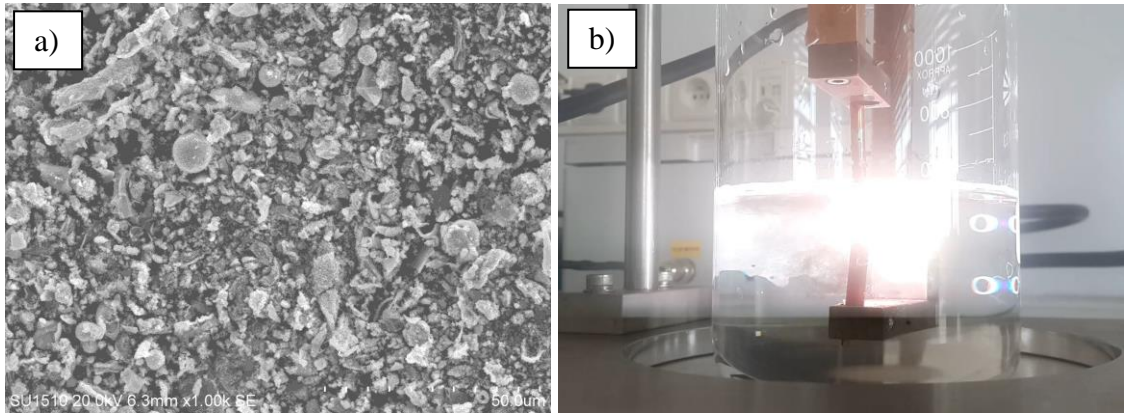
Şekil 4.11. 50 A' de saf suda bakır nanoparçacık üretimi; a) SCu50 SEM görüntüsü, b) 50 A' de ark oluşumu

70 A' deki bakır üretiminde oluşan ark diğer deneydekilere göre daha farklı görünümde meydana gelmiştir (Şekil 4.12b). Elde edilen SCu70' in SEM görüntülerinde de görüleceği üzere şekilleri biçimsizdir. Oluşan parçacıkların görüntüleri kendi içerisinde de kararsızlık sergilemektedir. Birbirinden bağımsız şekilde parçacıklar meydana gelmiştir. Üretim esnasındaki deney süresi diğerlerine göre çok daha kısa sürmüştür. Elde edilen parçacıklar sıvının içerisini aniden kaplamış, katot kolundaki bakır çubuk patlamalarla hızı bir şekilde aşmıştır.



Şekil 4.12. 70 A' de saf suda bakır nanoparçacık üretimi; a) SCu70 SEM görüntüsü, b) 70 A' de ark oluşumu

Saf sudaki bakır üretiminin son aşaması olan 90 A' deki üretim Şekil 4.13b' de verilmiştir. Oluşan akımın şiddeti yüksek akımdan dolayı ani patlamalı ve aşırı parlaklıkta meydana gelmiştir. Katot koluna bağlı elektrot, ark esnasında büyük parçacıkların kopmasından dolayı hızlı tükenmiştir. Diğer üretimlere göre deney süresi çok kısa olup bir dakika civarında gerçekleşmiştir. Süzme ve buharlaştırma sonucu elde edilen parçacıkların SEM görüntüleri alınmıştır (Şekil 4.13a). Oluşan SCu90' lar belirli bir şekle sahip değillerdir.



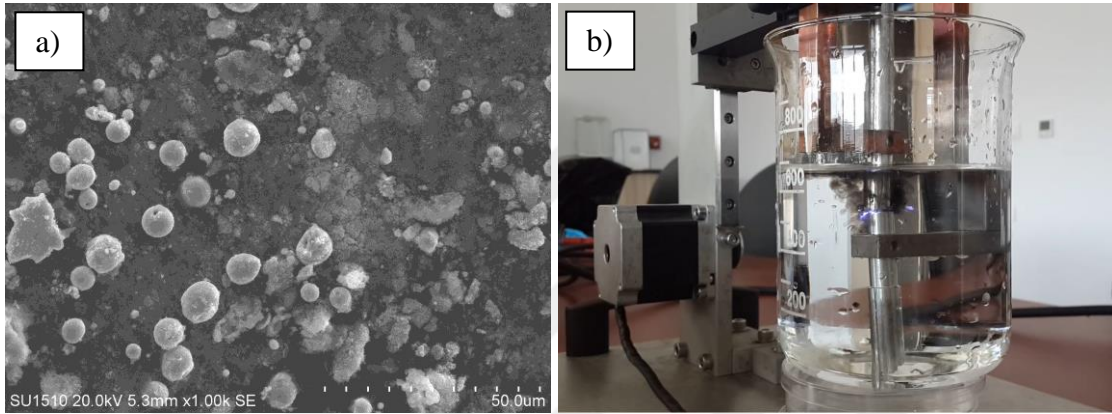
Şekil 4.13. 90 A' de saf suda bakır nanoparçacık üretimi; a) SCu90 SEM görüntüsü, b) 90 A' de ark oluşumu

4.1.3. Saf suda çinko nanoparçacık üretimi

Saf sudaki nanoparçacık üretimlerinin son aşaması olan çinko, üretimi yapılmak üzere deney düzeneğine saf su ile temizlendikten sonra bağlanmıştır. Çubukların merkezlemesi yapıldıktan sonra sisteme güç verilmiştir. Ark esnasında elektrotların birbirine yapışması ya da zayıf ark gibi herhangi bir problemle karşılaşılmadığı için

katot kolunun ileri geri hızında değişiklik yapılmamıştır. Çinko üretimi esnasında parçalanan parçacıklar koyu renginden dolayı saf suyu kısa süre içerisinde kaplayıp arkın gözlemini zorlaştırmıştır. Arkın oluşup oluşmadığı düzeneğin elektronik kısmındaki voltmetre ile yapılmıştır.

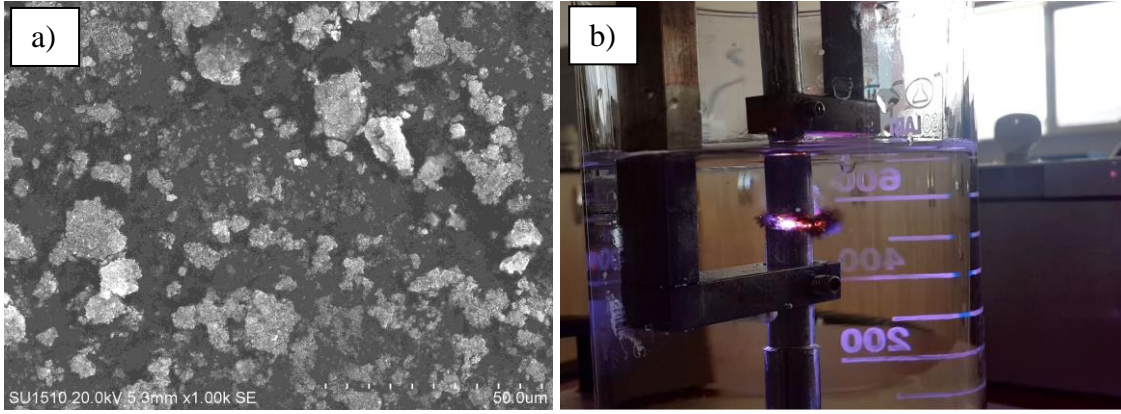
10 A' de yapılan çinko üretimi Şekil 4.14b' de gösterilmiştir. Arkın şiddeti zayıf olduğu için üretim süresi uzun tutulmuştur. Üretimden sonra süzülen parçacıkların SEM görüntüsü incelendiğinde, parçacıkların düzenli ve kararlı bir şekle sahip olmadığı ve oluşan parçacıkların 200 nm ile 5 µm boyutları arasında olduğu görülmüştür.



Şekil 4.14. 10 A' de saf suda çinko nanoparçacık üretimi; a) SZn10 SEM görüntüsü, b) 10 A' de ark oluşumu

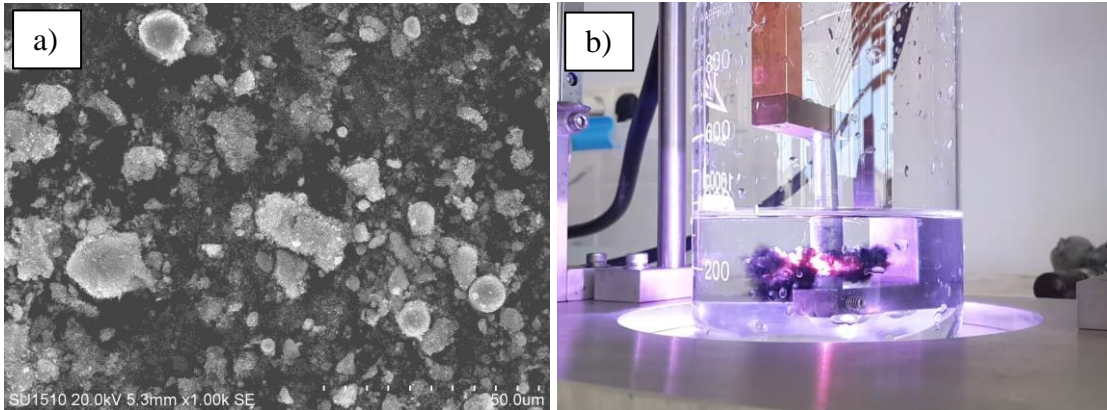
Bir önceki deneyde kullanılan ekipmanlar temizlendikten sonra SZn30 numunesinin üretimine geçmek için hazır hale getirilmiştir. Şekil 4.15' te görüldüğü gibi arkın şiddeti bir önceki deneye göre daha kuvvetlidir. Oluşan parçacıklar beher içerisindeki saf suyun rengini kısa sürede değiştirmiştir ve arkın takibi voltmetreden yapılmıştır. Deney süresi yaklaşık 15 dakika kadar sürmüştür.

SZn30' un üretimi yapıldıktan sonra süzme işlemi yapılmış ve SEM görüntüleri alınmıştır. Elde edilen SEM görüntüleri neticesinde SZn30' un belirli bir şekle sahip olmadığı ve oluşan parçaların aglomere olduğu gözlemlenmiştir.



Şekil 4.15. 30 A' de saf suda çinko nanoparçacık üretimi; a) SZn30 SEM görüntüsü, b) 30 A' de ark oluşumu

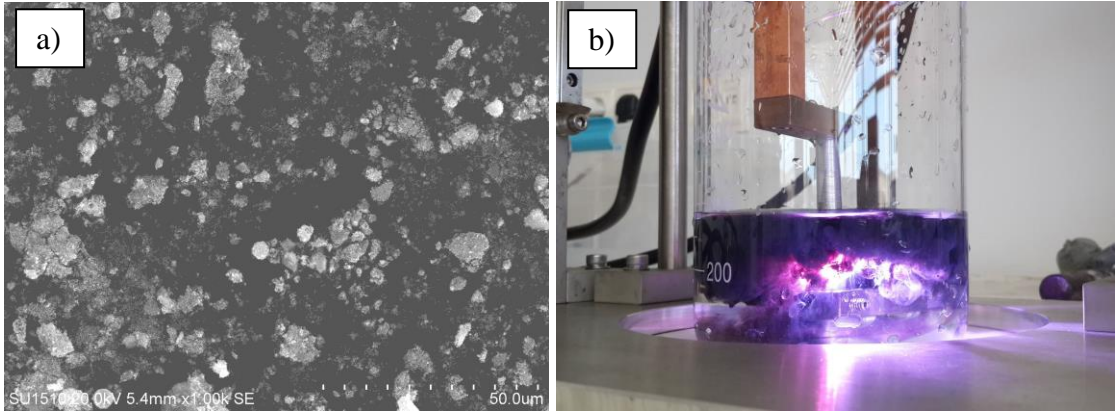
50 A' de otomatik kontrollü ark deşarj ünitesi ile sentezlenen çinko parçacıklarının şekilleri biçimsiz meydana gelmiştir (Şekil 4.16a). Yuvarlak şekle benzer parçacıkların yanı sıra düzensiz parçacıkların çokluğu dikkat çekmiştir. Aynı taneli parçacıklardan çok aglomere olmuş parçacıklar daha fazla görülmektedir. SEM' de görüntülenen SZn50 parçacıklarının boyutları incelendiğinde en küçük 100 nm boyutunda olduğu görülmüştür. 50 A' de oluşan arkın şiddeti Şekil 4.16b' de görüldüğü gibi düşük akımlı deneylerdekine göre daha kuvvetli meydana gelmiştir. Üretim süresi 4-5 dakika civarında gerçekleşmiştir.



Şekil 4.16. 50 A' de saf suda çinko nanoparçacık üretimi; a) SZn50 SEM görüntüsü, b) 50 A' de ark oluşumu

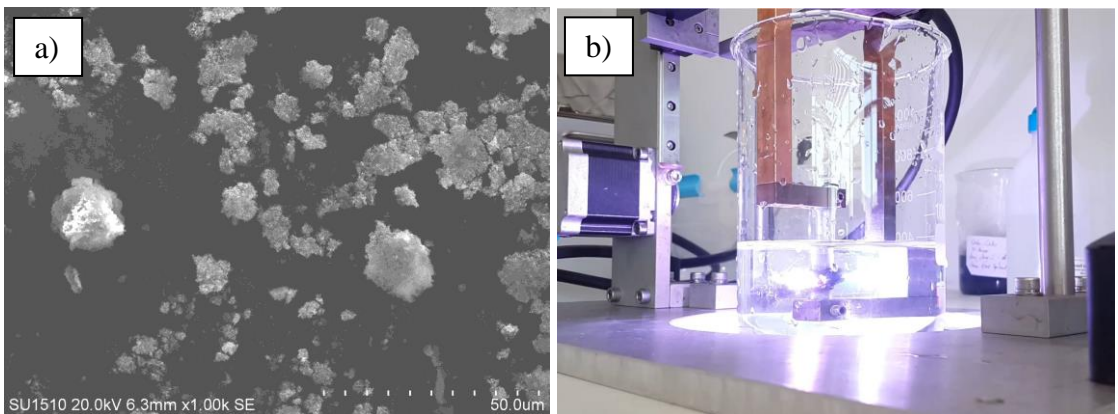
Şekil 4.17 ' de 70 A' de yapılan nanoparçacık üretiminin ark görüntüsü ve süzme sonucu elde edilen SZn70' in SEM görüntüsüne yer verilmiştir. Elde edilen SEM görüntüsü incelendiğinde 50 A' de üretilen parçacıkların görüntüsü gibi parçacıkların biçimsiz ve aglomere olmuş durumda olduğu görülmüştür. 70 amperin verdiği şiddetli ark, parçacıkların aniden sıvı içerisine dağılmasına neden olmuştur. Ark oluşuktan

birkaç saniye sonra sıvı tamamen karardığından dolayı arkı gözlemlemek giderek zorlaşmıştır. Yüksek akımdan dolayı üretim süresi 2-3 dakika içerisinde sona ermiştir.



Şekil 4.17. 70 A' de saf suda çinko nanoparçacık üretimi; a) SZn70 SEM görüntüsü, b) 70 A' de ark oluşumu

Otomatik kontrollü ark deşarj ünitesi ile saf suda üretimin son aşaması 90 A' deki çinko üretimiyle tamamlanmıştır. Yüksek amperin verdiği ark neticesinde meydana gelen arkın parlaklığı Şekil 4.18b' deki gibi oluşmuştur. Oluşan ark hem parlaklık hem de renk olarak diğerlerinden ayrılmaktadır. Deney süresinin çok kısa olmasına rağmen yüksek akım sebebiyle meydana gelen arktan dolayı saf su hızlı bir şekilde kaynama noktasına gelmiştir. Üretim sonunda süzme ve fırınlama işlemi yapılmış ve SEM görüntüleri alınmıştır. Elde edilen görüntülerde oluşan SZn90 parçacıklarının biçimsiz meydana geldiği ve çoğunlukla aglomerenin olduğu görülmüştür (Şekil 4.18a).



Şekil 4.18. 90 A' de saf suda çinko nanoparçacık üretimi; a) SZn90 SEM görüntüsü, b) 90 A' de ark oluşumu

4.2. Sıvı azot içerisinde nanoparçacık üretimi

Nanoparçacık sentezinin ikinci safhası sıvı azot ortamındaki üretim aşamasıdır. Üretimde kullanılacak olan sıvı azot yeterli miktarda azot tankına depolanmıştır. Saf suda yapılan üretimler bittikten sıvı azottaki üretimlere geçmek üzere otomatik kontrollü ark deşarj düzeneğinin temizliği yapılmıştır.

Üretime ilk olarak 10 A' de başlanmıştır. Sıvı azot ortamına daldırılan elektrotlar kısa süre içerisinde sıvı azotun kaynama noktası sıcaklığına kadar düşmüştür. Ark oluşturmak üzere harekete geçen katot kolundaki elektrot anot kolundaki elektroda dokunduğunda ark oluşumu gerçekleşmemiştir. Elektrotların bulunduğu ortam sıcaklığının $-195,8\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Sıvı azot kaynama noktası) olduğu düşünüldüğünde 10 amperdeki akımın arkı meydana getirebilmesi için ortam delinmesini gerçekleştiremediği düşünülmüştür. Bu sebepten sıvı azot içerisinde gerçekleştirilecek olan üretimler 30 amperden itibaren yapılmıştır.

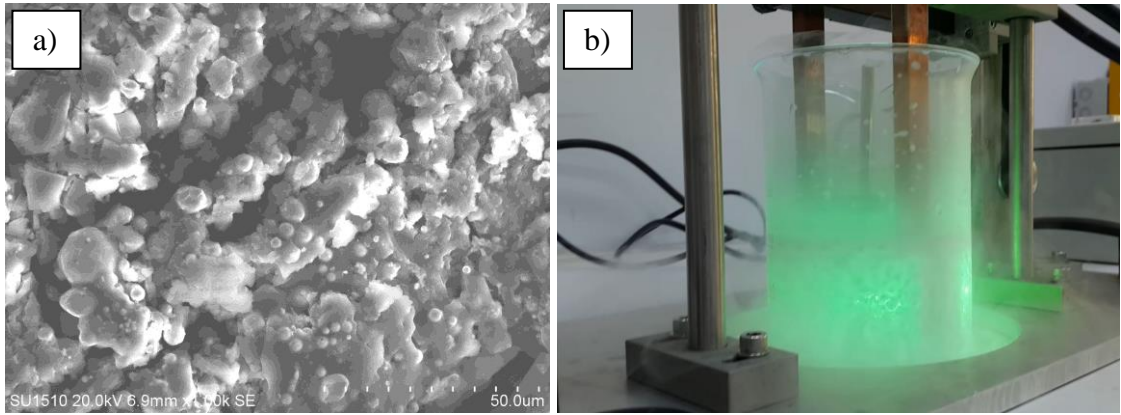
Düşük sıcaklıktaki sıvı azot ortamında meydana gelen ark oluşumunda katot elektrotunda ani sıcaklık artış ve düşüşü meydana gelmektedir. Bundan dolayı katot ve anot elektrotları zaman zaman birbirine yapışmıştır. Bu yapışmalardan dolayı deney süreleri çok uzun tutulmamış, sıvı azotta yapılan üretimler birkaç dakikayı geçmemiştir.

4.2.1. Sıvı azotta gümüş nanoparçacık üretimi

Gümüş metal çubuklar anot ve katot koluna bağlanmak üzere saf su ile temizliği yapıp üretime hazır hale getirilmiştir. Sıvı azotun düşük kaynama noktasına karşı dikkat edilecek hususlardan bir tanesi çıplak elle malzeme temasından kaçınılması gerektirir. Bunun için daha önceden temin edilen özel eldivenler kullanılmıştır. Sıvı azotla üretim esnasında olası sağlık tehlikelerine karşı gerekli önlemler alındıktan sonra dikkati bir şekilde üretim yapılmıştır.

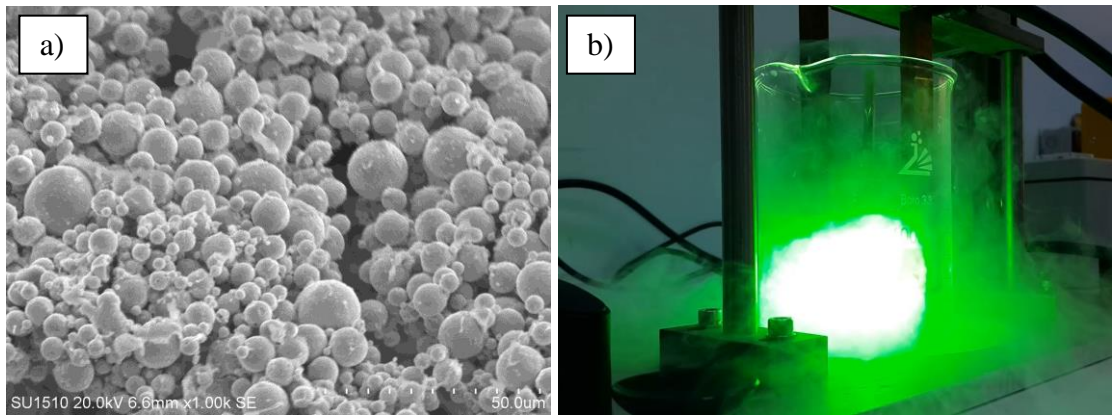
Katot ve anot kollarına gümüş çubuklar bağlandıktan sonra üretime başlamak için sisteme güç verilmiştir. Beher içerisine sıvı azot koyulduktan sonra belli bir süre sıvı azotun kararlı hale gelmesi beklenmiştir. İlk olarak 10 A' de üretim gerçekleştirmek için akım verilmiştir. Fakat 10 A' de ark oluşmadığı gözlemlendikten sonra akım değeri 30 A' e yükseltilmiştir. Bu akım değerinde akım oluştuktan sonra üretim birkaç dakika devam etmiştir. Şekil 4.19' da oluşan arkın şiddeti ve SEM sonucu elde edilen görüntülere yer verilmiştir. NAg30 parçacıklarının biçimleri küresele yakın ve

çoğunlukla aglomere olmuş vaziyette meydana gelmiştir. Üretim sonucu oluşan en küçük parçacık boyutu 200 nm civarında olmuştur (Şekil 4.19a).



Şekil 4.19. 30 A' de sıvı azotta gümüş nanoparçacık üretimi; a) NAg30 SEM görüntüsü, b) 30 A' de ark oluşumu

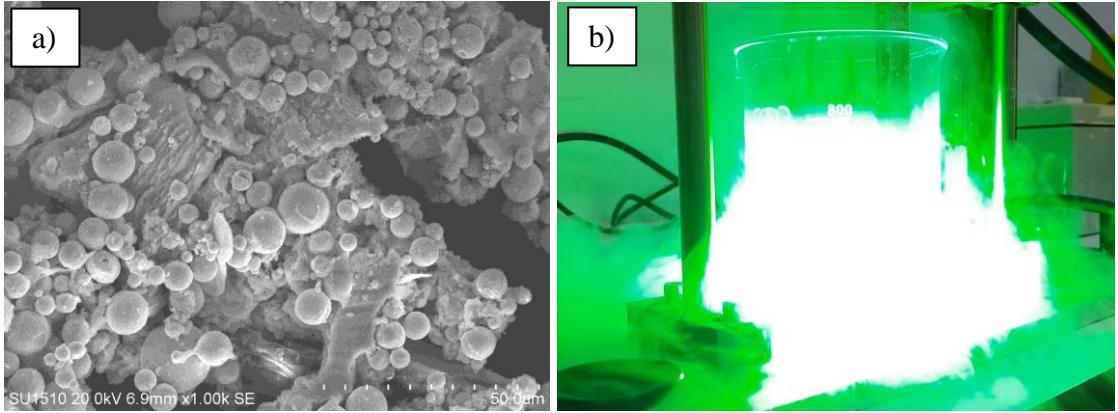
Sıvı azotta yapılan gümüş nanoparçacık üretiminin bir sonraki aşaması 50 A' deki üretimdir. Şekil 4.20' de meydana gelen arkın şiddeti ve parlaklığı görülmektedir. Süzme işlemi sonrasında elde edilen SEM görüntülerinde NAg50' nin şekil olarak yuvarlak biçimde meydana geldiği görülmüştür. Aglomere olmuş parçacık yok denecek kadar az seviyededir. Elde edilen parçacıkların boyutları 200 nm ile 10 µm arasındadır (Şekil 4.20a)



Şekil 4.20. 50 A' de sıvı azotta gümüş nanoparçacık üretimi; a) NAg50 SEM görüntüsü, b) 50 A' de ark oluşumu

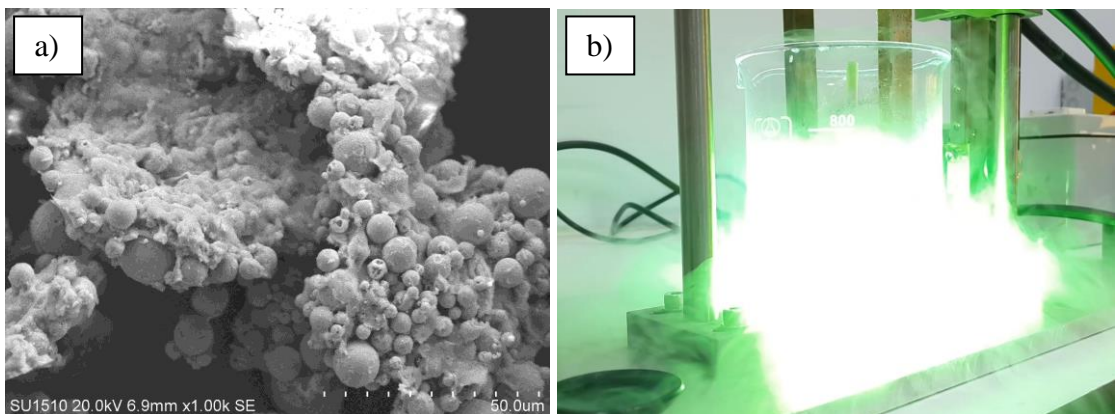
70 A' de oluşan ark diğer deneydekilere göre göz alıcı parlaklıkta meydana gelmiştir (Şekil 4.21b). Üretim işleminin ardından sonra parçacıklar süzildükten sonra SEM görüntüleri alınmıştır. Aşağıdaki şekilde görüldüğü gibi elde edilen parçacıkların

şekilleri küresel biçimdedir. En küçük parçacığın boyutu 250 nm civarında ölçülmüştür (Şekil 4.21a).



Şekil 4.21. 70 A' de sıvı azotta gümüş nanoparçacık üretimi; a) NAg70 SEM görüntüsü, b) 70 A' de ark oluşumu

Sıvı azot ortamındaki üretimin son aşamasında olan 90 A' de gümüş nanoparçacıkları sentezlenmiştir. Şekil 4.22b' deki arkın şiddetinden sisteme verilen akımın yüksek düzeyde olduğu anlaşılmaktadır. Meydana gelen yüksek patlamalı arkın sonucunda katoda bağlı gümüş çubuktan eriyerek kopan makro boyutlu parçacıklar, sıcaklık farklılığının yüksek olmasından dolayı sıvı azot içerisine dağılmadan tekrar donarak katoda ya da anoda yapışmıştır. NAg90' ın SEM görüntüsü incelendiğinde oluşan parçacıkların biçimlerinin küresel olduğu ve bununla birlikte aglomere olan parçacıkların da fazlalığı tespit edilmiştir (Şekil 4.22a). Elde edilen minimum parçacık boyutu 300-400 nm civarında olmuştur.

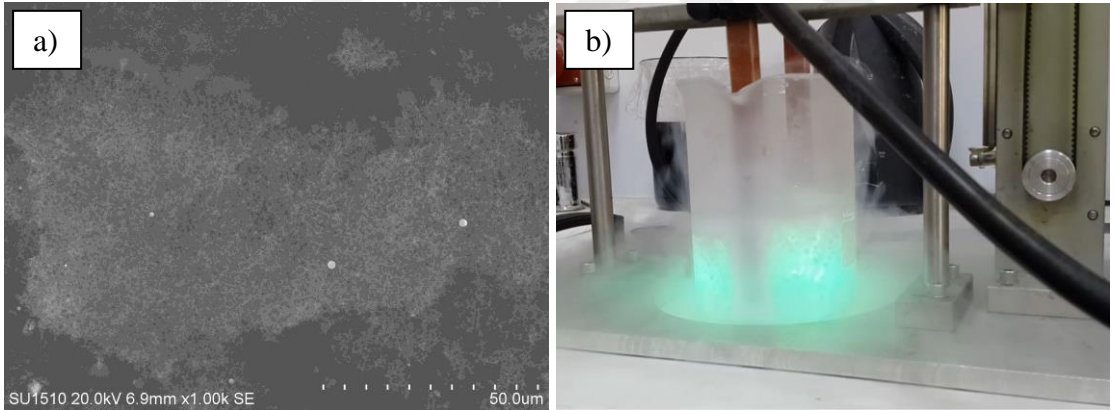


Şekil 4.22. 90 A' de sıvı azotta gümüş nanoparçacık üretimi; a) NAg90 SEM görüntüsü, b) 90 A' de ark oluşumu

4.2.2. Sıvı azotta bakır nanoparçacık üretimi

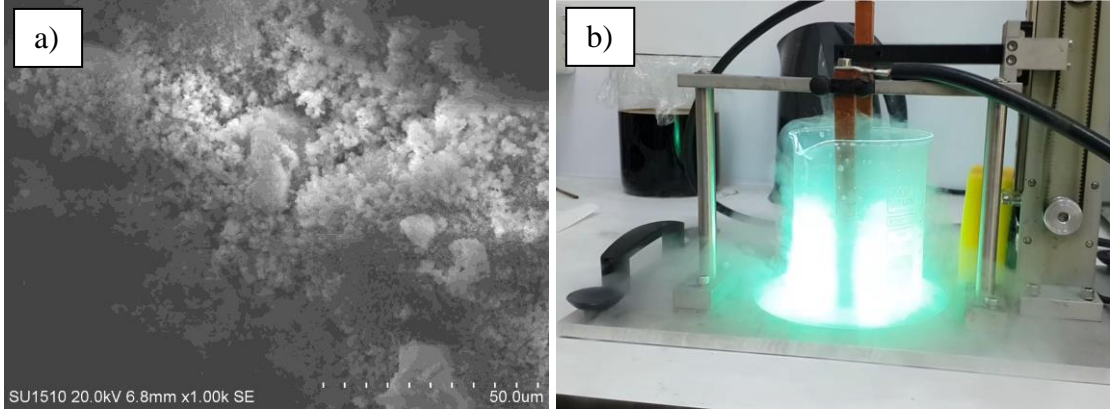
Sıvı azotun kaynama noktasının düşük olmasından dolayı üretim esnasında oluşan azot buharıyla birlikte oluşan nanoparçacıklar, deney düzeneğinin hemen her yerine yayılmıştır. Bundan dolayı bir sonraki üretim olan bakır sentezini yapmak üzere kullanılacak malzemelerin ve düzeneğin temizliği daha ayrıntılı bir şekilde yapılmıştır.

Bakır elektrotlar katot ve anot koluna bağlandıktan sonra merkezlemeleri yapılmış ve üretime hazır hale getirilmiştir. Daha sonra beher içerisine sıvı azot koyulup bir müddet sıvı azotun kararlı hale gelmesi beklenmiştir. Birkaç dakika beklemeden sonra deney düzeneğine güç verilmiştir. Katot kutbuna bağlı bakır elektrotunun anoda doğru hareketi sonucunda elektrotların birbiri ile teması sonucu oluşan ark Şekil 4.23b’ de verilmiştir. Bakır nanoparçacık sentezinde oluşan arkın rengi gümüş nanoparçacık sentezindekine göre daha farklı bir renkte meydana gelmiştir. Süzme sonrası elde edilen N_{Cu30}’ un SEM görüntüsünden oluşan parçacıkların küresel yapılara sahip şekillerinin olduğu görülmüştür.



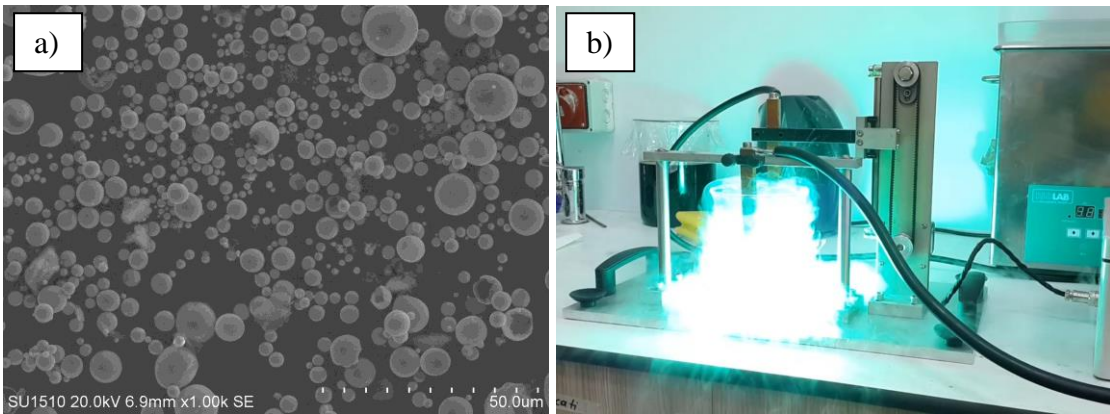
Şekil 4.23. 30 A’ de sıvı azotta bakır nanoparçacık üretimi; a) N_{Cu30} SEM görüntüsü, b) 30 A’ de ark oluşumu

Şekil 4.24’ te SEM görüntüsü ve ark oluşumu gösterilen üretim 50 A’ deki bakır nanoparçacık sentezine aittir. 50 A’ de meydana gelen arkın şiddeti 30 A’ dekine nazaran bir miktar daha kuvvetli meydana gelmiştir. Üretim süresi yaklaşık 2 dakika civarında sürdürülmüştür. Oluşan N_{Cu50}’ nin SEM görüntüsü N_{Cu30}’ a göre farklılık göstermiştir. Meydana gelen parçacıkların şekilleri tam küresel olmasa da küreye yakın biçimde oluşmuştur. Elde edilen görüntülerden aglomere olmuş parçacıkları da görmek mümkündür. Parçacık boyutunun 200 nm ile 1 µm civarında olduğu ve genel olarak oluşan parçacık boyutlarının 200 nm’ ye daha yakın olduğu görülmüştür.



Şekil 4.24. 50 A' de sıvı azotta bakır nanoparçacık üretimi; a) Ncu50 SEM görüntüsü, b) 50 A' de ark oluşumu

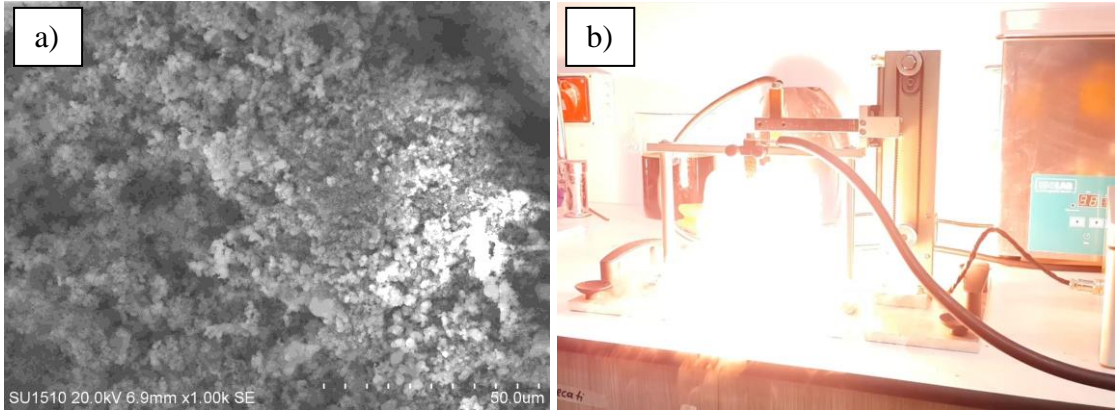
Sıvı azotta nanoparçacık sentezlemedeki bir sonraki aşama 70 A' deki üretim işlemidir. Yüksek akımlarda arkın şiddeti daha fazla olduğu için behere doldurulan sıvı azot miktarı yüksek seviyede tutulmuştur. Arkın şiddeti, parlaklığından anlaşılacağı gibi patlamalı meydana gelmiştir. Üretim işleminden sonra süzülen parçacıkların SEM görüntüsünde Ncu70' in şekillerinin çok farklı olduğu görülmüştür. Diğer üretimlerdeki parçacık şekilleri kılcal ve küreye benzer yapıda meydana gelirken Ncu70'in görüntüsü net bir biçimde küreye benzemektedir (Şekil 4.25a). Parçacık boyutları 100 nm ile 10 μm arasında olmuştur.



Şekil 4.25. 70 A' de sıvı azotta bakır nanoparçacık üretimi; a) Ncu70 SEM görüntüsü, b) 70 A' de ark oluşumu

90 A' de bakır sentezi sıvı azot içerisinde ark deşarj ile üretimin son aşamasıdır. Aşağıdaki Şekil 4.26b' de de görüleceği gibi oluşan arkın şiddeti ve rengi diğerlerinden farklı bir biçimde meydana gelmiştir. Ncu90' ın üretim süresi Ncu30, Ncu50 ve

NCu70' e göre en kısadır. Oluşan parçacık şekilleri küreye yakın bir yapıda olup yer yer aglomere olmuş durumda ve boyutları 250 nm civarındadır.

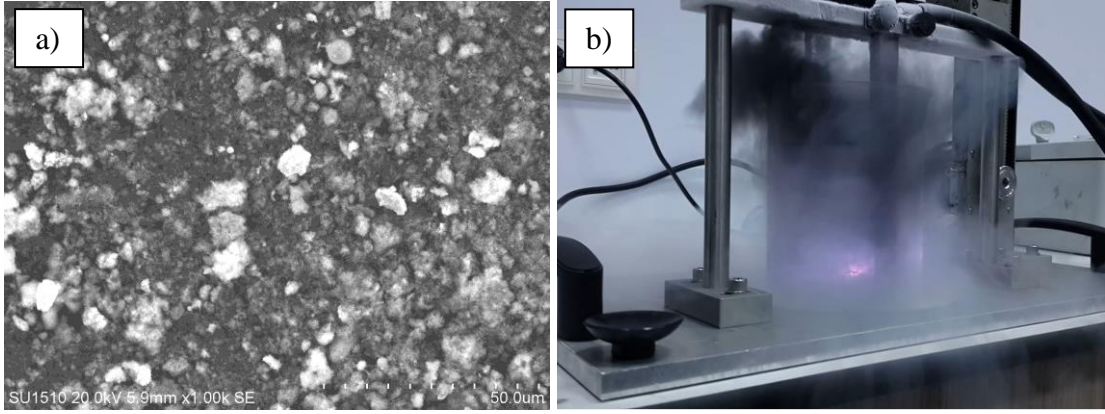


Şekil 4.26. 90 A' de sıvı azotta bakır nanoparçacık üretimi; a) NCu90 SEM görüntüsü, b) 90 A' de ark oluşumu

4.2.3. Sıvı azotta çinko nanoparçacık üretimi

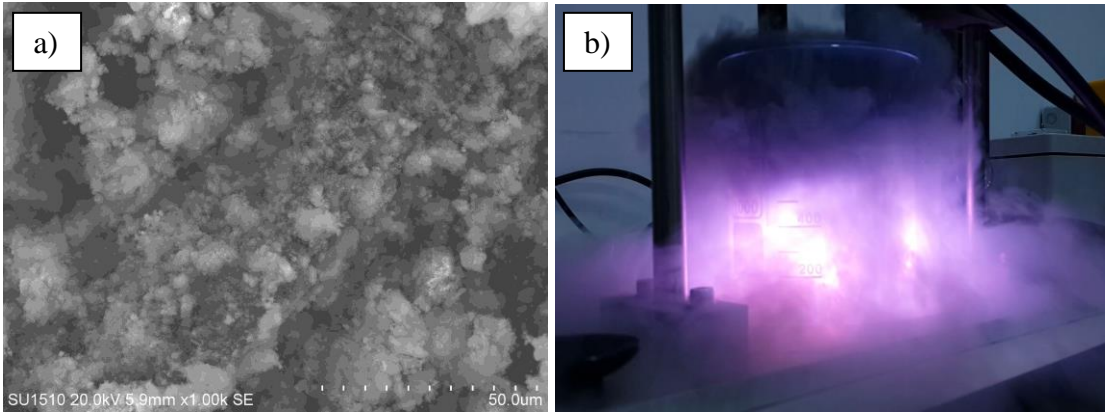
Sıvı azot ortamında otomatik kontrollü ark deşarj düzeneğiyle nanoparçacık üretiminin son adımı olan çinko nanoparçacık üretimi 30-50-70-90 A değerlerinde yapılmıştır. Ark esnasında sıvı azot ile buharlaşan nanoparçacıklar yoğun bir biçimde çevreye yayılıp düzeneğin kirlenmesine neden olmuştur. Bundan dolayı farklı amperlerde üretime başlanmadan önce düzeneğin temizliği yapılmıştır.

Anot koluna kısa boyda, katot boyuna daha uzun boyda çinko çubuğu bağlandıktan sonra çubukların merkezlemesi yapılmıştır. Behere sıvı azot ilave edildikten sonra üretim başlamıştır. Üretim süresi 3-4 dakika kadar sürmüştür. Üretim esnasında elektrotların birbirine yapışması gibi bir problemle karşılaşılmamıştır. 30 A' de oluşan ark ve SEM görüntüsüne aşağıda yer verilmiştir (Şekil 4.27). NZn30' un şekli herhangi bir düzende meydana gelmemiştir. Parçacıkların şekilleri düzensiz ve yer yer aglomere olmuş vaziyette görüntülenmiştir.



Şekil 4.27. 30 A' de sıvı azotta çinko nanoparçacık üretimi; a) NZn30 SEM görüntüsü, b) 30 A' de ark oluşumu

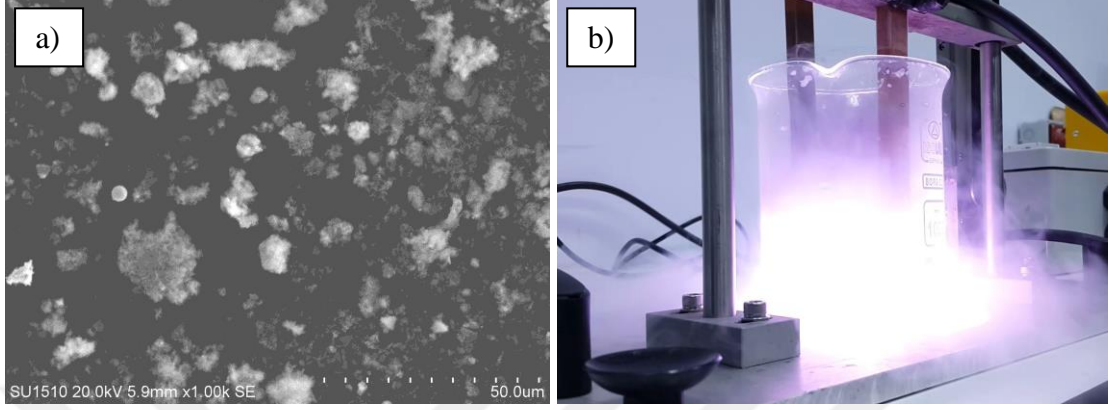
30 A' den sonra 50 A' de sıvı azot ortamında çinko nanoparçacık üretimi gerçekleştirilmiştir. 30 A' deki arkın şiddetine nazaran daha parlak bir görüntüye sahip olan 50 A' deki ark Şekil 4.28b' deki gibidir. Üretim 2-3 dakika sürmüştür. Üretim esnasında eksilen sıvı azot yerine ilave gerçekleştirilerek arkın sıvı azot içerisinde kalması sağlanmıştır. Üretim sonucu süzülükten sonra etanole alınan ve ardından buharlaştırılan parçacıkların SEM görüntüleri alınmıştır. Elde edilen SEM görüntüleri neticesinde oluşan parçacıkların düzenli bir şekle sahip olmadıkları ve yer yer aglomere olmuş bölgelere sahip oldukları görülmüştür.



Şekil 4.28. 50 A' de sıvı azotta çinko nanoparçacık üretimi; a) NZn50 SEM görüntüsü, b) 50 A' de ark oluşumu

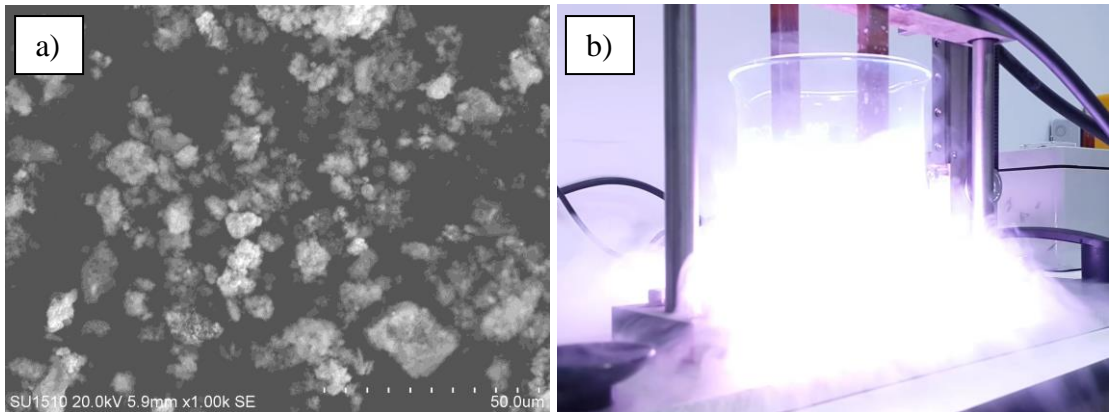
Şekil 4.29' da otomatik kontrollü ark deşarj ünitesi ile 70 A' de üretimi yapılmış çinkonun SEM görüntüsü ve ark oluşumu görülmektedir. 70 A' de oluşan arkın şiddeti akımdan dolayı patlamalı ve parlak meydana gelmiştir. Beher içerisinde azalan sıvı azota sürekli takviye yapılmış seviyesinin azalmamasına dikkat edilmiştir. Süzme sonucu elde edilen NZn70' in SEM görüntüleri incelendiğinde diğer yapılan deneylerdeki

görüntülerle farkın çok olmadığı görülmüştür. Oluşan parçacık şekillerinin düzensiz ve aglomere olmuş parçacıkların meydana geldiği SEM analizi ile görülmüştür (Şekil 4.29a).



Şekil 4.29. 70 A' de sıvı azotta çinko nanoparçacık üretimi; a) NZn70 SEM görüntüsü, b) 70 A' de ark oluşumu

Otomatik kontrollü ark deşarj ile yapılan üretimlerin sonucusu olan sıvı azot ortamında 90 A' de gerçekleştirilmiştir. Üretim esnasında meydana gelen arkın şiddeti çok yüksek parlaklıkta meydana gelmiştir. Ark esnasında oluşan yüksek patlamalardan dolayı sıvı azot seviyesi azalmış ve behere sürekli sıvı azot takviyesi yapılmıştır. Yüksek akımdan dolayı katotta hızlı parçalanma meydana gelmiştir. Bu yüzden üretim süresi çok uzun tutulmamış, yaklaşık 1 dakika civarında üretim gerçekleşmiştir. NZn90'ın SEM görüntüsünün diğer üretimlerde meydana gelen görüntülerden farklı olmadığı görülmüştür. Oluşan parçacıkların şekilleri belli bir karakteristiğe sahip olmayıp yer yer aglomere olmuş bölgelere rastlanmıştır (Şekil 4.30).



Şekil 4.30. 90 A' de sıvı azotta çinko nanoparçacık üretimi; a) NZn90 SEM görüntüsü, b) 90 A' de ark oluşumu

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

5.1 Sonuçlar

Deneysel olarak yürütülen bu çalışmada açık atmosfer koşullarında saf su ve sıvı azot ortamında gümüş, bakır ve çinko metallerinin 10, 30, 50, 70 ve 90 amperlik akım değerlerindeki nanoboyuta indirgenmesi ark deşarj yöntemiyle gerçekleştirilmiştir. Ark deşarj yöntemi ile üretimde özel tasarlanmış otomatik kontrollü düzenek kullanılmıştır. Saf su içerisindeki üretimler 10 A' den başlarken sıvı azot içerisindeki üretimler 10 A' de arkın gerçekleşmemesi sonucu 30 A' den itibaren yapılmıştır. Üretim esnasında kullanılan otomatik kontrollü ark deşarj ünitesi sayesinde sabit akıma bağlı seri üretim gerçekleştirilmiştir. Saf su ve sıvı azot içerisinde gerçekleştirilen üretimlerde farklı akım değerlerinde oluşan parçacıkların şekil olarak yapıları SEM görüntüleri alınarak incelenmiştir. Bu tez çalışmasında aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir:

- Otomatik kontrollü ark deşarj ünitesindeki katot kolunun ileri geri hareketi sayesinde sürekli ark sağlanmış ve yöntemin seri üretime uygunluğu görülmüştür. Farklı metal sentezinde ya da farklı sıvı ortamında gerçekleştirilen üretimlerde, elektrotların birbirine yapışması durumunda sisteme elektronik olarak müdahale edilmesi sonucu katot kolunun ileri ve geri hızını değiştirerek yapışmaların önlenmesi, sistemin avantajları arasında yer almıştır. Sistemde kullanılan özel bakır kablolar ve sıfır dirence yakın elektronik ekipmanlar sayesinde akım kayıpları asgari düzeye indirildikten sonra güç kaynağından verilen akım ile ark esnasındaki akım, hassas ölçümlü pens ampermetresi ile ölçülüp doğruluğu denetlenmiştir.
- Ark deşarjla üretimi yapılan parçacıklar nanogözenekli filtrelerden geçirilerek süzme işlemi gerçekleştirilmiştir. Daha sonra sıvı içerisindeki parçacıkların elde edilmesi için buharlaştırma işlemi uygulanmış ve SEM görüntüleri alınmıştır.
- Saf su ortamında gerçekleştirilen gümüş nanoparçacık sentezinde verilen akım şiddetine bağlı kalmaksızın oluşan parçacıkların tümünün küresel olduğu SEM görüntüleri sonucunda görülmüştür. Elde edilen parçacık boyutlarından en küçük boyutlu olanı 50 nm civarında oluşmuştur. Saf su ortamında gümüş nanoparçacık sentezi esnasında meydana gelen ark sonucu elektrotların birbirine yapışması gibi bir problemle karşılaşılmamıştır. Bu yüzden düzenekteki katot kolunun ileri geri hızında herhangi bir değişikliğe gidilmemiştir. Yüksek

akımlardaki üretimlerde meydana gelen yüksek patlamalı ark sonucu katottan makro parçacıkları kopmuş ve katot hızlı tükenmiştir. Aynı zamanda oluşan parçacıkların sıvı içerisine hızlı yayılmasından dolayı üretim süreleri yüksek akımlarda kısa tutulmuştur.

- Sıvı azot ortamında gümüş nanoparçacık sentezi için 10 A' lik akım değerinde yapılmak üzere deney düzeneği hazır hale getirilmiştir. Fakat 10 A' de ark oluşumu gerçekleşmemiştir. Bu yüzden sıvı azot ortamındaki tüm üretimler 30 A' den itibaren yapılmıştır. Yapılan üretim sonucu elde edilen parçacıkların SEM görüntülerine göre 50 ve 70 A' deki üretimlerde meydana gelen parçacık şekilleri küresel meydana gelmiştir. 30 ve 90 A' de oluşan parçacıkların şekilleri küresele yakın olup aglomere olmuş parçacıklara fazlasıyla rastlanmıştır. Elde edilen parçacık şekillerine akım değerlerinin az da olsa etkisi olmuştur. Oluşan en küçük parçacık boyutu 200 nm civarında meydana gelmiştir. Ark esnasında elektrotlarda zaman zaman yapışma olmuştur. Yapışma genel olarak yüksek akımlardaki üretimlerde meydana gelmiş, yapışmaya hızlı eriyip hızlı soğuyan katottan kopan makro parçacıklar sebebiyet vermiştir.
- Bakır parçacıklarının saf su ortamındaki üretimi 10 A, 30 A, 50 A, 70 A ve 90 A' de gerçekleştirilmiştir. 10 A, 30 A, 70 A ve 90 A' deki üretimlerde parçacıkların SEM görüntüleri incelendiğinde oluşan parçacıkların şekillerinin biçimsiz meydana geldiği görülmüştür. 50 A' de sentezlenen bakırın elde edilen SEM görüntülerinden oluşan parçacıkların küresele çok yakın olduğu gözlemlenmiştir. Oluşan en küçük küresel parçacık boyutu 250 nm civarında meydana gelmiştir. Bakır sentezinde oluşan parçacıkların şekil karakteristiğine akımın etkisi olduğu görülmüştür. Saf suda bakır parçacık sentezinde ideal akım 50 A olarak belirlenmiştir.
- Sıvı azotta bakır parçacık sentezi esnasında gümüş parçacıkta olduğu gibi elektrotlarda zaman zaman yapışma ile karşılaşmıştır. Bakırın sıvı azot ortamındaki sentezi 30 A' den itibaren gerçekleşmiştir. Saf su ortamındaki üretime göre oluşan parçacıkların şekil karakteristikleri daha kararlı meydana gelmiştir. 30 A, 50 A ve 90 A' deki üretim sonuçlarından elde edilen SEM görüntülerinde, elde edilen parçacıklar küresel yapıya yakın ve çoğunlukla aglomere olmuş durumda gerçekleşmiştir. 70 A' de oluşan parçacıklar tam küresel bir biçimde meydana gelmiş, aglomere olan parçacığa rastlanılmamıştır. Farklı akım değerinin oluşan parçacıktaki şekil karakteristiğine etkisi SEM

görüntüleri neticesinde görülmüştür. Bakır parçacıkların sıvı azot içerisindeki üretiminde ideal akım değeri 70 A olarak belirlenmiş ve en küçük parçacık 100 nm civarında meydana gelmiştir.

- Saf su ortamında çinko parçacık sentezi 10 A, 30 A, 50 A, 70 A ve 90 A değerlerinde yapılmıştır. Çinko metalinin diğer metallere göre sıvı içerisinde koyu renkte parçalanması sonucu oluşan ark birkaç saniye sonra gözle görülemeyecek şekilde devam etmiştir. Oluşan arkın devamlılığı, ünitenin elektronik panosunda bulunan voltmetreden izlenmiştir. Üretim sonucu süzme işleminden sonra alınan numunelerin SEM görüntüleri incelendiğinde, meydana gelen parçacıkların belirli bir şekle sahip olmadıkları görülmüştür. Oluşan parçacık şekillerine deney sırasında verilen farklı akım değerleri etki etmemiştir.
- Otomatik kontrollü ark deşarj ünitesi ile yapılan üretimlerin son aşaması olan sıvı azot ortamında çinko metalinin sentezi yapılmıştır. Çinko nanoparçacık üretiminde diğer metallerde görülen elektrotların yapışma problemine rastlanılmamıştır. 30 A' den başlanarak yapılan üretimlerden elde edilen parçacıklar, süzme işlemi yapıldıktan sonra SEM görüntüleri alınmıştır. 50 A haricindeki deney sonuçları saf su ortamındaki sonuçlarla farksız bir şekilde meydana gelmiştir. Parçacıkların kendilerine özgü herhangi bir şeklinin olmadığına SEM görüntüleri incelenerek varılmıştır. 50 A' de meydana gelen parçacık şekilleri kısmen daha düzenli bir şekilde meydana gelmiştir. Yalnız oluşan parçacıkların şekil olarak kesin bir karaktere sahip olduğu söylenememektedir.
- Saf su ortamında 15, sıvı azot ortamında 12 adet olmak üzere toplamda 27 adet farklı üretim yapılmıştır. Otomatik kontrollü düzenekte katot kolunun ileri ve geri hızı tüm üretimlerde sabit tutulmuştur. SEM görüntülerinden; oluşan parçacık şekillerine etki eden iki parametreye rastlanmıştır; bunlar ark ortamı ve ark şiddetidir. Kimi metallerde parçacık karakteristiğine ark şiddeti etki ederken kimi metallere de ark ortamı etki etmiştir.

5.2 Öneriler

- Bu çalışmada, otomatik kontrollü ark deşarj ünitesi ile sentezlenecek elektrotlar, saf su ya da sıvı azot ile doldurulmuş beher kaba daldırılarak ark oluşumu

sağlanmıştır. Saf sudaki üretimde oluşan arkın dolayı ortam sıcaklığının artmasıyla birlikte su buharı açığa çıkmaktadır. Sıvı azottaki üretimde ise sıvı azotun kaynama noktasının düşük olmasında dolayı tüm deneylerde yüksek derece azot buharı meydana gelmiştir. Her iki ortamda da açığa çıkan buharla birlikte sentezlenen nanoparçacıklar atmosfere karışmıştır. Bu durum, oluşan nanoparçacık kayıplarının yanı sıra insan sağlığı açısından da zararlı olarak görülmektedir. Atmosferle ilişkisi olmayan bir ortamda yapılan üretimin daha verimli ve başarılı sonuçlar vereceği düşünülmektedir.

- Otomatik kontrollü ark deşarj düzeneğinde lineer hareket elemanları kullanılmıştır. Anot kolu sabit tutulurken katot kolu doğrusal hareketle anoda doğru ark oluşturmak üzere hareket etmektedir. Zaman zaman ark oluşumu esnasında elektrotların birbirine yapışması problemiyle karşılaşmıştır. Özellikle sıvı azot ortamında bu duruma daha sık rastlanmıştır. Elektrotların yapışmasından sonra sistem katot kolunu geri çekmeye çalışmakta fakat elektrotları birbirinden koparacak kuvveti sağlayamamaktadır. Bunun neticesinde sisteme elle müdahale edip yapışan elektrotlar ayrılıp üretime tekrar devam edilmiştir. Bu da üretimin akıcılığına engel olup zaman kaybına neden olmaktadır. Problemin çözümüne yönelik katot koluna bağlı sistemin lineer doğrultudaki hareketinin yanı sıra kendi eksenini etrafında da dönerek hareket etmesi, yapışan elektrotları burkma hareketiyle birbirinden ayırması düşünülmüştür.
- Ark deşarj yöntemi ile üretim işleminden sonra süzme aşamasına geçilmiştir. Üretimi tamamlanmış tüm parçacıkların süzülmesinde sadece bir adet gözenekli filtre taşı kullanılmıştır. Her süzme işleminden önce gözenekli taşın temizliği yapılmış olsa bile, gözenekli taş değiştirilmediğinden dolayı bir önceki üretimden kalan parçacıklar safsızlığı etkilemiş olabilir.
- Sonuç olarak; saf su ortamında yapılan ark deşarj yöntemiyle gümüş nanoparçacık üretiminde elde edilen parçacık şekilleri 10 A, 30 A, 50 A, 70 A ve 90 A' lik akım değerlerinde de küresel meydana gelmiştir. Saf su ortamında bakır üretiminde oluşan parçacıkların küresel şekilde olması istiyorsa, ideal akım değerinin 50 A olduğu görülmüştür. Diğer akım değerlerindeki üretimlerden elde edilen parçacıkların şekilleri düzensiz meydana gelmiştir. Saf su ortamında çinko üretiminde elde edilen parçacıkların şekilleri biçimsiz meydana gelmiş, belirli bir şekle sahip parçacık elde oluşmamıştır. Sıvı azot

ortamında üretimi gerçekleştirilen gümüş nanoparçacıklarının şekilleri 30 A, 50 A, 70 A ve 90 A' de küresel olarak meydana gelmiştir. Fakat küresellik açısından en belirgin şekle sahip parçacıklar 50 A' de oluşmuştur. Sıvı azot ortamındaki bakır üretiminde oluşan en belirgin küresel yapıdaki parçacıklar 50 A' deki üretimde meydana gelmiştir. Çinkonun sıvı azot ortamındaki üretiminden meydana gelen nanoparçacık şekillerinin saf su ortamındaki gibi biçimsiz yapıda olduğu görülmüştür.



ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı Soyadı : Mesut Muhammed HARMANKAYA
Uyruğu : T. C.
Doğum Yeri ve Tarihi : SARAYÖNÜ – 13.01.1989
Telefon : +90 555 692 01 33
Faks : -
e-mail : muhammedharmankaya@gmail.com

EĞİTİM

Derece	Adı, İlçe, İl	Bitirme Yılı
Lise	: Beyşehir Lisesi (Y.D.A.), Beyşehir, Konya	2007
Üniversite	: Selçuk Üniversitesi, Selçuklu, Konya	2012
Yüksek Lisans	: Necmettin Erbakan Üniversitesi, Meram, Konya	2018
Doktora	: -	-

İŞ DENEYİMLERİ

Yıl	Kurum	Görevi
2012	Savema Markalama ve Kodlama Cihazları Ltd. Şti.	İmalat Sorumlusu ve Ar-Ge Mühendisi
2016	Şafak Sürücü Kursu	Motor Öğretmeni ve Usta Öğretici
2017	420 Yapı Denetim Ltd. Şti.	Mekanik Tesisat Kontrol Mühendisi

UZMANLIK ALANI

YABANCI DİLLER

İngilizce

YAYINLAR

KAYNAKLAR

- Andrady, A. L., 2008, Science and technology of polymer nanofibers, John Wiley & Sons, p.
- Aoqui, S.-i., Mitsugi, F., Sonoda, Y., Nakamiya, T. ve Kawasaki, H., 2016, In Situ Analysis of Discharge Sound and IV Characteristic on Gliding Arc Discharge for Nano Particle Preparation, *Physics Procedia*, 85, 47-53.
- Ateş, H., 2015, NANO PARÇACIKLAR VE NANO TELLER.
- Ateş, H. ve Bahçeci, E., 2015, Nano Malzemeler için Üretim Yöntemleri, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi Part C: Tasarım ve Teknoloji*, 3 (2), 483-499.
- Bachmann, G., Holtmannspötter, D., Korte, S. ve Zweck, A., 2001, Angels on a pinhead: new research networks for nanotechnology, *Foresight*, 3 (4), 331-339.
- Bae, J. C., Yoon, Y. J., Lee, S.-J., Song, K. M. ve Baik, H. K., 2002, Diameter control of single-walled carbon nanotubes by plasma rotating electrode process, *Carbon*, 40 (15), 2905-2911.
- Berkmans, A. J., Jagannatham, M., Priyanka, S. ve Haridoss, P., 2014, Synthesis of branched, nano channeled, ultrafine and nano carbon tubes from PET wastes using the arc discharge method, *Waste management*, 34 (11), 2139-2145.
- Borghain, R., Yang, J., Selegue, J. P. ve Kim, D. Y., 2014, Controlled synthesis, efficient purification, and electrochemical characterization of arc-discharge carbon nano-onions, *Carbon*, 66, 272-284.
- Bystrzejewski, M., Lange, H., Huczko, A., Ruemmeli, M., Gemming, T. ve Pichler, T., 2006, Synthesis of heterogenous multi-walled carbon nanotubes in a carbon arc in water, *Fullerenes Nanotubes and Carbon Nanostructures*, 14 (2-3), 207-213.
- Chang, B., Gersten, B. L., Szewczyk, S. T. ve Adams, J. W., 2007, Characterization of boron carbide nanoparticles prepared by a solid state thermal reaction, *Applied Physics a-Materials Science & Processing*, 86 (1), 83-87.
- Charinpanitkul, T., Tanthapanichakoon, W. ve Sano, N., 2009, Carbon nanostructures synthesized by arc discharge between carbon and iron electrodes in liquid nitrogen, *Current Applied Physics*, 9 (3), 629-632.
- Chen, C., Chang, T. ve Wang, T., 2002, Synthesis of magnetic nano-composite particles, *Ceramics International*, 28 (8), 925-930.
- Claudio, L. ve Mitchell, B., 2002, Nanoparticles from Mechanical Attrition. Synthesis, Functionalization and Surface Treatment of Nanoparticles, Chapter 1, American Scientific Publishers.
- Çıracı, S., Özbay, E., Gülseren, O., Demir, H., Bayındır, M., Oral, A., Senger, T., Aydın, A. ve Dana, A., 2005, Türkiye’de Nanoteknoloji, *TÜBİTAK Bilim ve Teknik Dergisi*.
- Daenen, M., De Fouw, R., Hamers, B., Janssen, P., Schouteden, K. ve Veld, M., 2003, The wondrous world of carbon nanotubes, *Eindhoven University of Technology*, 27.
- Ding, J., Yan, X., Tay, B. K. ve Xue, Q., 2011, One-step synthesis of pure Cu nanowire/carbon nanotube coaxial nanocables with different structures by arc discharge, *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 72 (12), 1519-1523.
- Dolgaev, S., Simakin, A., Voronov, V., Shafeev, G. A. ve Bozon-Verduraz, F., 2002, Nanoparticles produced by laser ablation of solids in liquid environment, *Applied Surface Science*, 186 (1-4), 546-551.
- Ebbesen, T. W. ve Ajayan, P. M., 1992, Large-Scale Synthesis of Carbon Nanotubes, *Nature*, 358 (6383), 220-222.

- Edelstein, A. S. ve Cammaratra, R., 1998, Nanomaterials: synthesis, properties and applications, CRC press, p.
- Gang, X., Jia, S.-L. ve Shi, Z.-Q., 2007, The production of carbon nano-materials by arc discharge under water or liquid nitrogen, *New Carbon Materials*, 22 (4), 337-341.
- Gavrilov, N., Mamaev, A., Plotnikov, S., Rubshtein, A., Trakhtenberg, I. S. ve Ugov, V., 2010, Comparison testing of diamond-like aC: H coatings prepared in plasma cathode-based gas discharge and ta-C coatings deposited by vacuum arc, *Surface and Coatings Technology*, 204 (24), 4018-4024.
- Goldberg, O., Goldenberg, E., Zhitomirsky, V., Cohen, S. ve Boxman, R., 2012, Zirconium vacuum arc operation in a mixture of Ar and O₂ gases: Ar effect on the arcing characteristics, deposition rate and coating properties, *Surface and Coatings Technology*, 206 (21), 4417-4424.
- Goldstein, A., 1997, Handbook of nanophase materials, CRC Press, p.
- Guo, J. J., Wang, X. M., Yao, Y. L., Yang, X. W., Liu, X. G. ve Xu, B. S., 2007, Structure of nanocarbons prepared by arc discharge in water, *Materials Chemistry and Physics*, 105 (2-3), 175-178.
- Gürmen, S., Ebin, B. ve İTÜ, M., 2008, Nanopartiküller ve üretim yöntemleri-1, *Metalurji Dergisi*, 150, 31-38.
- Gürmen, S. ve Metalurjisi, Ü., 2009, Ultrasonik Sprey Piroiliz Tekniğiyle Küresel Gümüş Nano-partiküllerinin Üretimi, *Fen Bilimleri Enstitüsü*.
- Hao, W., Huang, J.-F., Cao, L.-Y., Yin, L.-X., Wu, J.-P., Fei, J., Huang, Y.-C. ve Yang, L.-Q., 2013, An AlPO₄-SiC-MoSi₂/SiC oxidation protective coating on carbon/carbon composites by pulse arc discharge deposition, *Ceramics International*, 39 (8), 9797-9801.
- He, D. L., Zhao, T. K., Liu, Y. N., Zhu, J. W., Yu, G. ve Ge, L. L., 2007, The effect of electric current on the synthesis of single-walled carbon nanotubes by temperature controlled arc discharge, *Diamond and Related Materials*, 16 (9), 1722-1726.
- Huang, Z.-M., Zhang, Y.-Z., Kotaki, M. ve Ramakrishna, S., 2003, A review on polymer nanofibers by electrospinning and their applications in nanocomposites, *Composites Science and Technology*, 63 (15), 2223-2253.
- Iijima, S., 1991, Helical microtubules of graphitic carbon, *nature*, 354 (6348), 56.
- Imasaka, K., Kanatake, Y., Ohshiro, Y., Suehiro, J. ve Hara, M., 2006, Production of carbon nanotubes and nanotubes using an intermittent arc discharge in water, *Thin Solid Films*, 506, 250-254.
- Incerti, L., Rota, A., Valeri, S., Miguel, A., García, J., Rodríguez, R. ve Osés, J., 2011, Nanostructured self-lubricating CrN-Ag films deposited by PVD arc discharge and magnetron sputtering, *Vacuum*, 85 (12), 1108-1113.
- Irie, M., Ohara, H., Nakayama, A., Kitagawa, N. ve Nomura, T., 1997, Deposition of Ni/TiN nano-composite films by cathodic arc ion-plating, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, 121 (1-4), 133-136.
- Jang, H.-S., Jeon, S. K., Lee, H. J. ve Nahm, S. H., 2011, Mechanical and electrical properties of multi-walled carbon nanotubes by nano-manipulator, *Procedia Engineering*, 10, 2917-2922.
- Javeed, S., Yamin, S., Janjua, S. A., Yaqub, K., Ashraf, A., Zeeshan, S., Mehmood, M., Anwar-ul-Haq, M. ve Ahmad, S., 2011, Amorphous carbon films in direct current magnetron sputtering from regenerative sooting discharge, *Vacuum*, 86 (2), 193-200.

- Jeyadevan, B., Suzuki, Y., Tohji, K. ve Matsuoka, I., 1996, Encapsulation of nano particles by surfactant reduction, *Materials Science and Engineering: A*, 217, 54-57.
- Jia, S. L., Xing, G., Xu, Q. D. ve Shi, Z. Q., 2006, Influence of magnetic field on carbon nano-materials produced in liquid arc, *2006 1st IEEE International Conference on Nano/Micro Engineered and Molecular Systems, Vols 1-3*, 959-963.
- Kajiura, H., Huang, H., Tsutsui, S., Murakami, Y. ve Miyakoshi, M., 2002, High-purity fibrous carbon deposit on the anode surface in hydrogen DC arc-discharge, *Carbon*, 40 (13), 2423-2428.
- Kia, K. K. ve Bonabi, F., 2013, Using hydrocarbon as a carbon source for synthesis of carbon nanotube by electric field induced needle-pulsed plasma, *Thin Solid Films*, 534, 162-167.
- Kim, D., Ahn, J., Sinha, B., Kim, J. ve Choi, C., 2015, Novel route to prepare HoN nanoparticles for magnetic refrigerant in cryogenic temperature, *International Journal of Hydrogen Energy*, 40 (35), 11465-11469.
- Kim, Y. A., Muramatsu, H., Hayashi, T. ve Endo, M., 2012, Catalytic metal-free formation of multi-walled carbon nanotubes in atmospheric arc discharge, *Carbon*, 50 (12), 4588-4595.
- Koch, C., 2003, Top-down synthesis of nanostructured materials: Mechanical and thermal processing methods, *Reviews on Advanced Materials Science*, 5 (2), 91-99.
- Kumar, S., Kang, K., Bae, G., Selvarajan, V. ve Lee, C., 2008, Synthesis and characterization of alumina nano-powders by oxidation of molten aluminium in a thermal plasma reactor: Comparison with theoretical estimation, *Materials Chemistry and Physics*, 112 (2), 436-441.
- Lattemann, M., Moafi, A., Bilek, M., McCulloch, D. ve McKenzie, D., 2010, Energetic deposition of carbon clusters with preferred orientation using a new mixed mode cathodic arc-Sputtering process, *Carbon*, 48 (3), 918-921.
- Lee, J.-S., Im, S.-S., Lee, C.-W., Yu, J.-H., Choa, Y.-H. ve Oh, S.-T., 2004, Hollow nanoparticles of β -iron oxide synthesized by chemical vapor condensation, *Journal of Nanoparticle Research*, 6 (6), 627-631.
- Liang, F., Tanaka, M., Choi, S. ve Watanabe, T., 2014, Measurement of anode surface temperature in carbon nanomaterial production by arc discharge method, *Materials Research Bulletin*, 60, 158-165.
- Lines, M., 2008, Nanomaterials for practical functional uses, *Journal of Alloys and Compounds*, 449 (1-2), 242-245.
- Liveri, V. T., 2006, Controlled synthesis of nanoparticles in microheterogeneous systems, Springer Science & Business Media, p.
- Lu, L., Shen, Y. F., Chen, X. H., Qian, L. H. ve Lu, K., 2004, Ultrahigh strength and high electrical conductivity in copper, *Science*, 304 (5669), 422-426.
- Luther, W., 2004, Bottom-up methods for making nanotechnology products, *Future Technologies Division of VDI (Verein Deutscher Ingenieure) Report: 'Industrial Application of Nanomaterials-Chances and Risks: Technology Analysis*, <http://www.zt-consulting.de>.
- Luther, W., 2006, International strategy and foresight report on nanoscience and nanotechnology.
- Mandilas, C., Daskalos, E., Karagiannakis, G. ve Konstandopoulos, A. G., 2013, Synthesis of aluminium nanoparticles by arc plasma spray under atmospheric pressure, *Materials Science and Engineering: B*, 178 (1), 22-30.

- Mantey, K., Shams, S., Nayfeh, M. H., Nayfeh, O., Alhoshan, M. ve Alrokayan, S., 2010, Synthesis of wirelike silicon nanostructures by dispersion of silicon on insulator using electroless etching, *Journal of Applied Physics*, 108 (12), 124321.
- Marcq, F., Demont, P., Monfraix, P., Peigney, A., Laurent, C., Falat, T., Courtade, F. ve Jamin, T., 2011, Carbon nanotubes and silver flakes filled epoxy resin for new hybrid conductive adhesives, *Microelectronics Reliability*, 51 (7), 1230-1234.
- Meirovich, A., Parkansky, N., Boxman, R. L., Berkh, O., Barkay, Z. ve Rosenberg, Y., 2016, Treatment of Methylene Blue water solution by submerged pulse arc in multi-electrode reactor, *Journal of Water Process Engineering*, 13, 53-60.
- Murthy, Y. L. N., Rao, T. K., Viswanath, I. V. K. ve Singh, R., 2010, Synthesis and characterization of nano silver ferrite composite, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 322 (14), 2071-2074.
- Ospina, R., Escobar-Rincón, D., Arango, P., Restrepo-Parra, E. ve Jurado, J., 2013, Structural and chemical composition analysis of WCN produced by pulsed vacuum arc discharge, *Surface and Coatings Technology*, 232, 96-100.
- Özdoğan, E., Demir, A. G. A. ve Seventekin, N., 2006, Nanoteknoloji Ve Tekstil Uygulamaları, *Tekstil ve Konfeksiyon*, 16 (3), 160-168.
- Parkansky, N., Alterkop, B., Boxman, R., Goldsmith, S., Barkay, Z. ve Lereah, Y., 2005, Pulsed discharge production of nano- and microparticles in ethanol and their characterization, *Powder technology*, 150 (1), 36-41.
- Parkansky, N., Goldstein, O., Alterkop, B., Boxman, R., Barkay, Z., Rosenberg, Y. ve Frenkel, G., 2006, Features of micro and nano-particles produced by pulsed arc submerged in ethanol, *Powder technology*, 161 (3), 215-219.
- Rao, C., Muller, A. ve Cheetham, A., 2005, *The Chemistry of Nanomaterials*, Willey, VCH Verlag GmbH and Co. KGaA, Weinheim.
- Rao, C. N. R., Müller, A. ve Cheetham, A. K., 2006, *The chemistry of nanomaterials: synthesis, properties and applications*, John Wiley & Sons, p.
- Sadeghzadeh-Attar, A., Sasani Ghamsari, M., Hajiesmaeilbaigi, F. ve Mirdamadi, S., 2007, Template-based growth of TiO₂ nanorods by sol-gel process, *Semiconductor Physics Quantum Electronics & Optoelectronics*.
- Sagara, T., Kurumi, S. ve Suzuki, K., 2014, Growth of linear Ni-filled carbon nanotubes by local arc discharge in liquid ethanol, *Applied Surface Science*, 292, 39-43.
- Salah, H. ve Adjrad, A., 2007, Carbon whisker formation under fast particle irradiation, *Surface and Coatings Technology*, 201 (19-20), 8560-8563.
- Sano, N., Wang, H., Chhowalla, M., Alexandrou, I., Amaratunga, G. A., Naito, M. ve Kanki, T., 2003, Fabrication of inorganic molybdenum disulfide fullerenes by arc in water, *Chemical Physics Letters*, 368 (3-4), 331-337.
- Sano, N., Kawanami, O., Charinpanitkul, T. ve Tanthapanichakoon, W., 2008, Study on reaction field in arc-in-water to produce carbon nano-materials, *Thin Solid Films*, 516 (19), 6694-6698.
- Sen, P., 2005, Nanometre scale surface modification in a needle-plate exploding system, *Journal of Physics: Condensed Matter*, 17 (35), 5327.
- Singh, O., Malik, H. K., Dahiya, R. P. ve Kumar, P., 2016, Influence of negative bias voltage on structural and mechanical properties of nanocrystalline TiN_x thin films treated in hot cathode arc discharge plasma system, *Ceramics International*, 42 (16), 18019-18024.
- Suzuki, T., Guo, Y., Inoue, S., Zhao, X., Ohkohchi, M. ve Ando, Y., 2006, Multiwalled carbon nanotubes mass-produced by dc arc discharge in He-H₂ gas mixture, *Journal of Nanoparticle Research*, 8 (2), 279-285.

- Terrones, M., Hsu, W., Schilder, A., Terrones, H., Grobert, N., Hare, J., Zhu, Y., Schwoerer, M., Prassides, K. ve Kroto, H., 1998, Novel nanotubes and encapsulated nanowires, *Applied Physics A: Materials Science & Processing*, 66 (3), 307-317.
- Wang, C., Yang, Y., Zhang, Z., Liao, F., Ju, J., Shi, Z., Lin, J., Li, Y. ve Huang, F., 2014, Synthesis of nanostructured La₂O₃/La₂O₂CO₃: Eu phosphors from arc-discharged graphene-contained composites, *Materials Letters*, 134, 176-179.
- Wang, Z., Choi, C., Kim, J., Kim, B. ve Zhang, Z., 2003, Characterization of Fe-Co alloyed nanoparticles synthesized by chemical vapor condensation, *Materials Letters*, 57 (22-23), 3560-3564.
- Willems, v. d. W., 2005, Roadmap report on nanoparticles, *W&W Espana sl, Barcelona, Spain*, 157.
- Xing, G., Jia, S. ve Shi, Z., 2007, Influence of transverse magnetic field on the formation of carbon nano-materials by arc discharge in liquid, *Carbon*, 45 (13), 2584-2588.
- Xing, G., Jia, S. ve Shi, Z., 2009, Influence of magnetic field parallel to the arc on the formation of carbon nano-materials by arc discharge in water, *Carbon*, 47 (8), 2131-2133.
- Yu, S., Li, H., Yang, H., Li, D., Sun, H. ve Zou, G., 1996, Microanalysis of wurtzite-GaN single crystals prepared by dc arc discharge, *Materials Letters*, 26 (1-2), 77-80.
- Zhou, B., Liu, Z., Piliptsov, D., Rogachev, A., Yu, S., Wu, Y., Tang, B. ve Rudenkov, A., 2016a, Growth feature of ionic nitrogen doped CN_x bilayer films with Ti and TiN interlayer by pulse cathode arc discharge, *Applied Surface Science*, 361, 169-176.
- Zhou, B., Liu, Z., Piliptsov, D., Yu, S., Wang, Z., Rogachev, A., Rudenkov, A. ve Balmakou, A., 2016b, Structure and optical properties of Cu-DLC composite films deposited by cathode arc with double-excitation source, *Diamond and Related Materials*, 69, 191-197.